川芎配方颗粒

GLS-LC-0049

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：Inertsil ODS-3 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-01732)
- GL Filter针式过滤器(GLS0604 13mm×0.22μm Nylon)
- GL Vial样品瓶(GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

2. 检测项目：特征谱图

2.1 标准内容：

色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为250mm，内径为4.6mm，粒径5μm）； 以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸水溶液流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为30°C，检测波长为300nm。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~5	8	92
5~25	8→20	92→80
25~45	20→40	80→60
45~50	40→80	60→20
50~65	80	20

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取阿魏酸对照品适量，称定，加70%甲醇制成每1mL含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.5g，称定，置具塞锥形瓶中，加入70%甲醇50mL，密塞，称定重量，超声处理（功率600W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.3 系统适用性要求:

供试品色谱中应呈现10个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，与阿魏酸参照物峰相对应的峰为S峰，计算各特征峰与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内。规定值为：0.576（峰1）、0.626（峰2）、0.678 （峰3）、0.731 （峰4）、1.134 （峰6）、1.256 （峰7）、1.306 （峰8）、

1.528 （峰9）、1.776 （峰10）。

2.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-3 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-01732)

流动相A：乙腈

流动相B：0.4%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~5	8	92
5~25	8→20	92→80
25~45	20→40	80→60
45~50	40→80	60→20
50~65	80	20

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：300nm

进样量：10μL

柱压：7.9MPa

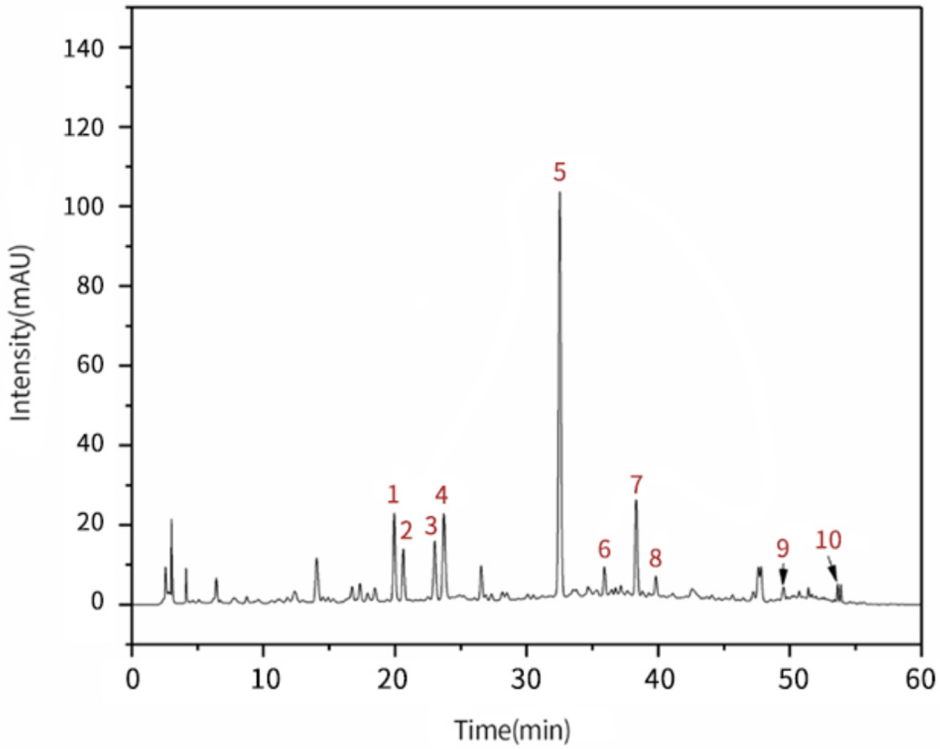
仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

