炙淫羊藿配方颗粒

GLS-LC-0055

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-87132)

GL Filter针式过滤器(GLS0604 25mm×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%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定梯度进行洗脱；检测波长为270nm；柱温30°C；流速每分钟1.0mL。理论板数按淫羊藿苷峰计算应不低于1500。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	15→25	85→75
25~38	25	75
38~50	25→40	75→60
50~55	40	60
55~65	40→65	60→35
65~66	65→15	35→85
66~70	15	85

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取朝藿定C对照品、淫羊藿苷对照品、宝藿苷Ⅰ对照品，加25%乙醇制成每1mL各含朝藿定C 0.2mg、淫羊藿苷0.6mg、宝藿苷Ⅰ0.05mg的混合溶液。作为参照物溶液。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.2g，置具塞锥形瓶中，加入25%乙醇25mL，超声处理（功率200W，频率53kHz）30分钟，放冷，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8个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的8个特征峰保留时间相对应，其中峰3、峰5和峰8分别与相应对照品参照物峰的保留时间对应。按中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算，供试品特征图谱与对照图谱经Mark峰相似度计算，相似度不得低于0.90。

2.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-87132)

流动相A：乙腈

流动相B：0.1%甲酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	15→25	85→75
25~38	25	75
38~50	25→40	75→60
50~55	40	60
55~65	40→65	60→35
65~66	65→15	35→85
66~70	15	85

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：270nm

进样量：10μL

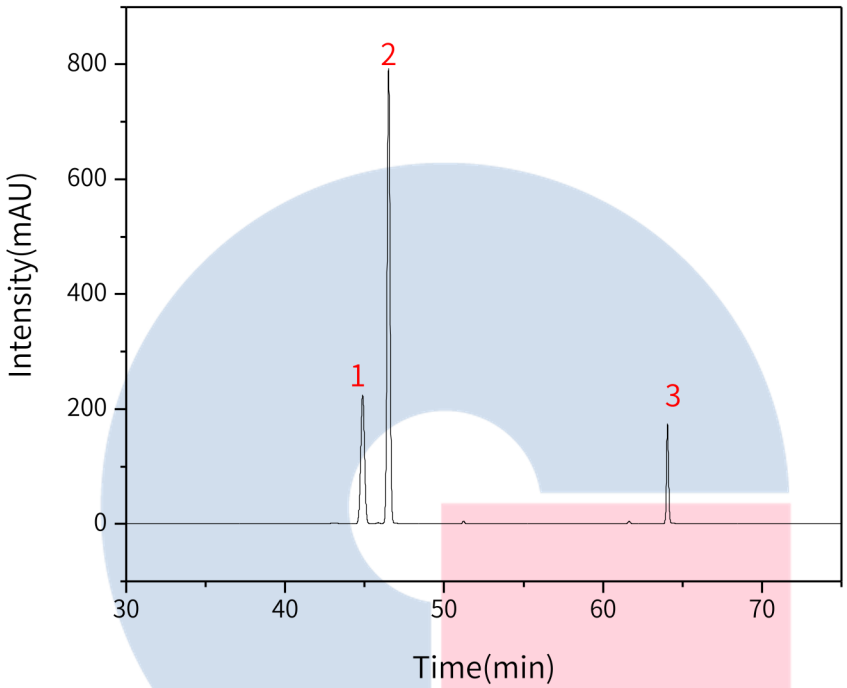
柱压：9.2MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

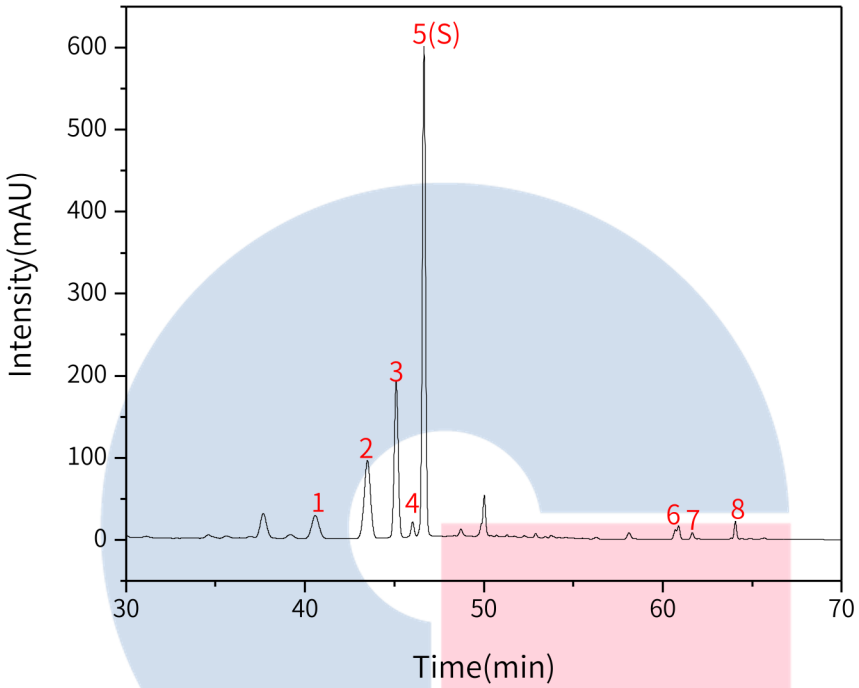
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	朝藿定C	44.88	3681.37	224.18	170310	1.00
2	淫羊藿苷	46.51	9782.60	791.96	326219	1.00
3	宝藿苷 I	64.05	1551.98	173.50	1218296	1.09

