

【三】含量测定

小檗碱

1、样品制备

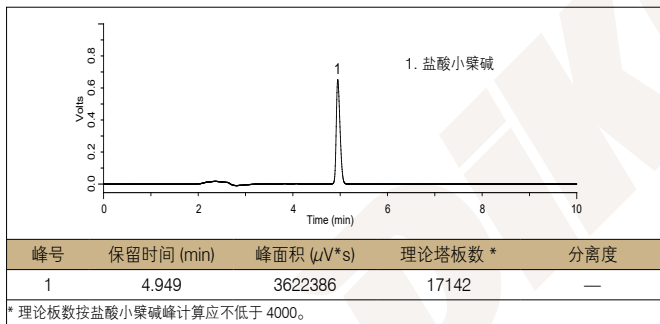
制备方法	对照品溶液 取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液，即得。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 100 mL，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，加 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

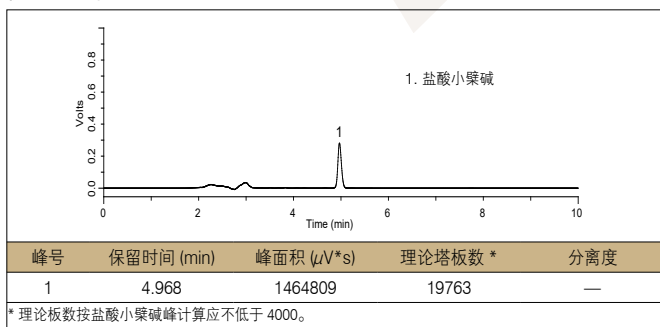
色谱柱	Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99503)
流动相	乙腈:0.1%磷酸溶液 = 50:50 (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.1 g)
流速	1.0 mL/min
进样量	5 μL
柱温	30 °C
检测波长	265 nm
仪器	岛津 LC-2040C

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每 1 g 含小檗碱以盐酸小檗碱 (C₂₀H₁₇NO₄ · HCl) 计，为 80.9 mg，在方法规定的范围内 (70.0 mg~130.0 mg)。

黄柏碱

1、样品制备

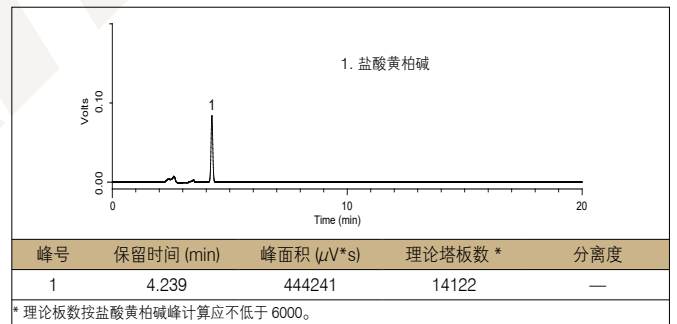
制备方法	对照品溶液 取盐酸黄柏碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液，即得。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 50% 甲醇 25 mL，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，加 50% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

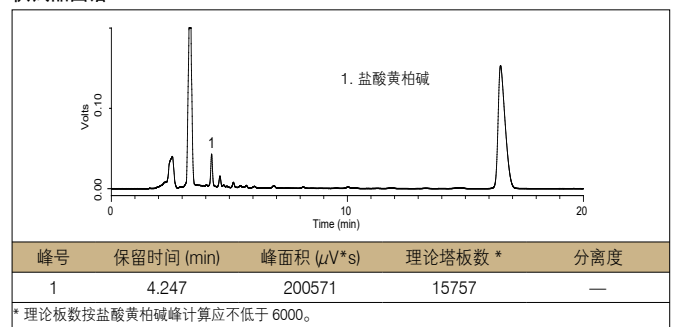
色谱柱	Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μm (Cat# 99503)
流动相	乙腈:0.1%磷酸溶液 (每 100 mL 加十二烷基磺酸钠 0.2 g) = 36:64
流速	1.0 mL/min
进样量	5 μL
柱温	30 °C
检测波长	284 nm
仪器	岛津 LC-2040C

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每 1 g 含黄柏碱以盐酸黄柏碱 (C₂₀H₂₃NO₄ · HCl) 计，为 11.3 mg，在方法规定的范围内 (8.0 mg~17.0 mg)。

【一】品种说明

【来源】本品为百合科植物知母 *Anemarrhena asphodeloides* Bge. 的干燥根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取盐知母饮片 1700 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成膏膏（干浸膏出膏率为 30%~42%），加辅料适量，干燥（或干燥、粉碎），加辅料适量，混匀，制粒，制成 1000 g，即得。