GL Sciences

2.5 实验图谱

【分析结果】供试品谱图：



No.	Name	RT/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	绿原酸	19.90	0.61	270.61	22.11	61860	1.07
2	隐绿原酸	20.60	0.63	152.22	13.05	70354	1.07
3	咖啡酸	23.00	0.71	203.31	14.89	65556	0.99
4	特征峰4	23.70	0.73	311.23	21.51	62671	1.10
5	阿魏酸(S)	32.50	1.00	1333.76	101.7	141917	1.04
6	特征峰6	35.90	1.10	90.46	7.56	231109	1.08
7	洋川芎内酯 I	38.30	1.18	317.52	25.74	237599	1.02
8	特征峰8	39.80	1.22	55.64	4.88	282285	0.97
9	特征峰9	49.50	1.52	41.2	3.29	352306	1.03
10	洋川芎内酯A	53.60	1.65	30.11	4.62	1586056	1.08

3. 检测项目：含量测定

3.1 标准内容：

色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为250mm，内径为4.6mm，粒径5μm）；以乙腈-0.1%磷酸水溶液（15:85）为流动相，检测波长为321nm。

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取阿魏酸对照品适量，称定，加70%甲醇制成每1mL含50μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.5g，称定，置具塞锥形瓶中，加入70%甲醇50mL，密塞，称定重量，超声处理（功率600W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求：理论板数按阿魏酸峰计算应不低于5000。

3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-3 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-01732)

流动相：乙腈：0.1%磷酸水溶液=15:85

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：321nm

进样量：10μL

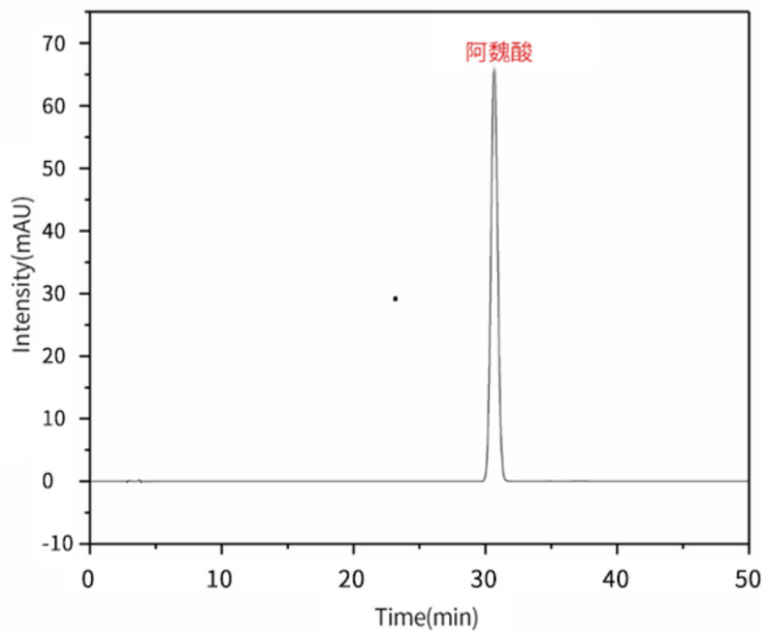
柱压：8.1 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

3.5 实验谱图

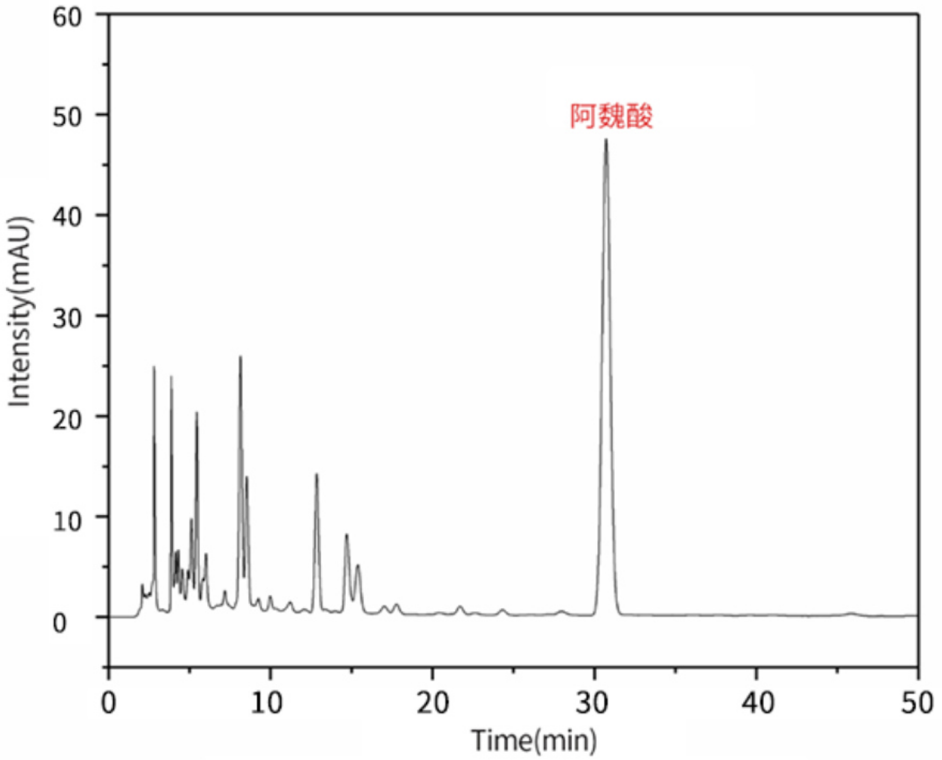
【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	阿魏酸	30.70	2388.10	67.01	16657	1.03

