

基于液相色谱的甘草分析

陈卿卿, 陈青青, 蔡赛微

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 试样经反相液相色谱分离, 紫外检测器检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 面积外标法定量, 并对比甘草在普通柱(全多孔)和核壳柱(表面多孔)上的分析结果。

关键词: 液相色谱; 甘草

1 检测方法

参照 2020 版中国药典。

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙腈: 色谱纯

2.1.2 水: 纯净水

2.1.3 磷酸: 分析纯

2.2 材料与仪器

2.2.1 液相色谱仪: 福立 LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)

3 样品制备

参照药典。

4 仪器条件

4.1 药典方法

a) 色谱柱: 1) 普通柱: Sunniest C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m

2) 核壳柱: Sunshell C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m

b) 流动相: 流动相 A: 0.05%磷酸, 流动相 B 乙腈。具体梯度见下表:

c) 流速: 1.0 mL/min

d) 检测器: UVD 237.0nm

e) 柱温: 40 $^{\circ}$ C

f) 进样量: 10 μ L

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~8	81	19
8~35	81-50	19-50
35-36	50-0	50-100
36-40	0-81	100-19

4.2 优化方法

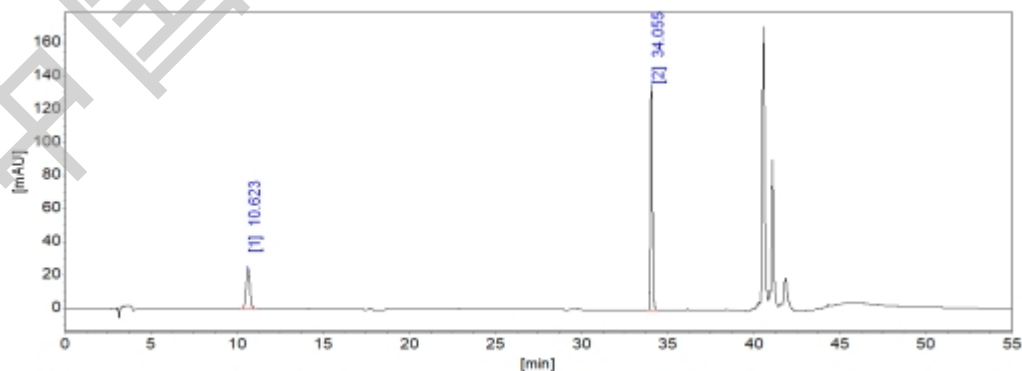
- 色谱柱:核壳柱: Sunshell C18, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm
- 流动相: 流动相 A: 0.05%磷酸, 流动相 B 乙腈。 具体梯度见下表:
- 流速: 1.0 mL/min
- 检测器: UVD 237.0nm
- 柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$
- 进样量: 10 μL

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0~27	81-50	19-50
27-28	50-0	50-100
28-32	0-81	100-19

5 分析结果

5.1 普通柱

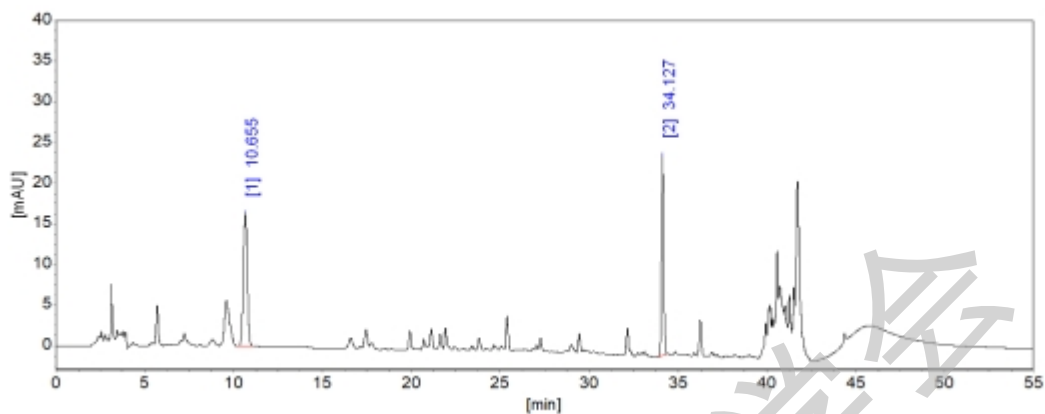
5.1.1 甘草对照品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子

1	甘草苷	10.623	369453.7	24299.7	11311	1.044
2	甘草酸铵	34.055	1100619.3	135333.1	411437	1.158

