

盐酸水苏碱的测定

SGLC-LC-078

摘要: 本文建立了盐酸水苏碱的HPLC测定方法。结果表明,采用色谱柱ShimNex HE Amide (4.6×250 mm, 5 μm)分析,盐酸水苏碱峰形对称,理论塔板数为10984,远大于6000,且与相邻杂质峰能达到基线分离,满足《中国药典》要求。此方法可为盐酸水苏碱的检测提供参考。

关键词: 盐酸水苏碱 ShimNex HE Amide HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: ShimNex HE Amide (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 380-01243-30);

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 对照品溶液的制备:

取盐酸水苏碱对照品适量,精密称定,加70%乙醇制成每1ml含0.5mg的溶液,即得。

1.3 供试品溶液的制备:

取本品粉末(过三号筛)约1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%乙醇25mL,称定重量,加热回流2小时,放冷,再称定重量,用70%乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

1.4 分析条件

色谱柱: ShimNex HE Amide (4.6×250 mm, 5 μm)

流动相: 乙腈: 0.2%冰醋酸=80:20

柱温: 30℃

流速: 1.0mL/min

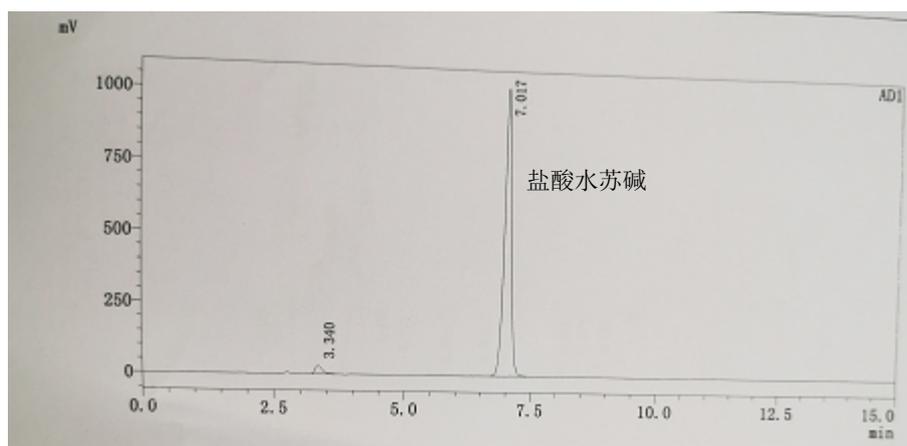
进样量: 10 μL

检测器: 蒸发光检测器

2. 结果及讨论

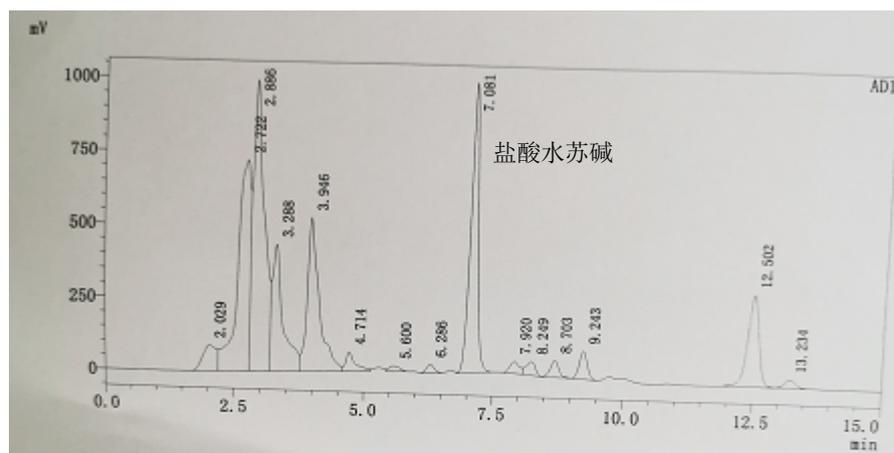
按照上述色谱条件(1.4)进行采集,对照品溶液和供试品溶液色谱图如下:

对照品溶液:



目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数
盐酸水苏碱	7.017	9865985	1035416	11869

供试品溶液:



目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数
盐酸水苏碱	7.081	10023737	983601	10984

3. 结论

参考《中国药典》中色谱条件，最终建立了盐酸水苏碱的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 ShimNex HE Amide (4.6×250 mm, 5 μm) 分析，盐酸水苏碱峰峰形对称，理论塔板数为 10984，远大于 6000，与相邻杂质峰能达到基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为盐酸水苏碱的检测提供参考。