莱菔子配方颗粒

GLS-LC-0090

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)

GL Filter针式过滤器(GLS0602 13mm×0.22μm Nylon)

GL Vial样品瓶(GLS0008 1.5mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

2. 检测项目：特征图谱

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，粒径为5μm）；以乙腈为流动相A，以0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为225nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于5000。

2.2 溶液配制：

对照品溶液的制备：取芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6’-二芥子酰基蔗糖对照品适量，加甲醇制成每1mL各含40mg的混合溶液，作为对照品溶液。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.2g，称定，置具塞锥形瓶中，加入50%甲醇50mL，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，置棕色瓶中，即得。

2.3 系统适应性要求：

供试品色谱中应呈现6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，其中峰4、峰6应分别与芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6’-二芥子酰基蔗糖对照品参照物峰保留时间相对应。以3,6’-二芥子酰基蔗糖参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰5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：0.89（峰5）。

2.4 实验条件

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)

流动相A：乙腈

流动相B：0.1%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0～10	2→3	98→97
10～17	3→10	97→90
17～20	10→12	90→88
20～45	12→15	88→85
45～70	15→30	85→70
70～75	30→55	70→45
75～77	55→2	45→98

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：225nm

进样量：5μL

柱压：8.0MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司
地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

●技尔应用技术中心
地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

●技尔成都分公司
地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦2602室
电话:028-85596177

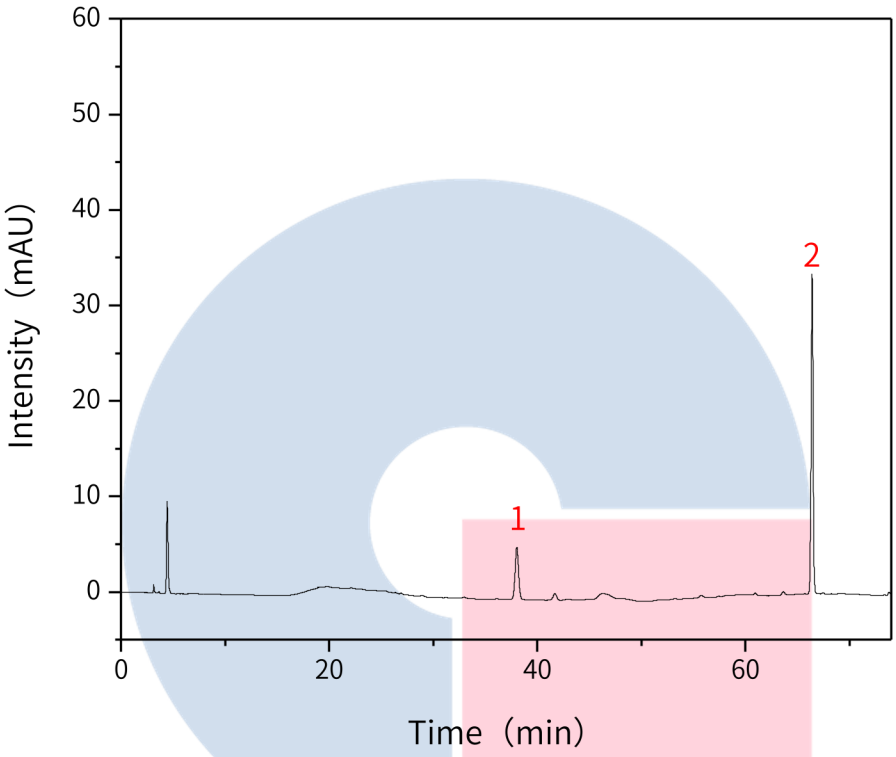
●技尔广州办事处
地址:广州市天河区天河北路233号
中信广场办公楼3217单元
电话:400-089-1889

