

附子含量测定—高效液相色谱法

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽省合肥市, 230088)

摘要: 利用高效液相色谱法测试附子含量。

关键词: 高效液相色谱法; 检测方法; 附子含量

1 检测方法

本次实验旨在利用高效液相色谱法测试附子含量。

2 实验过程记录及结果

2.1 试剂和材料

2.1.1 新乌头碱、次乌头碱、乌头碱混标 (客户提供);

2.1.2 附子试样 (已按药典方法处理) (客户提供);

2.1.3 乙腈, 色谱纯;

2.1.4 四氢呋喃, 色谱纯;

2.1.5 醋酸铵, 优级纯;

2.1.6 冰醋酸, 优级纯;

2.1.7 超纯水

2.2 仪器设备

2.2.1 高效液相色谱仪 (HPLC3200);

2.2.2 超声波清洗器;

2.2.3 万分之一电子天平。

2.3 样品测试过程及结果

2.3.1 色谱条件及仪器配置

仪器配置

仪器名称	型号
四元低压梯度泵	P3200Q
自动进样器	AS3200
柱温箱	CT3200

紫外检测器	UV3200
-------	--------

色谱条件

色谱柱	十八烷基键合硅胶柱, 4.6×250mm, 5 μ m		
流动相	A:乙腈-四氢呋喃 (25:15) B:0.1mol/L 醋酸铵溶液 (每 1L 含 0.5mL 冰醋酸)	流速	1.0 mL/min
进样量	10 μ l	柱温	30 $^{\circ}$ C
检测器	紫外	检测波长	235 nm

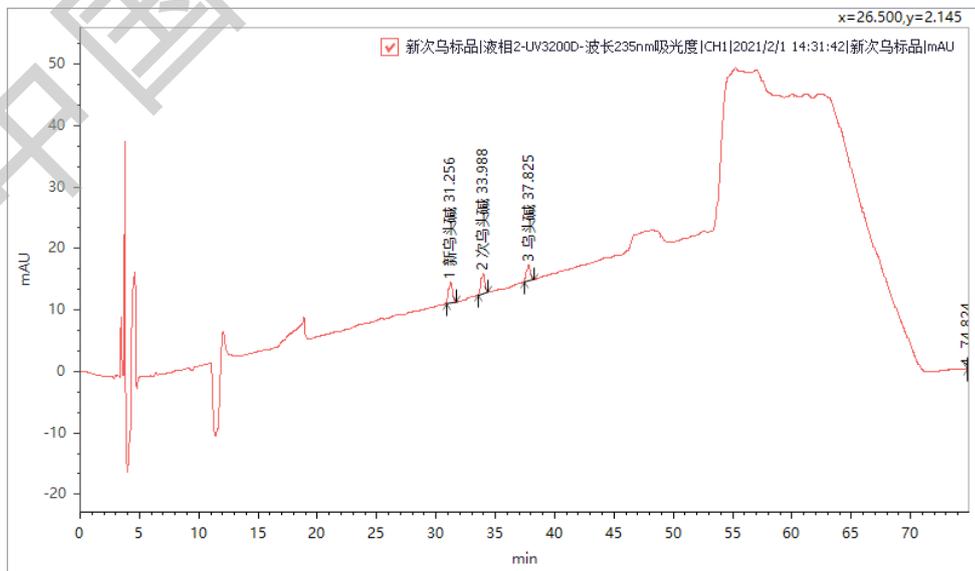
流动相梯度洗脱程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-48	15-26	85-74
48-49	26-35	74-65
49-58	35	65
58-65	35-15	65-85
65-75	15	85

