

黄连中盐酸小檗碱的测定

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱 InertSustainSwift C18 (4.6×250 mm, 5 μm);

1.2 分析条件

色谱柱: InertSustainSwift C18 (4.6×250 mm, 5 μm)

流动相: 乙腈-0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液 (45:55)(每 100 mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4 g, 再以磷酸调节 pH 值为 4.0)

柱温: 25°C

检测波长: 345 nm

流速: 1.0 mL/min

进样量: 10 μL

1.3 对照品溶液的制备

取盐酸小檗碱对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 90.5 μg 的溶液, 即得。

1.4 供试品溶液的制备

取本品粉末 (过二号筛) 约 0.2 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇-盐酸 (100: 1) 的混合溶液 50 mL, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 2 mL, 置 10 mL 量瓶中,

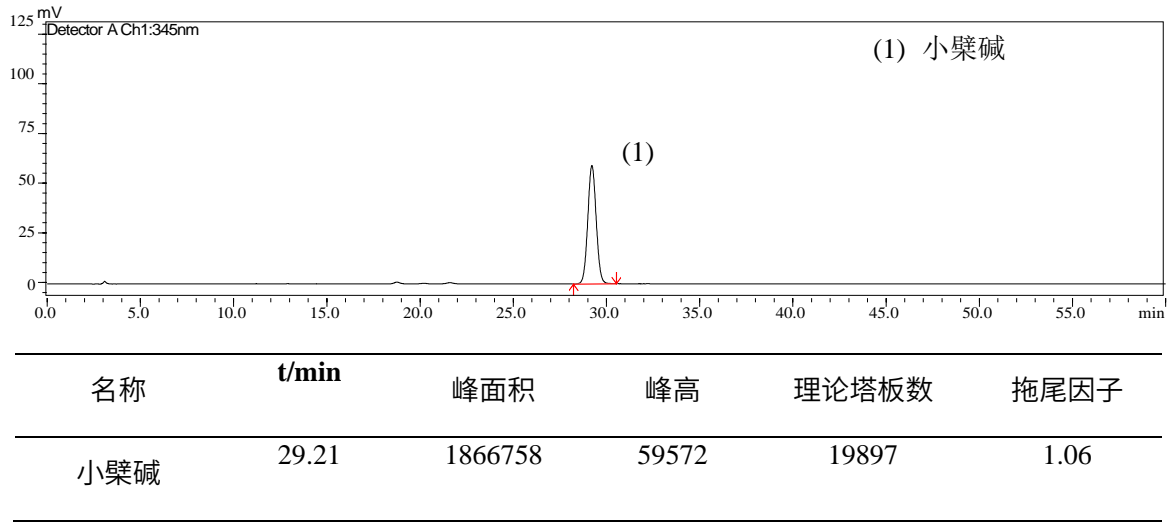
加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2. 结果及讨论

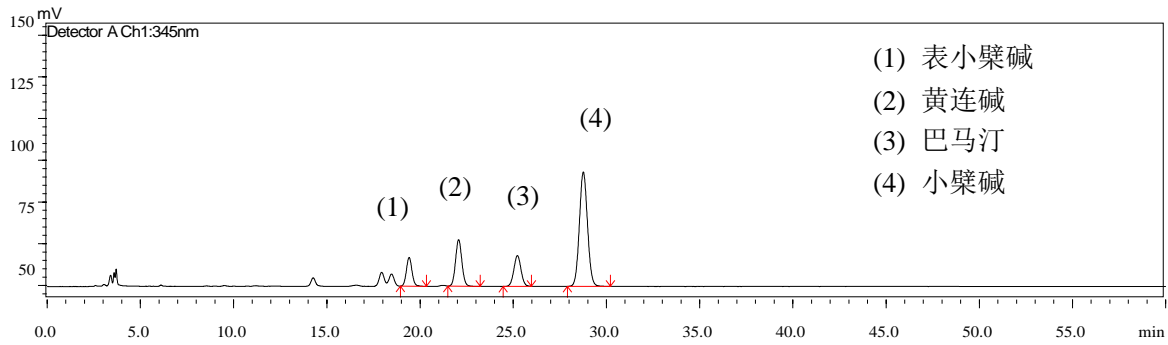
2.1 色谱图

按照上述色谱条件（1.2）进行采集，对照品溶液色谱图和样品色谱图如下：

小檗碱对照品溶液：



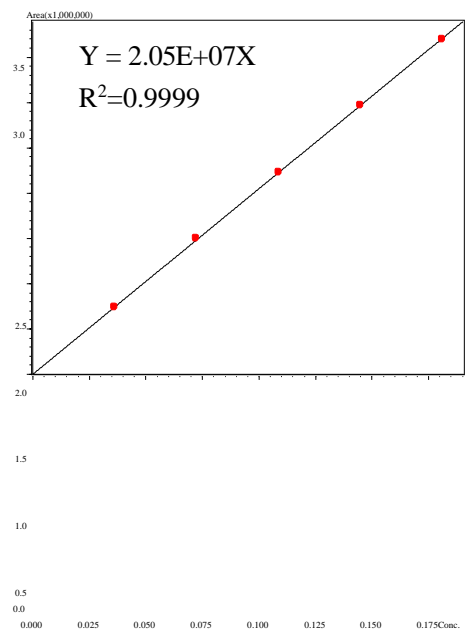
黄连供试品溶液：



2.2 标准曲线、重现性

配制一系列浓度的阿魏酸标准溶液。上述实验条件（1.2）进行采集。各组分标准曲线和重现性结果如下所示。

小檗碱标准曲线：



小檗碱的重复性：

| 序号 | 对照品（10 μL） | | 样品（5 μL） | |
|-------|------------|---------|----------|---------|
| | t/min | 峰面积 | t/min | 峰面积 |
| 1 | 29.21 | 1866758 | 28.84 | 2081830 |
| 2 | 29.20 | 1863208 | 28.85 | 2095104 |
| 3 | 29.21 | 1859903 | 28.87 | 2081484 |
| 平均值 | 29.21 | 1863290 | 28.85 | 2086139 |
| RSD/% | 0.02 | 0.18 | 0.05 | 0.37 |

3. 结论

参考《中国药典》中色谱条件，并对其条件进行优化，最终建立了黄连中盐酸小檗碱的 HPLC 测定方法。采用色谱柱InertSustainSwift C18 (4.6×250 mm, 5 μm)分析盐酸小檗碱，盐酸小檗碱峰的理论塔板数为19897，盐酸小檗碱峰与相邻杂质峰能达到基线分离，并且标准品溶液的峰面积RSD小于0.5% (n=3)，满足《中国药典》要求。此方法可为黄连中盐酸小檗碱的检测提供参考。