官网:www.glsciences.cn 服务热线:400-089-1889 邮箱:contact@glsciences.com.cn

技尔官网
技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号

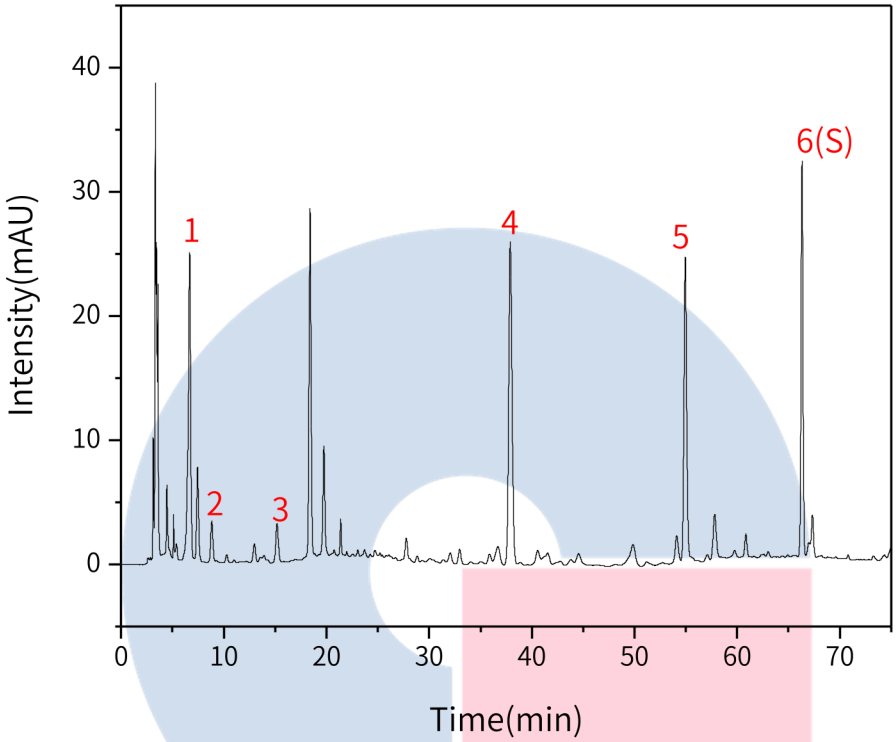
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芥子碱硫氰酸盐	38.02	120.87	5.42	66604	1.03
2	3，6’-二芥子酰基蔗糖	66.40	443.55	334.4	591716	0.98

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	6.67	0.10	410.58	24.57	4889	0.79
2	特征峰2	8.83	0.13	47.79	3.24	7898	1.02
3	特征峰3	15.18	0.23	53.62	3.10	17819	1.05
4	芥子碱硫氰酸盐	37.90	0.57	589.06	26.00	65297	1.11
5	特征峰5	54.94	0.83	435.20	24.33	222085	1.10
6	3，6’-二芥子酰基蔗糖	66.32	1.00	416.56	31.80	31804	0.99

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，粒径为5μm）；以乙腈为流动相A，0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为326nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0～28	11	89
28～30	11→45	89→55
30～35	45	55
35～37	45→11	55→89

3.2 溶液配置

对照品溶液的制备：取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1mL含40μg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.2g，称定，置具塞锥形瓶中，加入50%甲醇50mL，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，置棕色瓶中，即得。

GL Sciences

3.3 实验条件

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)

流动相A：乙腈

流动相B：0.1%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0～28	11	89
28～30	11→45	89→55
30～35	45	55
35～37	45→11	55→89

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：326nm

进样量：5μL

柱压：8.5MPa

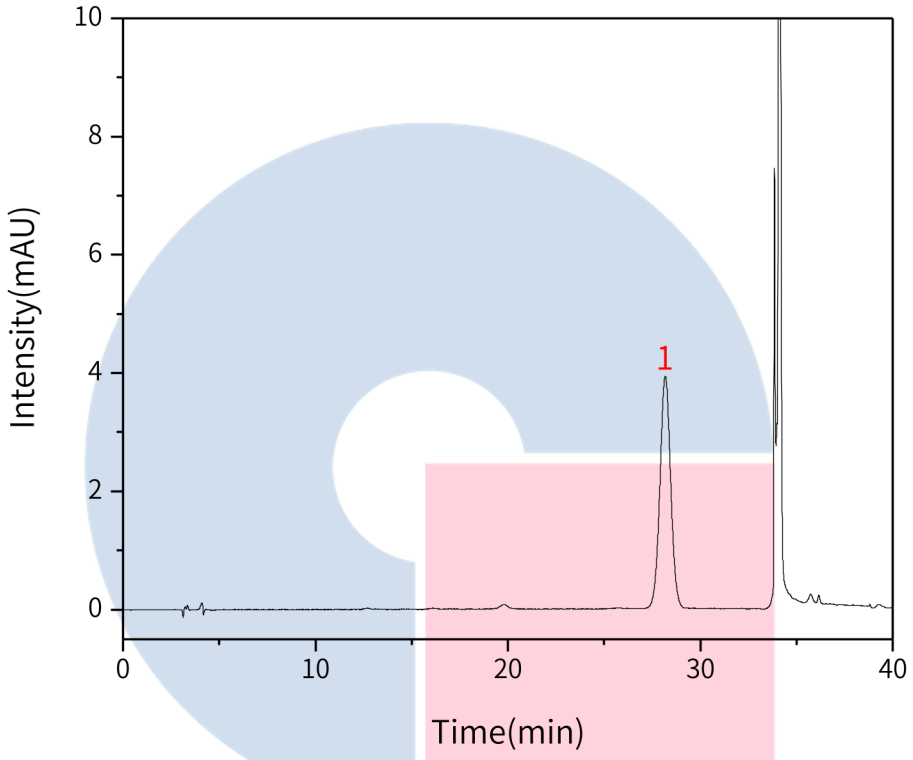
仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

