

黄连中盐酸小檗碱的固相萃取方法 (Copure® HLB)

本方法适用于黄连中盐酸小檗碱的检测

一、样品提取

准确称取黄连 0.5 g，加入 25 mL 水，加热煮沸 10 min（防止烧干），冷却至室温过滤；再 25 mL 水淋洗提取物，最后定容至 50 mL；取 5 mL 用水稀释至 50 mL，取 5 mL 备用。

二、SPE 柱净化 (Copure® HLB, 60 mg/3 mL)

活化：HLB 固相萃取柱使用前依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。

上样和洗脱：往固相萃取柱中加入备用提取液，弃去流出液；加入 3 mL 15% 甲醇水溶液淋洗，弃去淋洗液，抽干小柱；再用 3 mL 甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程流速控制在 1 mL/min 内）。

重新溶解：洗脱液于 50°C 下氮吹至近干，用甲醇定容至 1 mL，涡旋 1 min，过滤供 HPLC 测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器

检测波长：298 nm

梯度洗脱：A：甲醇

B：0.1% 甲酸水

表 1 梯度洗脱条件

时间 /min	A(%)	B(%)
--	15.0	85.0
3.0	15.0	85.0
8.0	50.0	50.0
12.0	50.0	50.0
16.0	15.0	85.0
20.0	15.0	85.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μL

四、实验结果

表 2 20.0 mg/kg 黄连中盐酸小檗碱的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD(%)
	1	2	3		
盐酸小檗碱	100.8	101.7	102.6	101.7	0.9

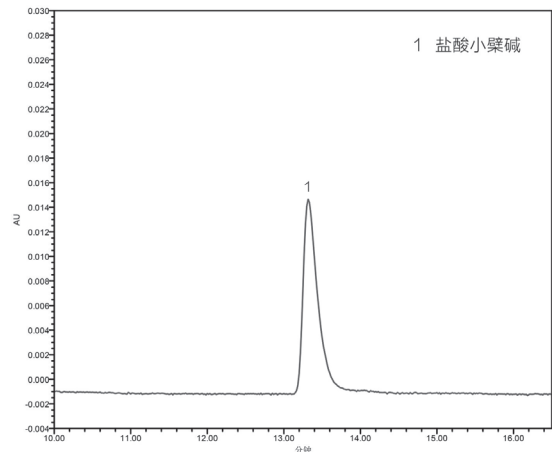


图 1 添加水平为 20.0 mg/kg 黄连中盐酸小檗碱检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COHLB360	Copure® HLB 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