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	RT/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	朝藿定A	40.58	0.87	756.62	27.55	46930	1.02
2	朝藿定B	43.49	0.93	2334.98	95.06	70203	0.96
3	朝藿定C	45.10	0.97	2912.06	189.83	196450	1.01
4	特征峰4	46.02	0.99	209.41	17.98	340357	1.01
5	淫羊藿苷(S)	46.65	1.00	7168.23	595.59	348238	1.01
6	特征峰6	60.89	1.31	85.55	10.10	1103350	/
7	特征峰7	61.65	1.32	80.17	7.75	777097	1.13
8	宝藿苷Ⅰ	64.06	1.37	192.18	21.71	1241727	1.04

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）；以乙腈为流动相A，水为流动相B，按下表中的规定梯度进行洗脱；检测波长为270nm；柱温30°C。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~30	24→26	76→74
30~31	26→45	74→55
31~45	45→47	55→53

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取淫羊藿苷和宝藿苷Ⅰ对照品适量，称定，加甲醇分别制成每1mL含淫羊藿苷40μg、宝藿苷Ⅰ10μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.1g，称定，置具塞锥形瓶中，加入稀乙醇50mL，称定重量，超声处理（功率400W，频率50kHz）1小时，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求:理论塔板数按淫羊藿苷峰不低于8000。

3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-87132)

流动相A：乙腈

流动相B：水

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~30	24→26	76→74
30~31	26→45	74→55
31~45	45→47	55→53

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：270nm

进样量：10μL

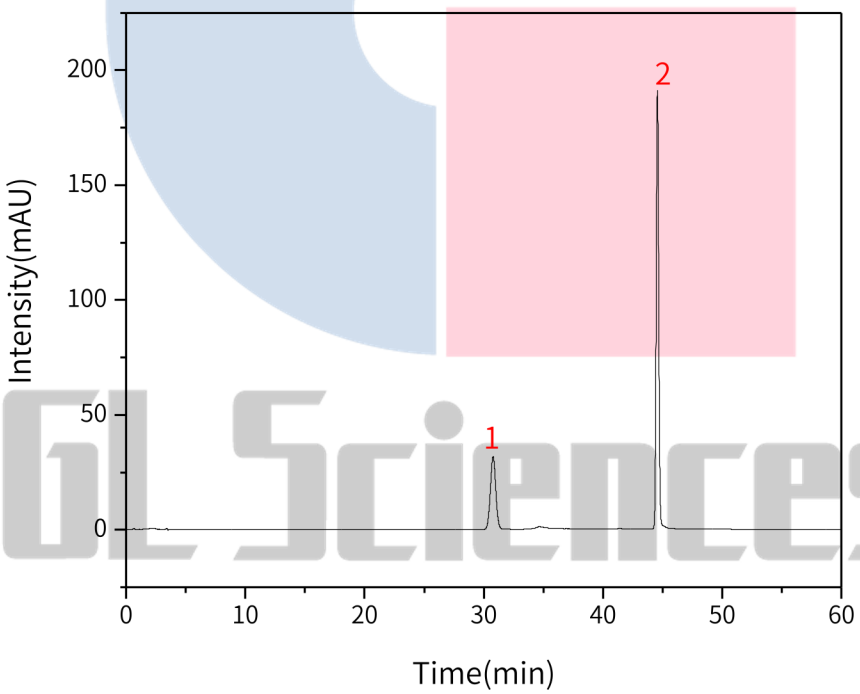
柱压：9.3MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

