

伸筋丹胶囊的测定

一. 样品描述:

客户提供了对照品溶液（无色透明）和供试品溶液（浅黄色透明）。

二. 样品来源记录

样品测定描述：士的宁与之后的杂质峰完全分开，士的宁理论塔板数不低于 5000，色谱柱的寿命要长。

三. 液相方法条件

方法来源：客户提供。

具体方法：

色谱柱：月旭 Ultimate® AQ-C18, 4.6×250mm, 5 μm;

检测波长：260nm;

流动相：0.01M 庚烷磺酸钠与 0.02M 磷酸二氢钾等量混合再用磷酸调节 pH 到 2.8:

乙腈=79: 21;

温度：30℃;

流速：1.0mL/min;

进样量：10 μL。

流动相的配制：

称取庚烷磺酸钠 0.5059g、磷酸二氢钾 0.6808g，加水 500mL，用磷酸调节 pH 到 2.8，作为流动相 A 相。

样品处理方法：

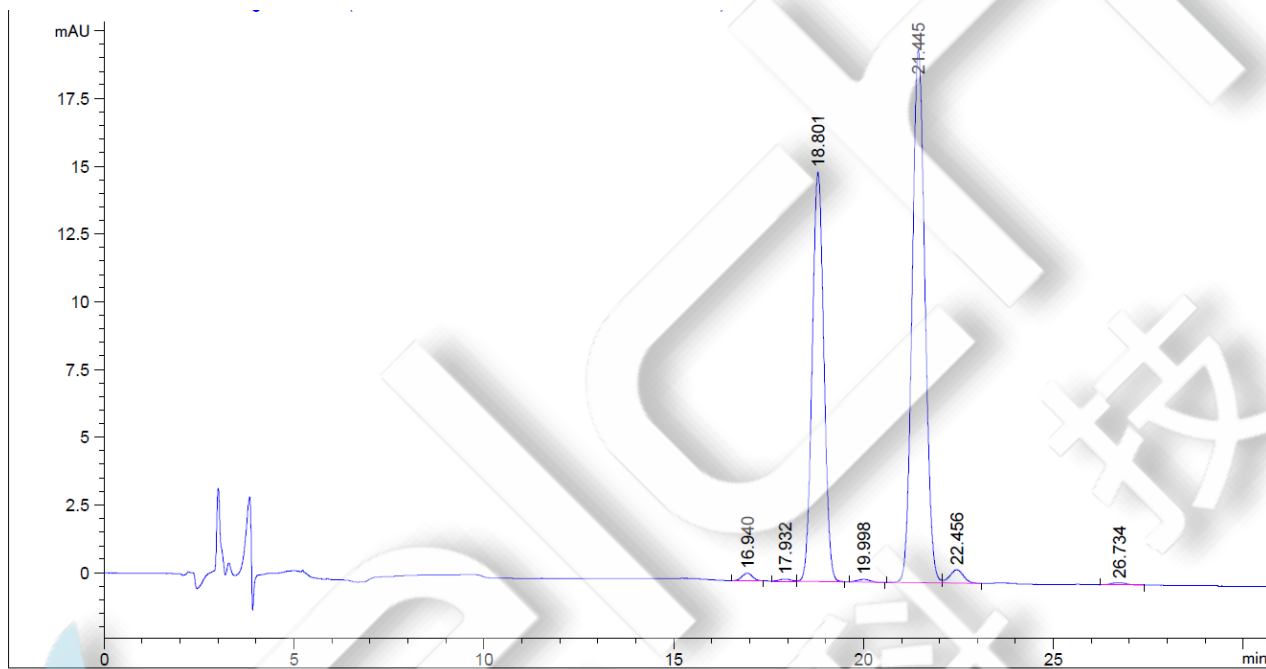
样品 1：对照品溶液，称取马钱子碱对照品约 10mg、士的宁对照品约 12mg，用三氯甲烷溶解并定容到 50mL，量取 1mL，用甲醇稀释到 10mL。

