

## 测试报告

样品信息			
样品名称	制草乌	编号	Z20220818-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/08/16	测试期间	2022/08/16-2022/08/18
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	苯甲酰乌头碱、苯甲酰次乌头碱、苯甲酰新乌头碱、乌头碱、次乌头碱、新乌头碱		
参考标准			
参考标准	中国药典 2020 版	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1100

### ● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® XB-C18(4.6×250 mm,5 μm)		
流动相	t/min	A(乙腈:四氢呋喃 =25:15)%	B(0.1 mol/L 乙酸铵,含 0.05%乙酸)
	0	15	85
	48	26	74
	49	35	65
	58	35	65
	65	15	85
	75	15	85



柱温:	25 °C
紫外检测器	235 nm
流速:	1.0 mL/min
进样量:	10 μL

#### 流动相的配置:

A(乙腈:四氢呋喃=25:15): 量取乙腈 500 mL, 四氢呋喃 300 mL, 混匀。

B (0.1 mol/L 乙酸铵, 含 0.05%乙酸): 称取乙酸铵 7.7062 g, 加入 1000 mL 水, 加入 0.5 mL 乙酸, 混匀。

#### ● 溶液配置:

苯甲酰乌头碱储备液: 称取苯甲酰乌头碱标准品 0.0005 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 500 μL 溶解, 混匀。

苯甲酰次乌头碱储备液: 称取苯甲酰次乌头碱标准品 0.0015 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 1500 μL 溶解, 混匀。

苯甲酰新乌头碱储备液: 称取苯甲酰新乌头碱标准品 0.0013 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 1300 μL 溶解, 混匀。

乌头碱储备液: 称取乌头碱标准品 0.0018 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 1800 μL 溶解, 混匀。

次乌头碱储备液: 称取次乌头碱标准品 0.0012 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 1200 μL 溶解, 混匀。

新乌头碱储备液: 称取新乌头碱标准品 0.0015 g, 加入异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 1500 μL 溶解, 混匀。

