

黄柏中盐酸小檗碱 分析报告

----- 吉林万通药业集团梅河药业股份有限公司

一、检测方法参考标准:

参考标准: 中国药典 2020 年版一部

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基键合硅胶为填充剂; 以乙腈-0.1%磷酸溶液 (50: 50) (每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.1g) 为流动相; 检测波长为 265nm。理论板数按盐酸小檗碱峰计算应不低于 4000。

对照品溶液的制备 取盐酸小檗碱对照品适量, 精密称定, 加流动相制成每 1ml 含 0.1mg 的溶液, 即得。

供试品溶液的制备 取本品粉末 (过三号筛) 约 0.1g, 精密称定, 置 100ml 量瓶中, 加流动相 80ml, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 40 分钟, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

测定法 分别精密吸取对照品溶液 5 μ l 与供试品溶液 5~20 μ l, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

标准规定: 本品按干燥品计算, 含小檗碱以盐酸小檗碱 ($C_{20}H_{17}NO_4 \cdot HCl$) 计, 不得少于 3.0%。

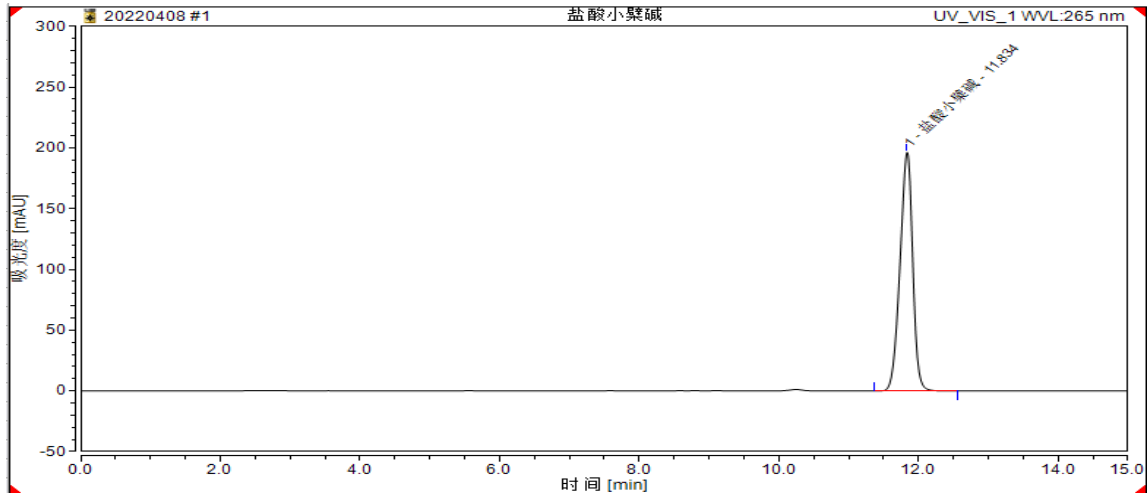
二、仪器

热电 VanquishCor

三、仪器条件

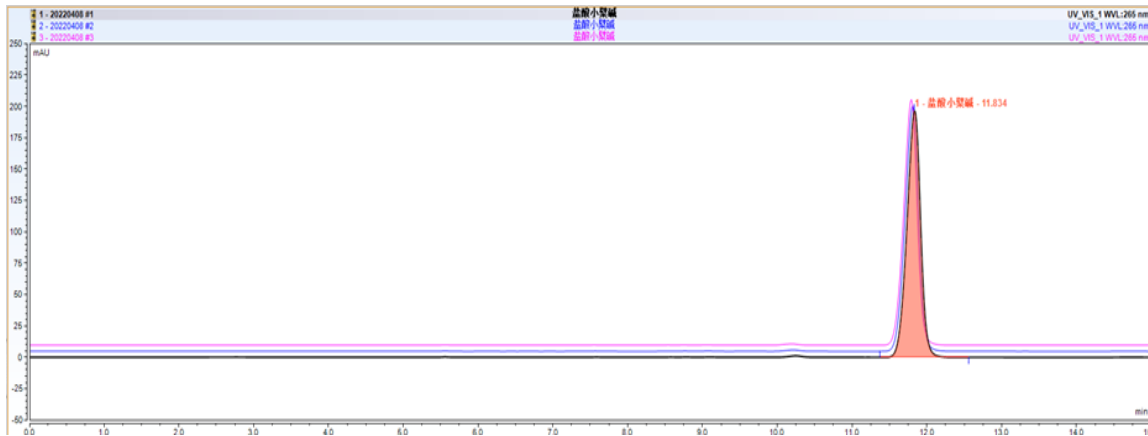
- a) 色谱柱: SunArmor C18, 柱长 250mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μ m
- b) 流动相: 流动相 A: 乙腈; 流动相 B: 0.1%磷酸溶液
- c) 流速: 1.0 mL/min d) 检测器: UV265nm e) 柱温: 30°C
- f) 对照品进样量: 5 μ L 供试品进样量: 10 μ L