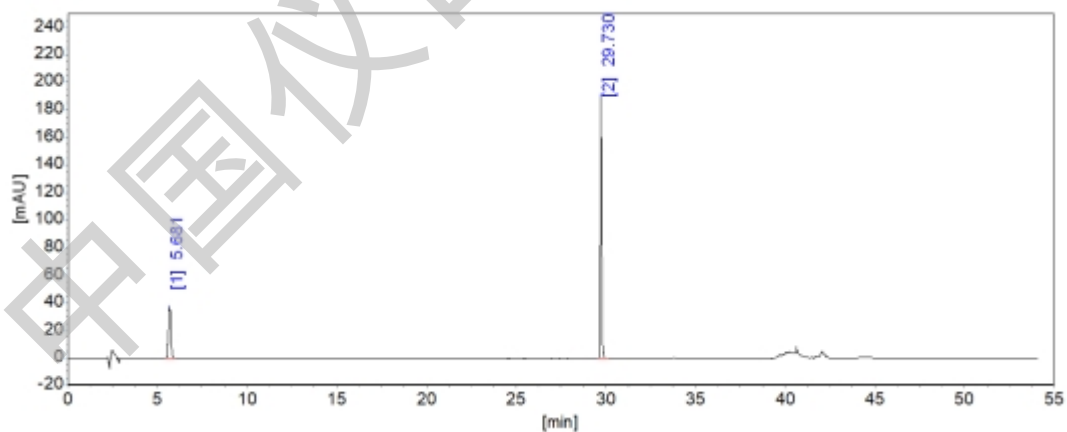
5.1.2 甘草样品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间[min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	含量[%]
1	甘草苷	10.655	245996.3	16326.1	0.5441
2	甘草酸铵	34.127	216298.2	24623.5	2.0253

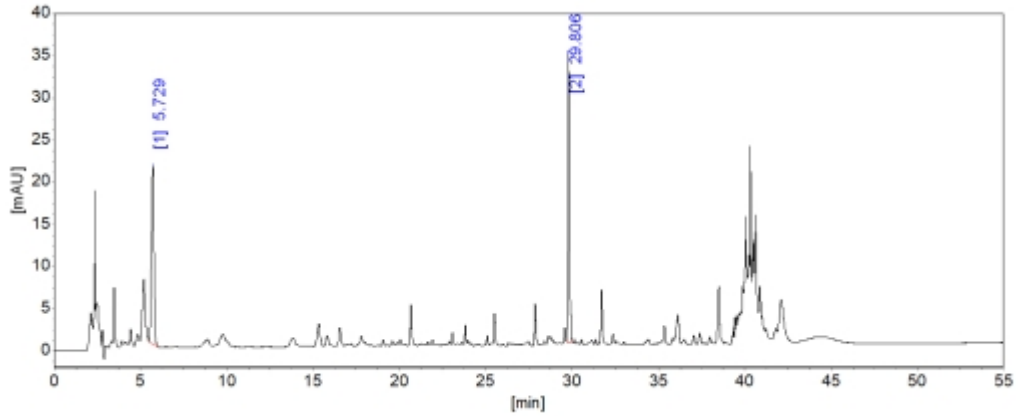
5.2 核壳柱

5.2.1 甘草对照品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	甘草苷	5.681	339367.6	36177.4	8295	1.039
2	甘草酸铵	29.730	1004295.2	189169.7	776639	1.226

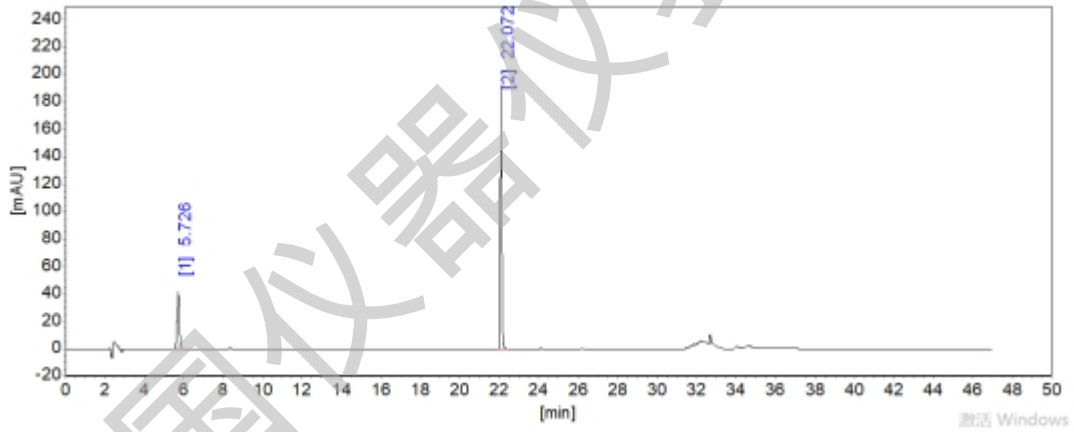
5.2.2 甘草样品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间[min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	含量[%]
1	甘草苷	5.729	225436.8	21037.4	0.5434
2	甘草酸铵	29.806	195720.6	34149.1	2.0786