【性状】本品为黄色至棕黄色的颗粒；气微，味微苦、微咸。

【二】特征图谱

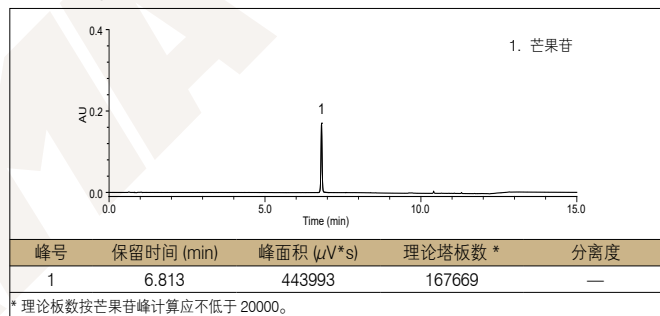
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取知母对照药材 2 g，加水 30 mL，加热煮沸 30 分钟，滤过，滤液减压蒸干，残渣加 30% 甲醇 100 mL，超声处理 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取芒果苷对照品适量，精密称定，加 30% 甲醇制成每 1 mL 含 50 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 30% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续液，即得。

2、分析条件

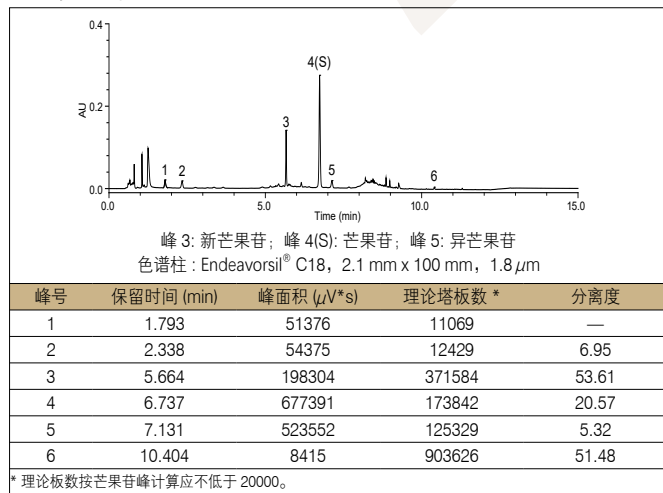
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 0.1% 甲酸乙腈	B: 0.1% 甲酸溶液	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	5	95
	2~4	5 → 15	95 → 85
	4~6	15	85
	6~9	15 → 80	85 → 20
	9.9.1	80 → 100	20 → 0
	9.1~10.6	100	0
	10.6~10.7	100 → 5	0 → 95
	10.7~20	5	95
流速	0.3 mL/min		
进样量	2 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	275 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

对照品图谱

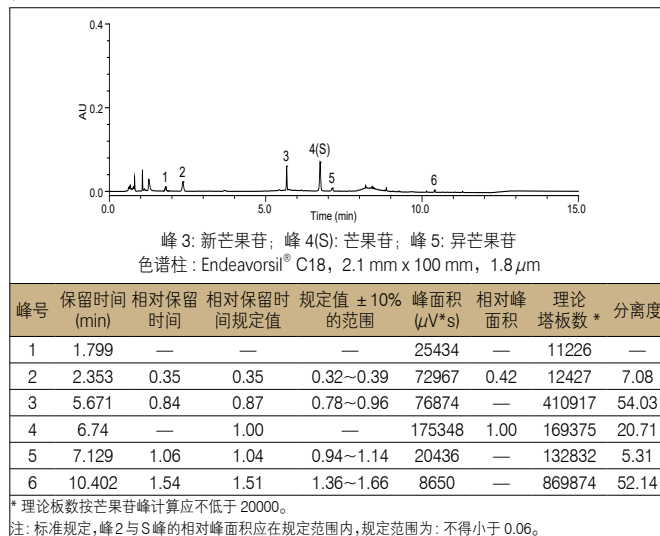


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测盐知母配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 6 个特征峰, 并与对照药材参照物色谱中的 6 个特征峰保留时间相对应; 计算各特征峰与 S 峰 (芒果苷峰) 的相对保留时间, 规定值分别为 0.35 (峰 2)、0.84 (峰 3)、1.06 (峰 5)、1.54 (峰 6), 在规定值的 \pm 10% 范围之内, 符合方法要求。