GL Sciences

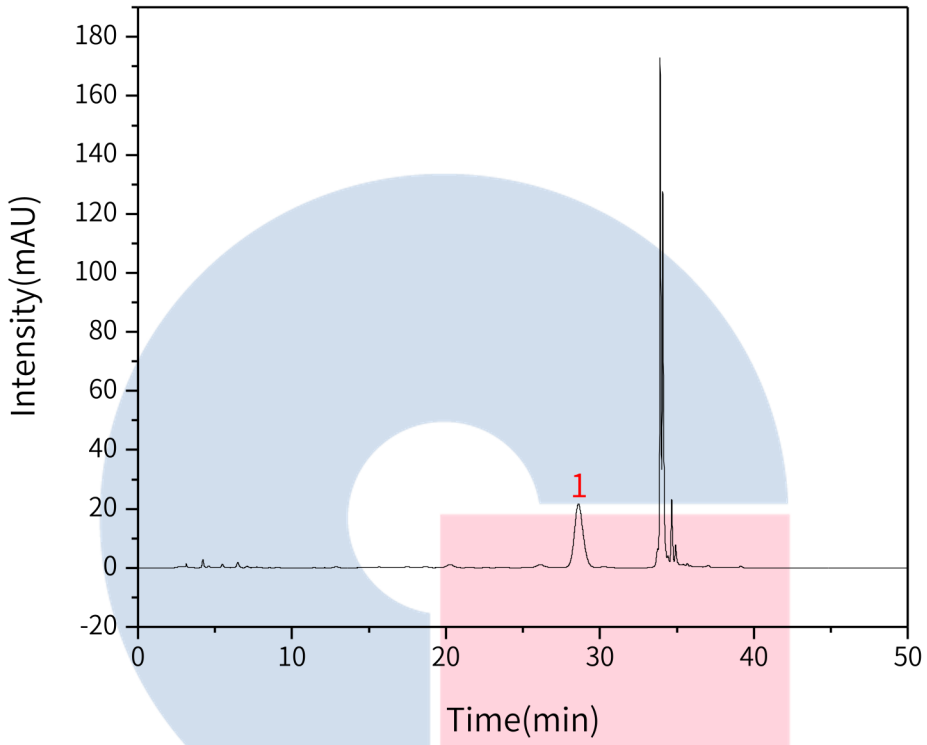
3.4 实验图谱

【分析结果】对照品图谱：



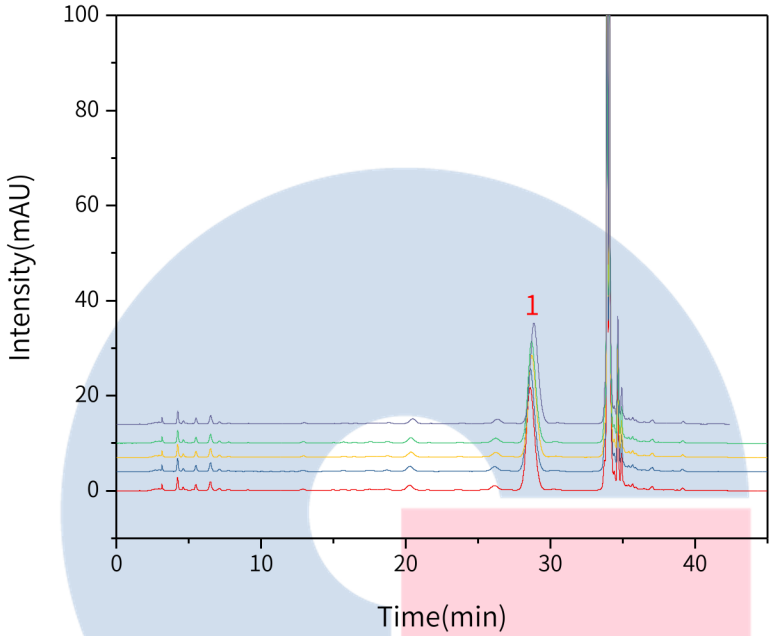
No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芥子碱硫氰酸盐	28.17	143.25	3.84	12789	1.02

【分析结果】供试品图谱：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芥子碱硫氰酸盐	28.60	852.80	21.59	12284	1.11

【分析结果】重现性：



以芥子碱硫氰酸盐峰计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	28.60	852.80	21.59	12284	1.11
2	28.61	840.40	21.39	12315	1.12
3	28.72	846.28	21.36	12254	1.11
4	28.70	838.69	21.24	12259	1.12
5	28.79	842.56	21.10	12193	1.11

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

莱菔子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，芥子碱硫氰酸盐理论塔板数大于65000。含量测定项目中，芥子碱硫氰酸盐理论塔板数皆大于12000，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)可以满足莱菔子配方颗粒的

检测需求。

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences(Shanghai)Ltd.

●上海总公司
地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

●技尔应用技术中心
地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

●技尔成都分公司
地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦2602室
电话:028-85596177

●技尔广州办事处
地址:广州市天河区天河北路233号
中信广场办公楼3217单元
电话:400-089-1889

技尔官网
技尔(上海)官方网站
技尔(上海)官方微信公众号

官网:www.glsciences.cn 服务热线:400-089-1889 邮箱:contact@glsciences.com.cn