2.3.2 附子测试谱图及结果

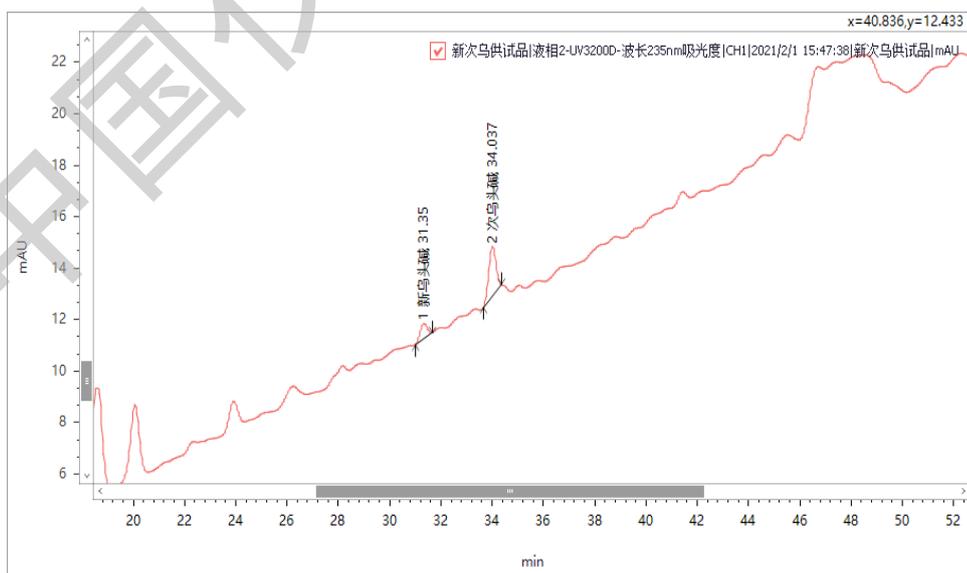
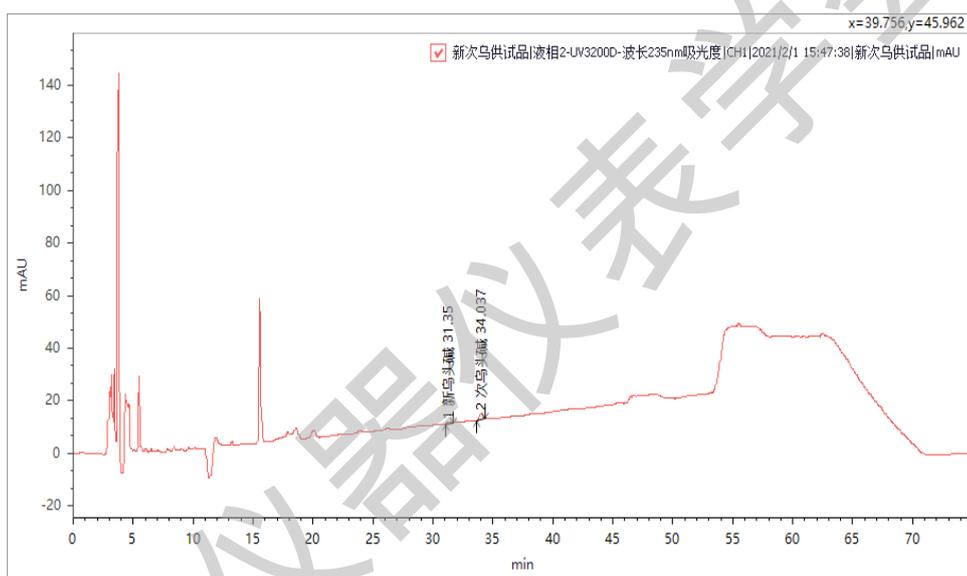
※测试谱图

新乌头碱、次乌头碱、乌头碱标品谱图



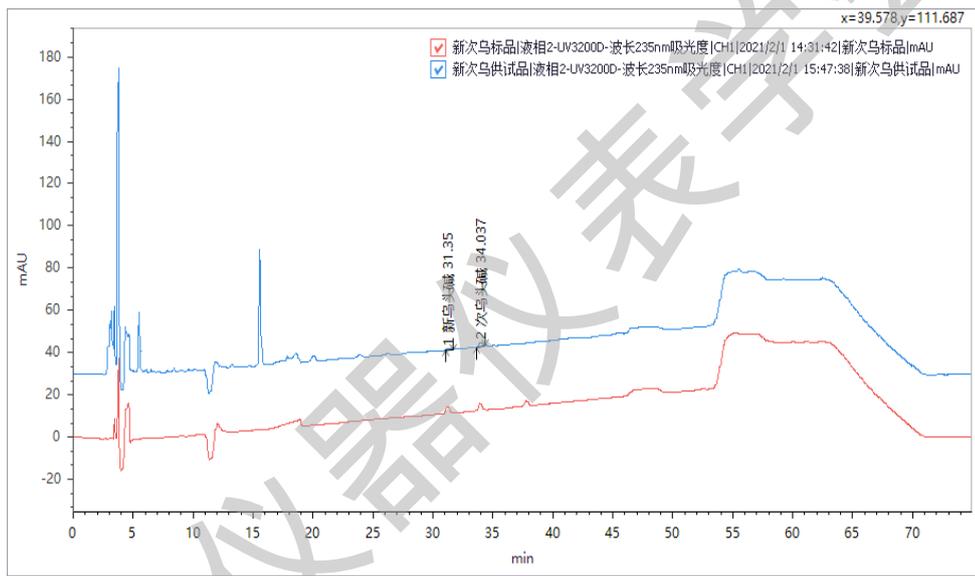
名称	目标物	保留时间 (min)	峰面积	理论塔板数	分离度
标准品	新乌头碱	31.256	76.218	47479	4.878
	次乌头碱	33.988	68.139	61868	6.893
	乌头碱	37.825	63.213	71348	7.185

典方法处理) 谱图



名称	目标物	保留时间 (min)	峰面积	理论塔板数	分离度
供试品	新乌头碱	31.350	10.775	58191	5.117
	次乌头碱	34.037	36.741	65894	—
	乌头碱	—	—	—	—

新乌头碱、次乌头碱、乌头碱标品对比供试品重叠谱图



中国仪器仪表学会