Std 含量测定: 移取苯甲酰乌头碱储备液 20 μL, 苯甲酰次乌头碱 100 μL, 苯甲酰新乌头碱 80 μL, 水 800 μL, 混匀。

Std 检查: 移取乌头碱储备液 30 μL, 次乌头碱 10 μL, 新乌头碱 50 μL, 水 910 μL, 混匀。

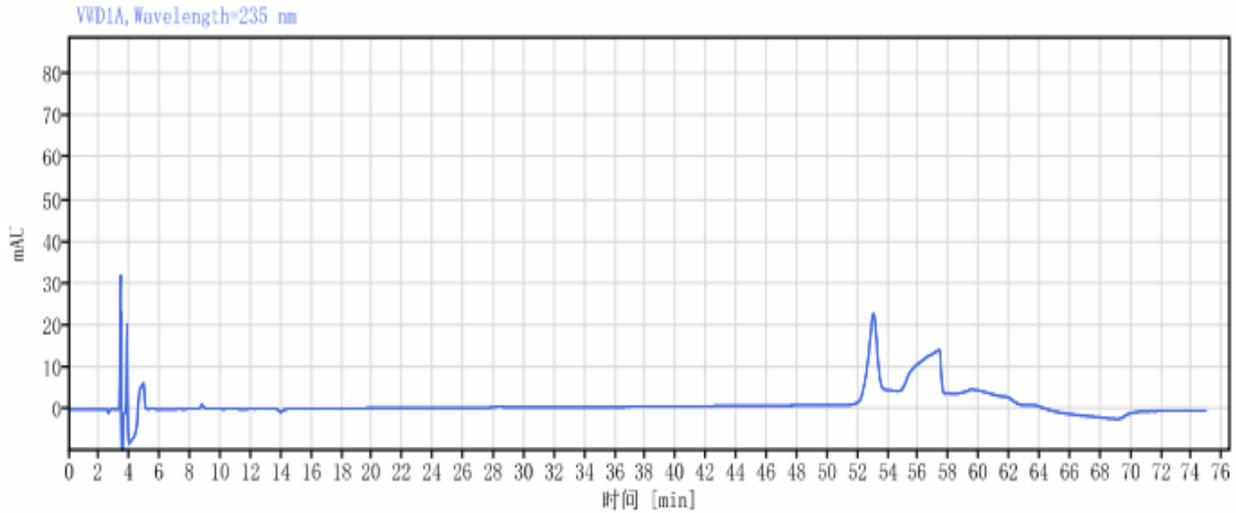
#### ● 样品处理

样品: 称取制草乌粉末 2.0004 g 置于锥形瓶中, 加入氨水 3 mL, 加入异丙醇-乙酸乙酯 (1:1) 混合溶液 50 mL, 称定重量, 超声 30 min, 放冷, 称定重量, 用异丙醇-乙酸乙酯 (1:1) 混合溶液补足减失的重量, 摇匀, 过滤, 取续滤液 25 mL, 40°C 减压回收溶剂至干, 用异丙醇-三氯甲烷 (1:1) 混合溶液 3 mL 溶剂, 过滤上机。