样品 2：供试品溶液，取本品内容物约 2.5g 置于具塞锥形瓶中，加氢氧化钠试液 6mL，混匀使湿润，放置 30min。精密加三氯甲烷 50mL，密塞，称定重量，置水浴中回流提取 2h，放冷，再称定重量，用三氯甲烷补足减失的重量。摇匀，分取三氯甲烷提取液，用

铺有少量无水硫酸钠的滤纸滤过，弃去初滤液，精密量取续滤液 2mL，用甲醇稀释到 10mL。

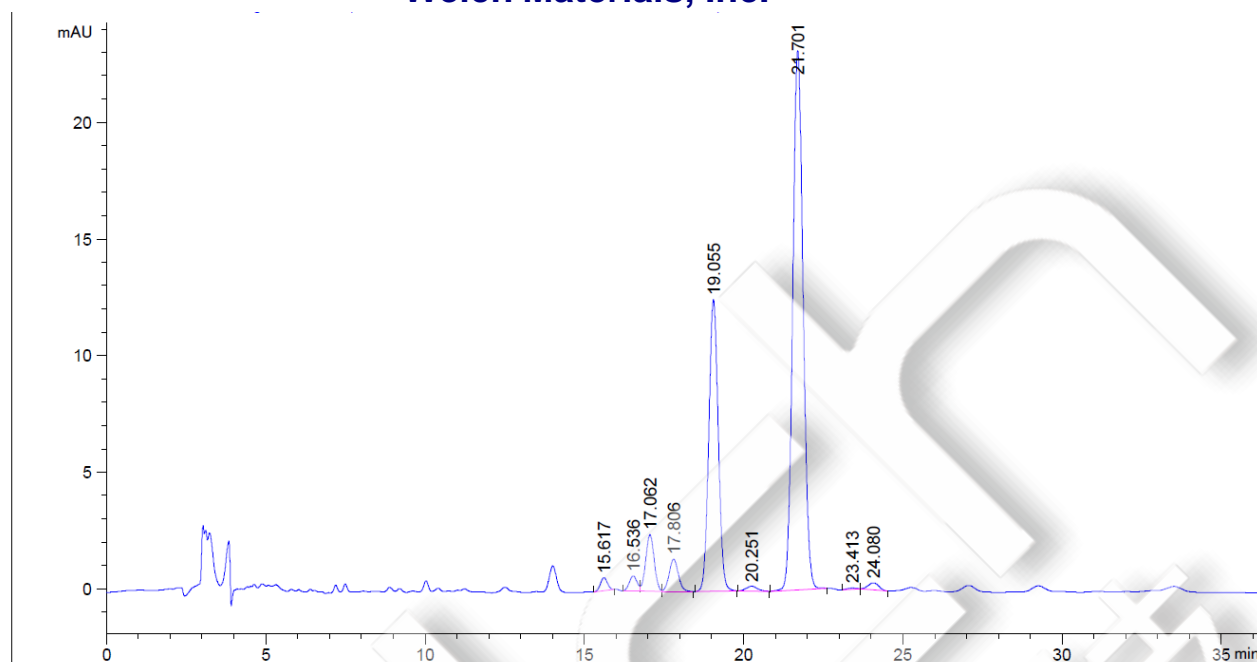
四. 谱图及数据

1. 10 微升进样量对照溶液



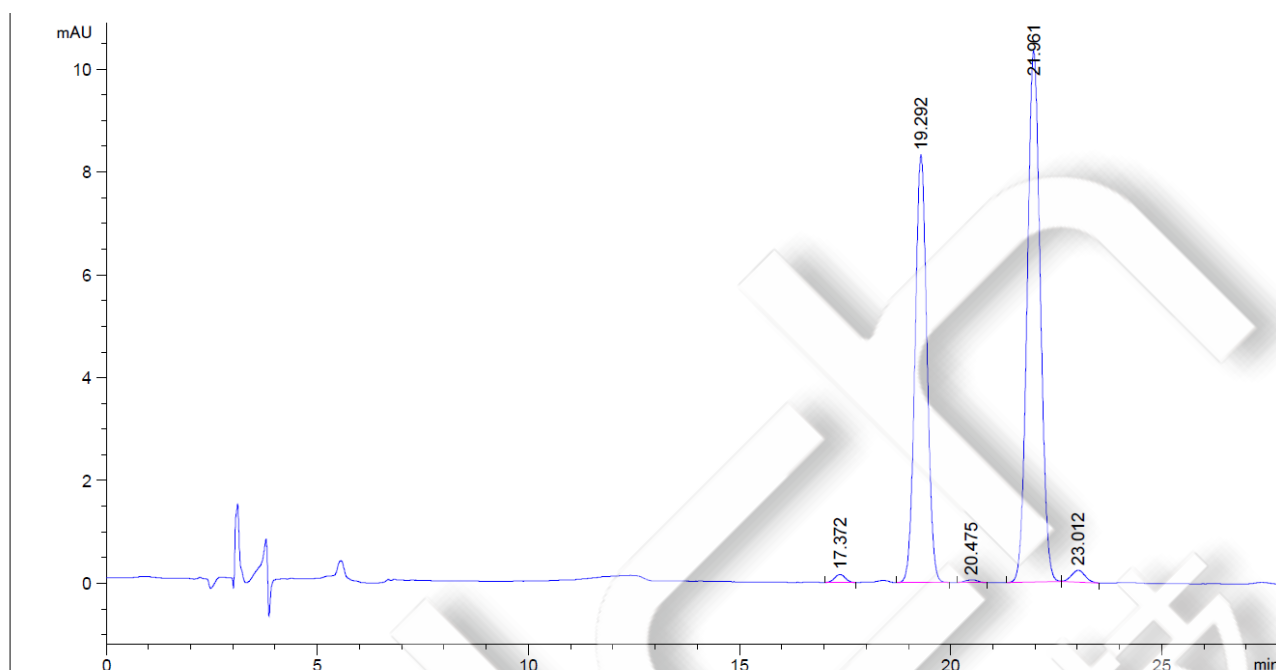
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
16.940	-	5.43054	2.83626e-1	0.98	0.2983	17862	-	-
17.932	-	1.66438	8.35670e-2	0.92	0.3233	17036	1.87	1.06
18.801	-	322.93387	15.11843	0.95	0.3317	17800	1.56	1.05
19.998	-	2.26952	1.02093e-1	0.86	0.3517	17913	2.06	1.06
21.445	-	461.53534	19.66918	0.90	0.3633	19297	2.38	1.07
22.456	-	12.25488	4.91721e-1	1.02	0.3867	18686	1.58	1.05
26.734	-	2.35190	8.19516e-2	0.97	0.4500	19552	6.01	1.19