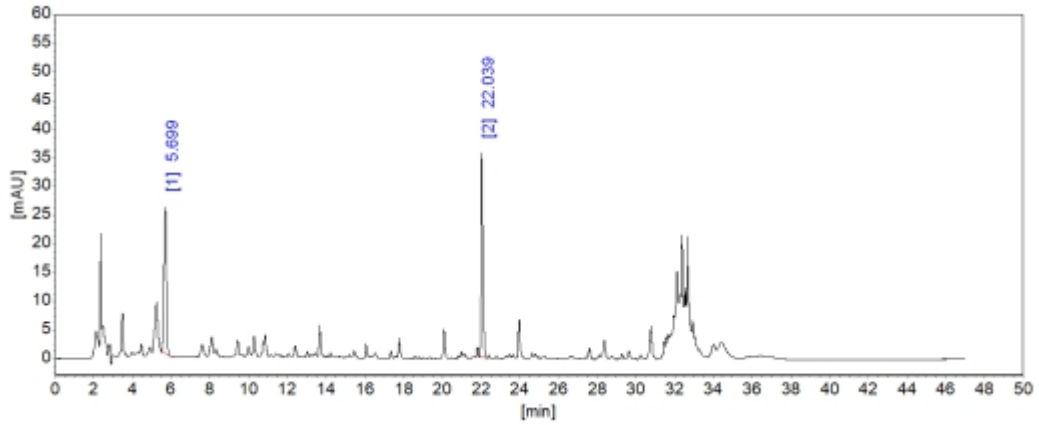
5.3 核壳柱优化方法

5.3.1 甘草对照品典型谱图及结果



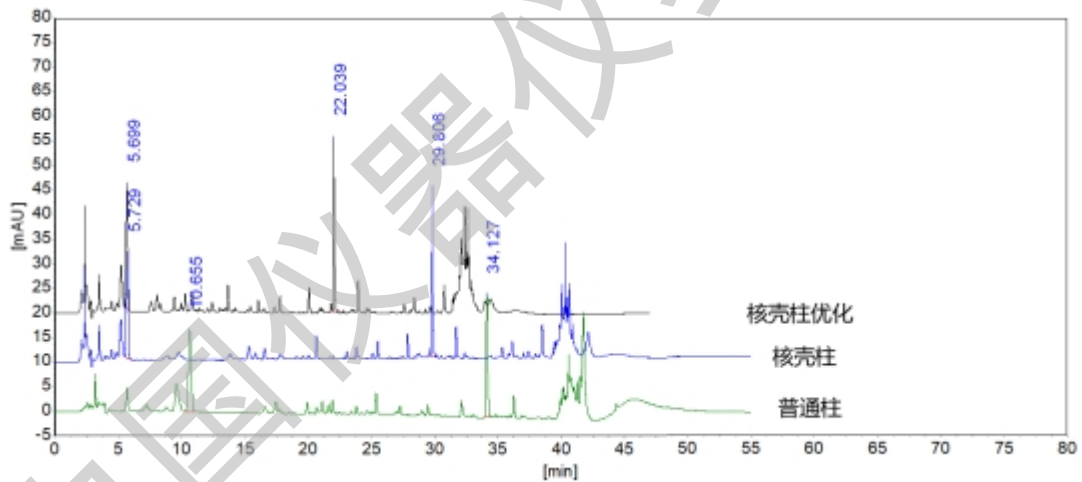
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	峰高[uAU]	理论塔板	拖尾因子
1	甘草苷	5.726	349047.3	39532.0	9556	0.988
2	甘草酸铵	22.072	1019500.0	188060.4	407901	1.235

5.3.2 甘草样品典型谱图及结果



峰序	组分名	保留时间[min]	峰面积[uAU*s]	峰高[uAU]	含量[%]
1	甘草苷	5.699	237815.1	25143.9	0.5613
2	甘草酸铵	22.039	205046.0	35127.8	2.0893

5.4 普通柱和核壳柱甘草样品对比



	甘草苷			甘草酸铵		
	普通柱	核壳柱	核壳柱优化	普通柱	核壳柱	核壳柱优化
保留时间/min	10.655	5.729	5.699	34.127	29.806	22.039
理论塔板数	11575	6157	7786	358956	766456	405005

说明：

对比普通柱和核壳柱对甘草分析可以看出，核壳柱缩短了甘草的分析时间，组分甘草苷的保留时间缩短了 46%，组分甘草酸铵的保留时间缩短了 12%，理论塔板数均符合药典要求。