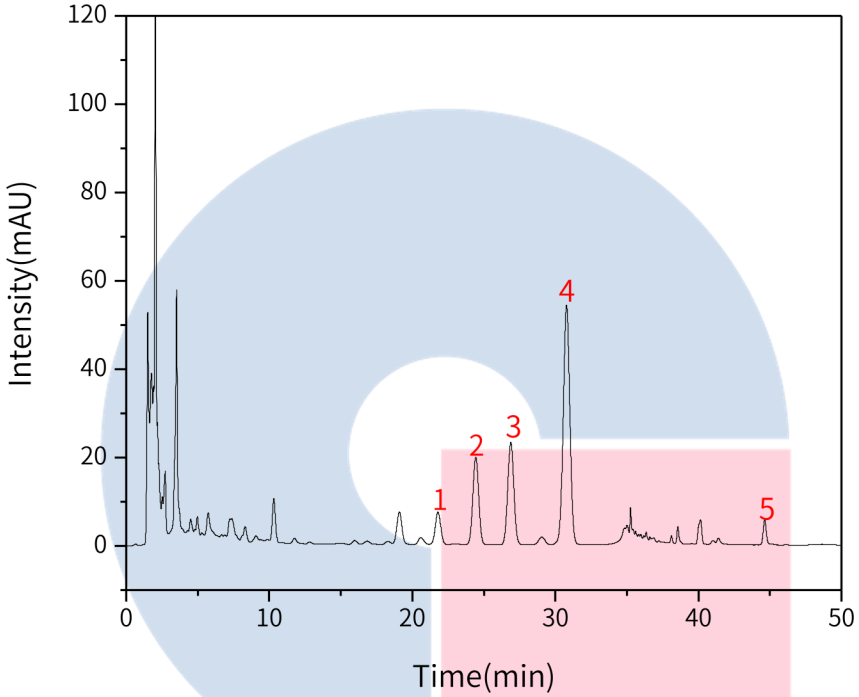
3.5 实验谱图

【分析结果】对照品谱图：



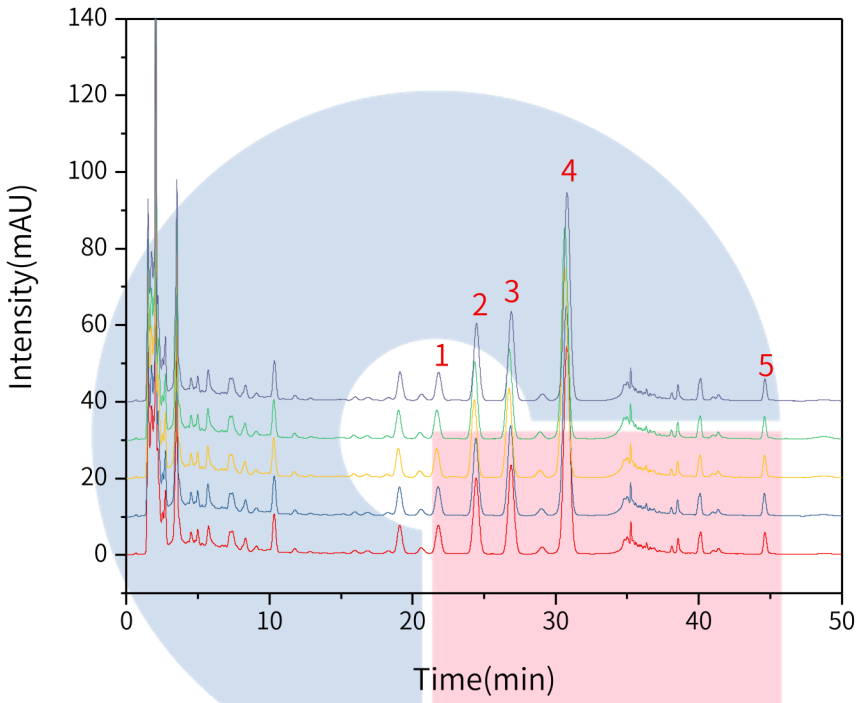
No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	淫羊藿苷	30.78	1004.91	31.71	21445	1.03
2	宝藿苷 I	44.56	2852.85	190.67	207433	1.08

【分析结果】供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	朝藿定A	21.80	194.67	7.37	15376	1.01
2	朝藿定B	24.48	557.68	19.72	16741	1.01
3	朝藿定C	26.88	691.32	23.22	18415	1.02
4	淫羊藿苷(S)	30.78	1732.20	54.17	21261	1.00
5	宝藿苷 I	44.63	83.16	5.61	208024	1.10

【分析结果】重现性：



以淫羊藿苷酸计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	30.78	1732.20	54.17	21261	1.00
2	30.79	1736.40	54.20	21218	1.00
3	30.74	1729.33	54.60	21535	1.00
4	30.62	1736.24	54.71	21327	1.00
5	30.64	1733.99	55.12	21753	1.00

以宝藿苷 I 计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	44.63	83.16	5.61	208024	1.10
2	44.63	91.75	5.77	202794	1.14
3	44.59	84.52	5.73	209618	1.11
4	44.60	84.05	5.71	21327	1.11
5	44.60	92.17	5.85	204827	1.07

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

炙淫羊藿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符合要求。含量测定项目中，淫羊藿苷峰理论塔板数皆大于20000，且5次实验重复性良好。故Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-87132)可以满足炙淫羊藿配方颗粒的分析要求。