

新型核壳色谱柱快速分析薏苡仁中甘油三油酸酯

1. 背景介绍

薏苡仁为禾本科植物薏苡的干燥成熟种仁。薏苡仁含有脂类、多糖类、木脂素类等多种活性成分，其中脂类中的甘油三油酸酯含量颇高，从而使得薏苡仁具有诸多药用功效，如解热、镇痛、镇静、抗癌等。2015 年版《中国药典》中规定采用高效液相色谱蒸发光散射检测法（HPLC-ELSD）检测薏苡仁中甘油三油酸酯含量，以便对薏苡仁中药材进行有效的质量控制。鉴于薏苡仁中甘油三油酸酯含量检测时杂质峰种类较多，各杂质的有效分离较为困难，采用传统色谱柱分析所需时间较长，主成分出峰时间偏晚，容易导致峰顶部分叉或有毛刺，造成定量结果不准确。因此，有必要选择一款高效、快速的色谱柱来实现薏苡仁中甘油三油酸酯的快速有效分析。

新型核壳 Halo 色谱柱填料由实心核和包裹实心核的多孔壳层组成，核壳结构的特殊性使该类色谱柱具有高效、快速、低压、耐用的特点，可以大大降低样品的分析时间（分析时间缩短至传统色谱柱的 1/2 或 1/3）。因此本实验按照 2015 年版《中国药典》的要求，采用高效液相色谱法，建立了薏苡仁中甘油三油酸酯含量检测的快速分析方法，方法准确、灵敏、简便快速，可以实现薏苡仁中甘油三油酸酯含量的有效检测。

2. 样品制备

对照品溶液的制备：取甘油三油酸酯对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1mL 含 0.14mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品粉末（过三号筛）约 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入流动相 50mL，称定重量，浸泡 2 小时，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.测试条件

仪器：	EasySep ®-1020 液相色谱系统，ELSD-UM5800 检测器		
色谱柱：	Halo 5 C18, 250×4.6mm, 5μm		
流速：	1.0mL/min	柱温：	35°C
流动相：	乙腈：二氯甲烷=65：35		
载气流量：	2.5L/min	漂移管温度：	75°C

4.测试结果

1) 色谱图

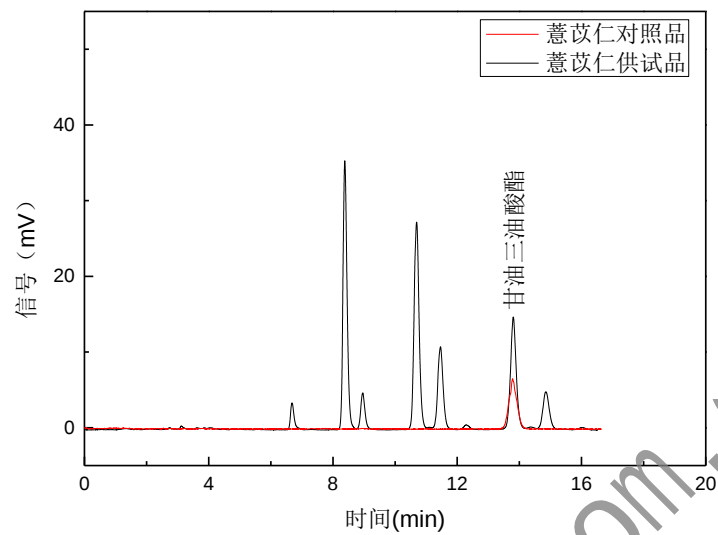


图 1 薏苡仁供试品及甘油三油酸酯对照品色谱图

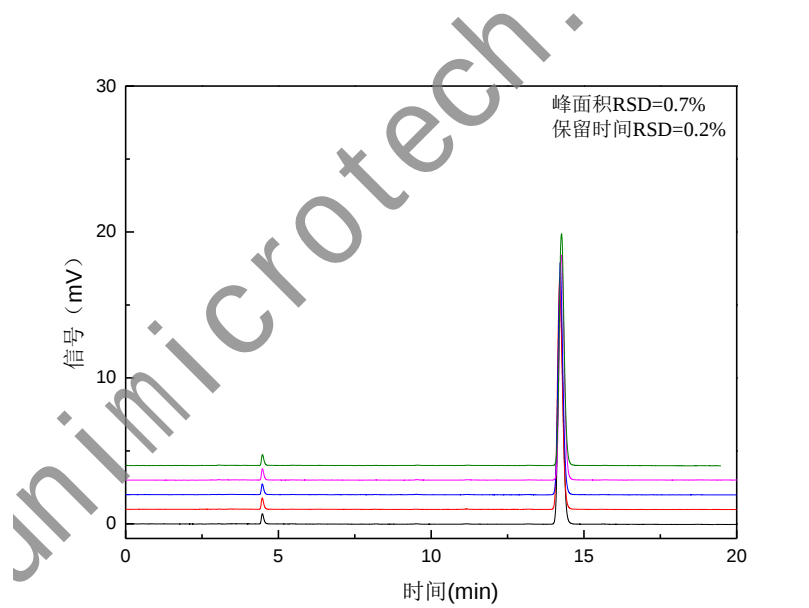


图 2 甘油三油酸酯对照品重复性考察色谱图

精密吸取对照品溶液 10 μ L，进液相色谱测定，重复进样 5 次，计算保留时间 $RSD \leq 0.5\%$ ，峰面积 $RSD \leq 2.0\%$ ，方法的定性定量重复性良好。

5.结论

采用高效液相色谱法，新型核壳填料色谱柱 Halo 5 C18，可以实现薏苡仁中甘油三油酸酯的快速有效分离，方法准确、灵敏度高，可以满足日常分析要求。

6.配置列表

仪器配置	EasySep ®-1020 Pump 二元梯度泵
	AS1020 自动进样器
	AT-330 柱温箱
	ELSD-UM5800 检测器
	Unimicro 色谱工作站

unimicrotech.com.cn