2. 10 微升进样量供试溶液



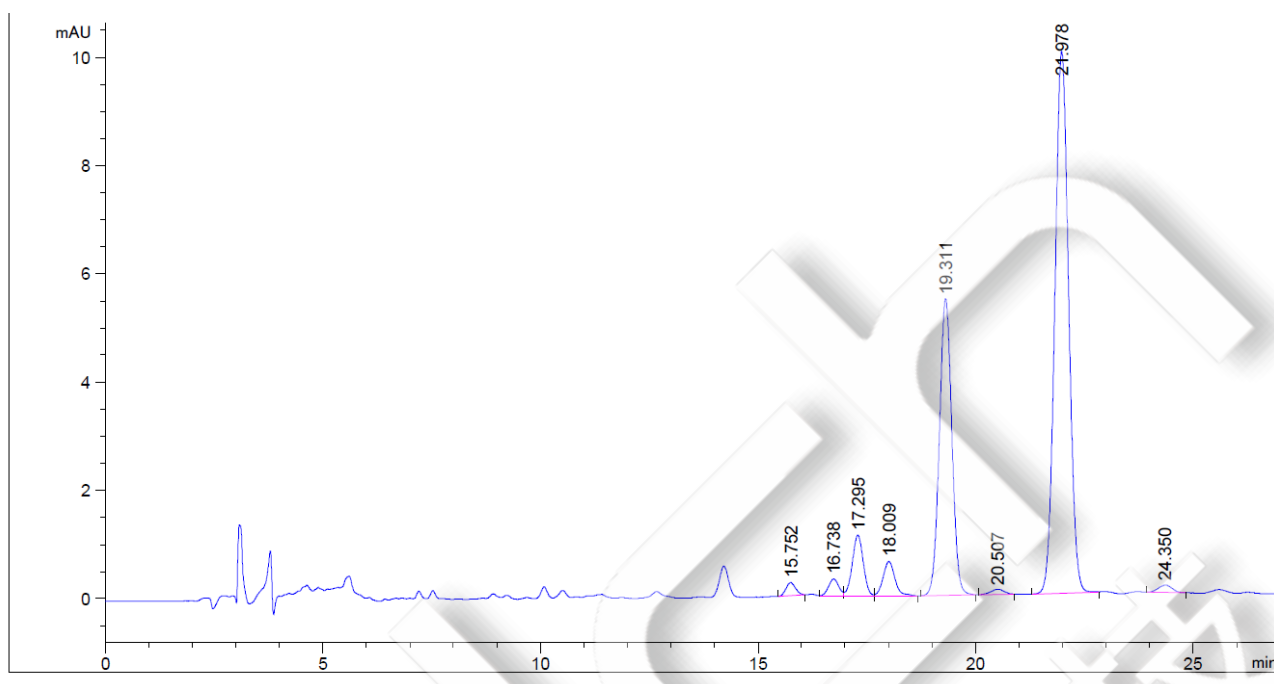
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
15.617	-	8.68433	5.69544e-1	0.99	0.2417	23134	-	-
16.536	-	11.02037	6.43003e-1	0.99	0.2783	19556	2.08	1.06
17.062	-	44.76751	2.42361	0.98	0.2867	19628	1.09	1.03
17.806	-	27.96411	1.38836	0.92	0.3067	18678	1.47	1.04
19.055	-	257.75632	12.52016	0.94	0.3167	20056	2.35	1.07
20.251	-	4.94331	2.04443e-1	0.89	0.3700	16594	2.05	1.06
21.701	-	523.90472	23.13403	0.90	0.3506	21223	2.36	1.07
23.413	-	9.82499e-1	5.25620e-2	1.42	0.3250	28752	2.98	1.08
24.080	-	6.90894	3.02984e-1	1.01	0.3700	23465	1.13	1.03

3.5 微升进样量对照溶液



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
17.372	-	2.76281	1.56528e-1	0.94	0.2783	21585	-	-
19.292	-	163.57019	8.31924	0.96	0.3057	22071	3.86	1.11
20.475	-	1.07817	5.64071e-2	0.79	0.3050	24971	2.28	1.06
21.961	-	224.88660	10.32350	0.94	0.3401	23099	2.71	1.07
23.012	-	4.96731	2.27103e-1	0.85	0.3500	23945	1.79	1.05

4.5 微升进样量供试溶液



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
15.752	-	3.79341	2.44353e-1	0.93	0.2467	22587	-	-
16.738	-	4.94569	3.07834e-1	0.96	0.2567	23556	2.30	1.06
17.295	-	19.41923	1.11483	1.01	0.2733	22184	1.24	1.03
18.009	-	11.78466	6.32748e-1	0.92	0.2833	22384	1.51	1.04
19.311	-	108.74815	5.47481	0.96	0.3100	21496	2.58	1.07
20.507	-	2.00001	9.46070e-2	1.06	0.3300	21393	2.19	1.06
21.978	-	220.02971	10.01626	0.94	0.3433	22699	2.57	1.07
24.350	-	3.05550	1.36826e-1	0.89	0.3633	24883	3.94	1.11

五. 结论

用 AQ 柱在原条件下可以满足分析要求，但是建议减小进样量到 5 微升以获得更好峰形。