

# 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  $\mu\text{m}$ );

### 1.2 分析条件

色谱柱: InertSustainSwift C18 (4.6×250 mm, 5  $\mu\text{m}$  )

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  $\mu\text{L}$

### 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  $\mu\text{g}$  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, 摆匀, 滤过, 精密量取续滤液 2 mL, 置 10 mL 量瓶中,

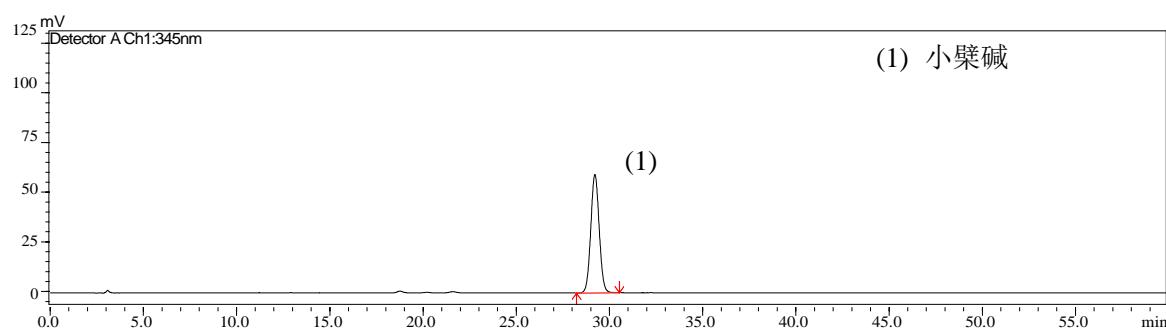
加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

## 2. 结果及讨论

### 2.1 色谱图

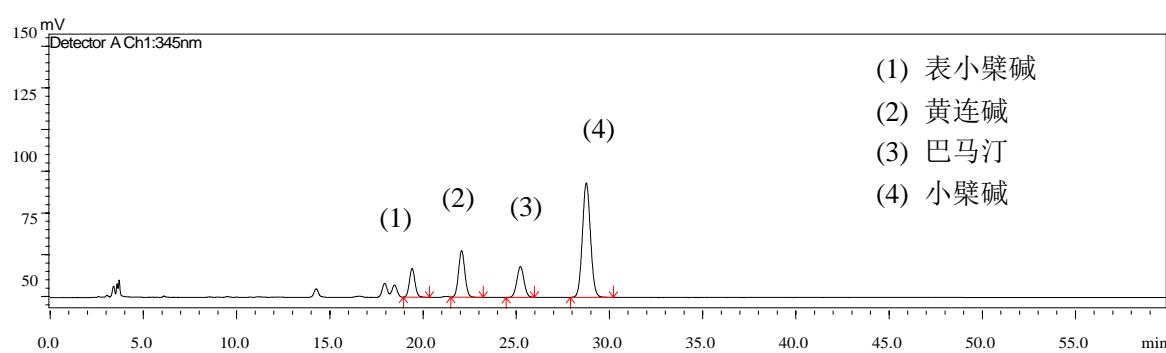
按照上述色谱条件（1.2）进行采集，对照品溶液色谱图和样品色谱图如下：

小檗碱对照品溶液：



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
小檗碱	29.21	1866758	59572	19897	1.06

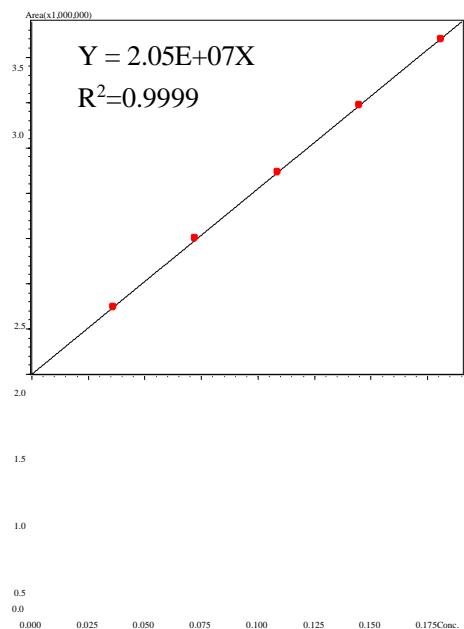
黄连供试品溶液：



## 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：



小檗碱的重现性：

对照品 (10  $\mu$ L) 样品 (5  $\mu$ L)

序号

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  $\mu$ m)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。