

有关色谱法的计算

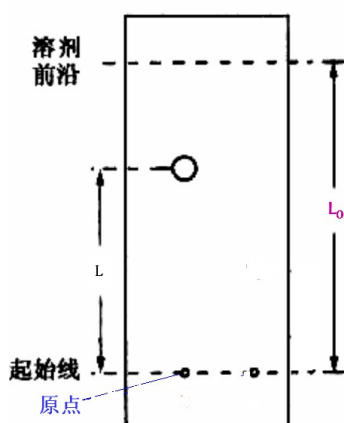
一、薄层色谱法的 Rf 值计算

化合物A在薄层板上从原点迁移7.6cm,溶剂前沿距原点16.2cm。

①计算化合物A的Rf?

②在相同的薄层系统,溶剂前沿距原点14.3cm,化合物A的斑点应在此薄层板上何处?

解: 0.47, 6.72cm



解: (1) $L_0=16.2\text{cm}$
 $L=7.6\text{cm}$
 $R_f=L/L_0=7.6/16.2=0.47$

(2) $L_0=14.3\text{cm}$
 $R_f=0.47$
 $L=L_0 \times R_f=14.3 \times 0.47=6.72\text{cm}$

二、色谱外标法计算题

1 氢化可的松的含量测定

精密称取样品 49.37mg, 加甲醇溶解并定量稀释成 100ml 溶液; 另取氢化可的松对照品 50.96mg, 加甲醇溶解并定量稀释成 100ml 溶液; 各取 10ul 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 峰面积分别为 84.96 和 86.37, 计算氢化可的松的含量。

$$\begin{aligned} \text{氢化可的松的含量 (\%)} &= \frac{C_R \times \frac{A_x}{A_R}}{C_x} \times 100\% \\ &= \frac{50.96\text{mg} \times \frac{84.96}{86.37}}{49.37\text{mg}} \times 100\% \\ &= 101.54\% \end{aligned}$$

2. 三唑仑片的含量测定

取本品（规格为0.25mg）50片，精密称定，研细，精密称取适量（约相当于三唑仑12mg），置100ml量瓶中，精密加50%甲醇溶液50ml，微温，振摇使三唑仑溶解，放冷，加50%甲醇溶液稀释至刻度，滤过，精密量取续滤液20ul注入液相色谱仪，记录色谱图，另取三唑仑对照品适量，精密称定，加50%甲醇溶液使溶解（必要时超声处理），并稀释制成每1ml中约含0.12mg的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算，即得。

具体数据：50片总重量为1.0956g；对照品溶液浓度为0.1191mg/ml；对照品峰面积为67.34；供试品细粉取样量为1.0034g。供试品峰面积为64.21。

计算三唑仑片的标示百分含量。

$$\begin{aligned}\text{三唑仑片的含量 (\%)} &= \frac{C_R \times \frac{A_x}{A_R} \times \text{平均片重}}{C_x \times \text{标示量}} \times 100\% \\ &= \frac{0.1191 \times 10^{-3} \times \frac{64.21}{67.34} \times \frac{1.0956}{50}}{\frac{1.0034}{100} \times 0.25 \times 10^{-3}} \times 100\% \\ &= 99.20\%\end{aligned}$$

3. 黄芩颗粒中的黄芩素的含量测定，

称取黄芩颗粒0.1255g，置50ml容量瓶中，用90%甲醇溶解并定容。精密量取1ml于10ml容量瓶中，定容至刻度作为供试品溶液。测得对照品溶液（5.98μg/ml）和供试品的峰面积分别为706436和458932，求黄芩颗粒中黄芩素的含量

$$\begin{aligned}\text{黄芩素的含量 (\%)} &= \frac{C_R \times \frac{A_x}{A_R} \times V}{W_{\text{取}}} \times 100\% \\ &= \frac{458932}{706436} \times 5.98 \times 10^{-6} \text{ g} \times 500 \text{ ml} \\ &= 1.55\%\end{aligned}$$

三、色谱内标法计算

维生素 E 的含量测定（内标法）

系统适用性试验：取正三十二烷适量，加正己烷溶解并稀释成每 1ml 中含有 1.008mg 的溶液，摇匀，作为内标溶液。另取维生素 E 对照品 20.52mg，精密称定，置棕色具塞锥形瓶中，精密加入内标溶液 10ml，密塞，振摇使溶解；取 1 μ l 注入气相色谱仪，测得对照品的峰面积为 49.51，内标峰面积为 24.18

测定法：取本品约 22.95mg，精密称定，置棕色瓶具塞锥形瓶中，精密加入内标溶液 10ml，密塞，振摇使溶解；取 1 μ l 注入气相色谱仪，测得供试品峰面积为 52.75，内标物质的峰面积为 23.14。计算校正因子 $f_{R/S}$ 及供试品中维生素 E 的含量。

$$\begin{aligned} \text{解：} \quad \text{校正因子 } f_{R/S} &= \frac{A_S / C_S}{A_R / C_R} = \frac{24.18 / 1.008 \text{ mg/ml}}{49.51 / 20.52 \text{ mg} \div 10 \text{ ml}} = 0.9942 \\ \text{维生素 E 的含量 (\%)} &= \frac{f_{R/S} \times A_x / A_s' \times C_s'}{C_x} \times 100\% \\ &= \frac{0.9942 \times 52.75 / 23.14 \times 1.008 \text{ mg/ml}}{22.95 \text{ mg} / 10 \text{ ml}} \times 100\% \\ &= 99.54\% \end{aligned}$$