GL Sciences

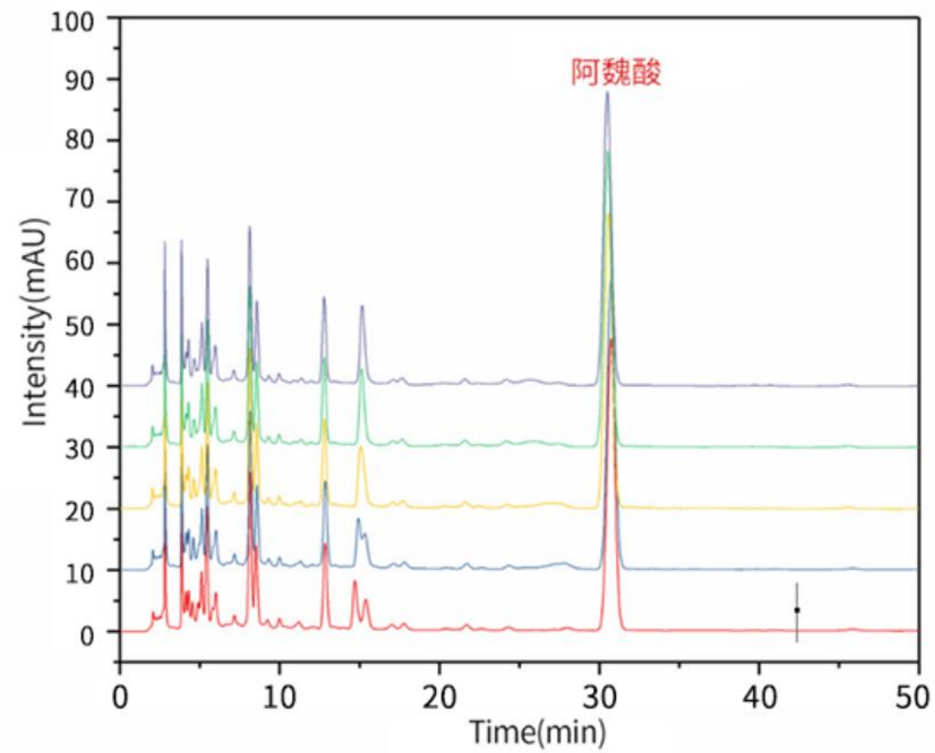
【分析结果】供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	阿魏酸	30.72	1685.15	47.36	16759	1.02

GL Sciences

【分析结果】重现性：



以阿魏酸计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	30.72	1685.15	47.36	16759	1.02
2	30.73	1675.94	47.24	16877	1.02
3	30.56	1696.10	47.92	16850	1.03
4	30.51	1704.89	48.07	16775	1.02
5	30.50	1696.00	47.78	16705	1.03

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

川芎配方颗粒按照国家药品标准规定检测方法检测。特征图谱中各特征峰的相对保留时间在规定值的±10%之内。含量测定项目中，阿魏酸理论塔板数皆大于 16000，且 5 次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-3 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-01732)可以满足川芎配方颗粒的检测需求。