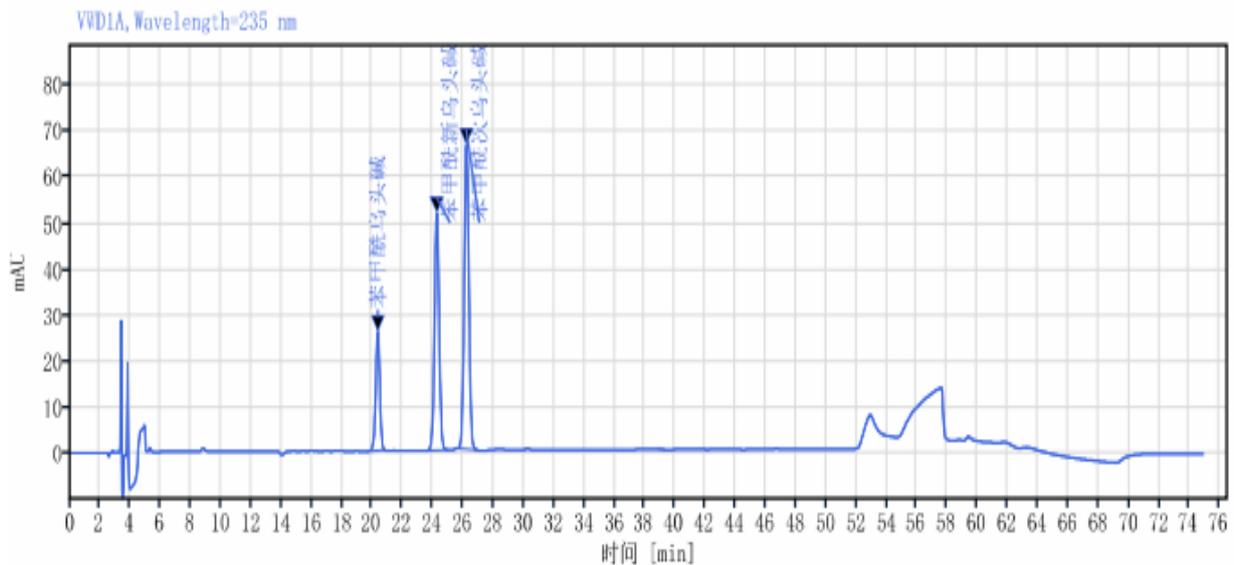


● 谱图和数据

(1) 空白



(2) Std-含量测定

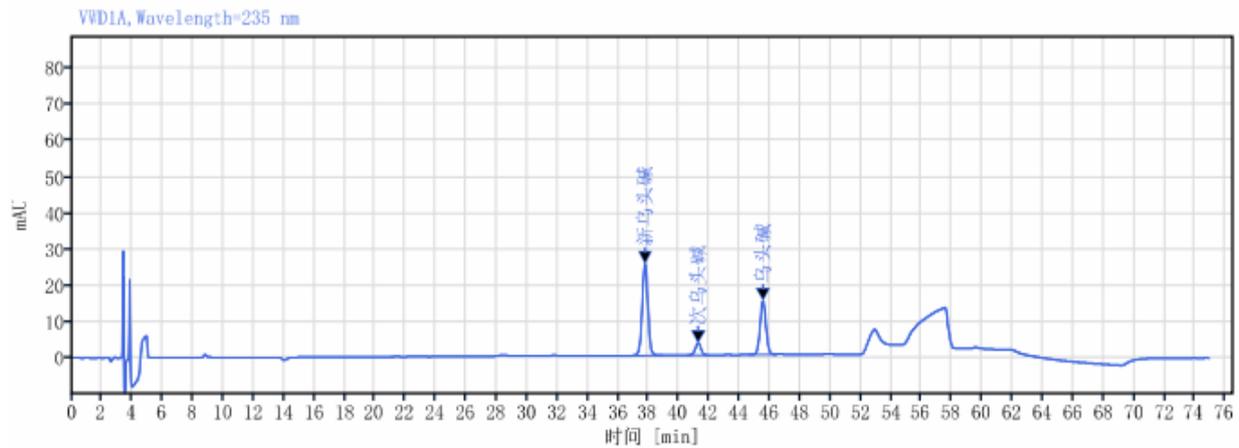


信号: VWD1A, Wavelength=235 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰 峰面积 %	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
苯甲酰乌头碱	20.378	490.03	16.26	0.96810		26858.12484
苯甲酰新乌头碱	24.275	1101.19	36.55	1.01689	7.36798	30017.03224
苯甲酰次乌头碱	26.235	1421.66	47.19	1.02746	3.47573	34167.02739
总和		3012.89				



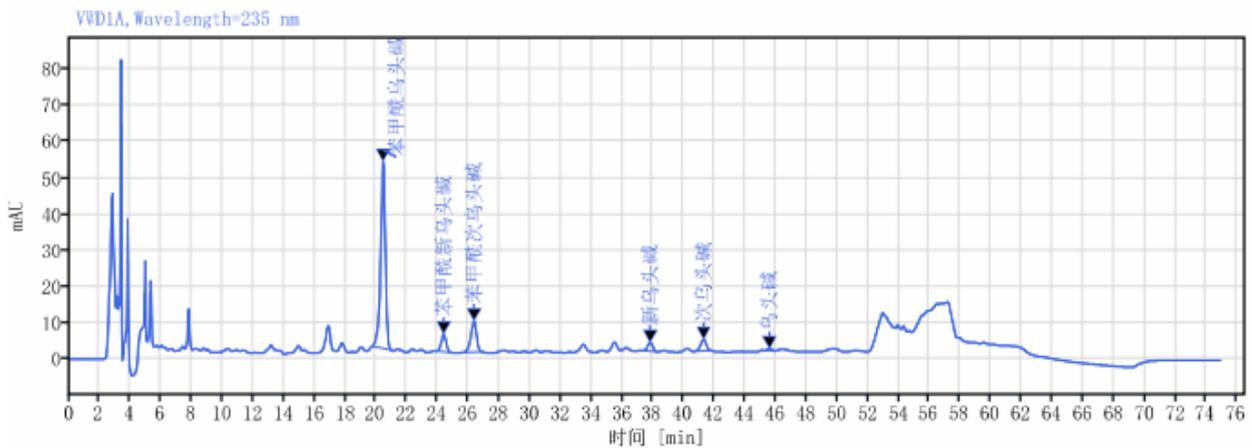
(3) Std-检查



信号: VWD1A, Wavelength=235 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰 峰面积 %	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
新乌头碱	37.788	660.60	57.55	1.02376		48257.52996
次乌头碱	41.289	86.10	7.50	0.98120	5.10296	58400.19476
乌头碱	45.559	401.21	34.95	1.04348	6.10589	64857.17466
总和		1147.90				

(4) 制草乌



信号: VWD1A, Wavelength=235 nm

名称	保留时间 [min]	峰面积	峰 峰面积 %	峰 拖尾因子	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP
苯甲酰乌头碱	20.469	1116.61	70.58	0.83738		22412.72501
苯甲酰新乌头碱	24.411	102.13	6.46	0.89245	7.03165	28946.85884
苯甲酰次乌头碱	26.383	215.60	13.63	0.88386	3.16552	24734.71360
新乌头碱	37.843	55.07	3.48	0.85352	17.60858	57637.20665
次乌头碱	41.317	82.68	5.23	1.04496	5.21028	55201.24943
乌头碱	45.594	9.93	0.63	0.96429	7.07881	130596.96856
总和		1582.02				



制草乌含量统计

类别	苯甲酰乌头碱、苯甲酰次乌头碱、苯甲酰新乌头碱(0.020%-0.070%)	乌头碱、次乌头碱、新乌头碱( $\leq 0.040\%$ )
含量	0.020%	0.004%

● 结论:

使用月旭 Ultimate XB-C18(4.6×250 mm,5 μm), 能够检测制草乌中含量测定, 目标峰与杂质分离, 符合要求。

日期: 2022/08/18