6.2 盐酸小檗碱对照品典型谱图及结果



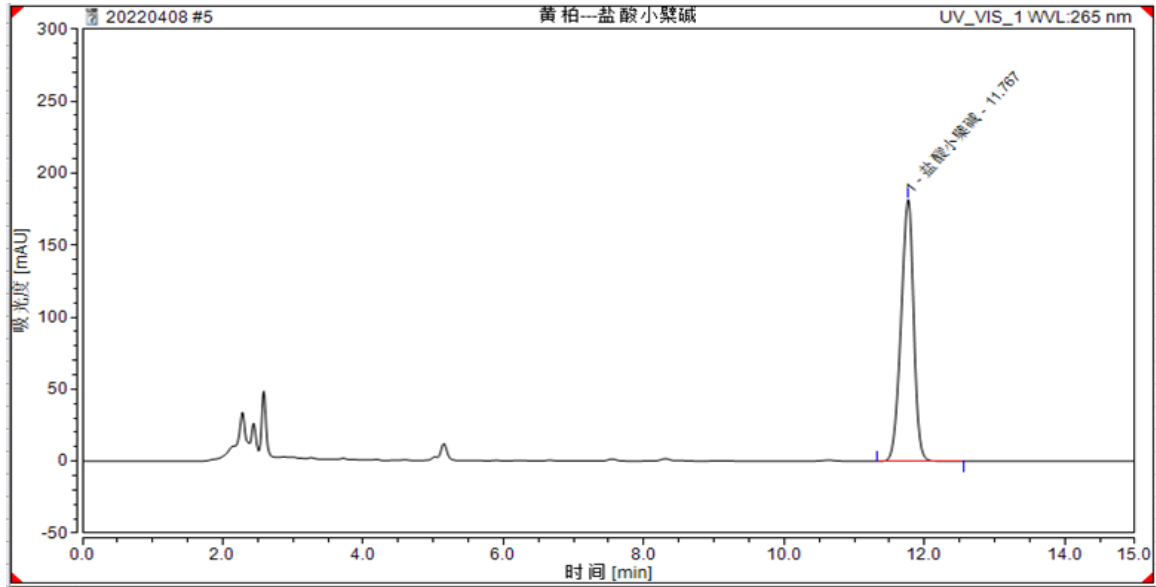
| 积分结果 | | | | | | | |
|------|-------|-------------|----------------|-----------|------------|----------|----------|
| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) |
| 1 | 盐酸小檗碱 | 11.834 | 41.296 | 196.309 | 100.00 | 20667 | n.a. |
| 总和: | | | 41.296 | 196.309 | 100.00 | 20667.00 | |

6.3 盐酸小檗碱对照品三针重复性谱图及结果



| 进样 序号 | 进样名称 所送峰: | 类型 | 保留时间 min | 样品量 | 相对峰面积 % | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 类型 | 峰宽 (50%) min | 不对称度 EP | 分离度 EP | 塔板数 EP | |
|----------|--------------|-------|-------------|----------|------------|----------------|-----------|--------|-----------------|------------|-----------|-----------|-------|
| 1 | 盐酸小檗碱 | 校正标准品 | 11.834 | UV_VIS_1 | n.a. | 100.00 | 41.2957 | 196.31 | BMB | 0.194 | 0.92 | n.a. | 20667 |
| 2 | 盐酸小檗碱 | 校正标准品 | 11.808 | UV_VIS_1 | n.a. | 100.00 | 41.1797 | 195.61 | BMB | 0.194 | 0.91 | n.a. | 20558 |
| 3 | 盐酸小檗碱 | 校正标准品 | 11.792 | UV_VIS_1 | n.a. | 100.00 | 41.1737 | 195.86 | BMB | 0.194 | 0.91 | n.a. | 20570 |
| 最大值 | | | 11.834 | 0.0000 | 100.00 | 41.2957 | 196.31 | | 0.194 | 0.92 | 0.00 | 20667 | |
| 平均值 | | | 11.811 | n.a. | 100.00 | 41.2164 | 195.93 | | 0.194 | 0.91 | n.a. | 20598 | |
| 最小值 | | | 11.792 | 0.0000 | 100.00 | 41.1737 | 195.61 | | 0.194 | 0.91 | 0.00 | 20558 | |
| 标准偏差 | | | 0.021 | n.a. | 0.00 | 0.0688 | 0.35 | | 0.000 | 0.01 | n.a. | 60 | |
| 相对标准偏差 | | | 0.18% | n.a. | 0.00% | 0.17% | 0.18% | | 0.09% | 0.82% | n.a. | 0.29% | |

6.4 黄柏供试品典型谱图及结果



| 积分结果 | | | | | | | |
|------|-------|-------------|----------------|-----------|------------|----------|----------|
| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) |
| 1 | 盐酸小檗碱 | 11.767 | 37.831 | 181.821 | 100.00 | 20791 | n.a. |
| 总和: | | | 37.831 | 181.821 | 100.00 | 20791.00 | |