炒白芍配方颗粒

GLS-LC-0062

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)

色谱柱：Inertsil ODS-P 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-02002)

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，0.1%磷酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟1.0mL；柱温为30°C；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0～25	5→15	95→85
25～37	15	85
37～38	15→20	85→80
38～58	20	80
58～70	20→50	80→50
70～71	50→5	50→95
71～85	5	95

2.2 溶液配制

对照品参照物溶液的制备：取没食子酸对照品、儿茶素对照品、芍药苷、1，2，3，4，6-五没食子酰葡萄糖对照品、苯甲酰芍药苷对照品适量，加甲醇制成每1mL含没食子酸50μg、儿茶素30μg、芍药苷160μg、1，2，3，4,6-五没食子酰葡萄糖30μg、苯甲酰芍药苷30μg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.1g，置具塞锥形瓶中，加甲醇50mL，超声处理（功率300W，

频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，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5个峰应分别与相应对照品峰的保留时间相对应。与芍药苷参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰3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：0.90（峰3）；计算峰2、峰6与S峰的相对峰面积，其相对峰面积应在规定范围内，规定范围为：不低于0.11（峰3）、不低于0.02（峰6）

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%
0～25	5→15	95→85
25～37	15	85
37～38	15→20	85→80
38～50	20	80
58～70	20→50	80→50
70～71	50→5	50→95
71～85	5	95

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：230nm

进样量：10μL

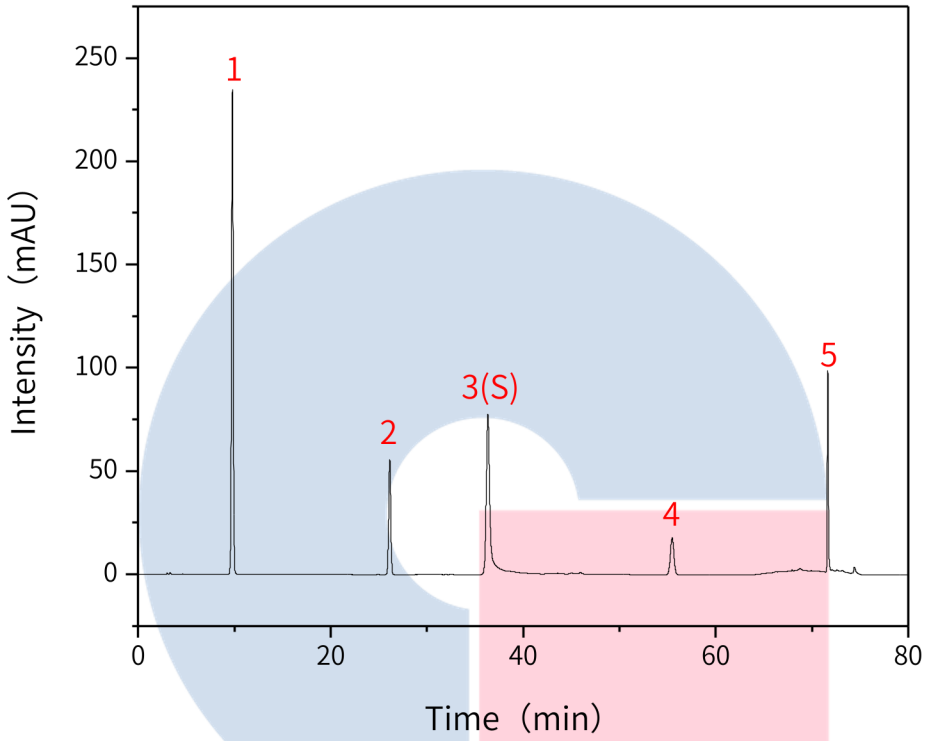
柱压：8.3MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

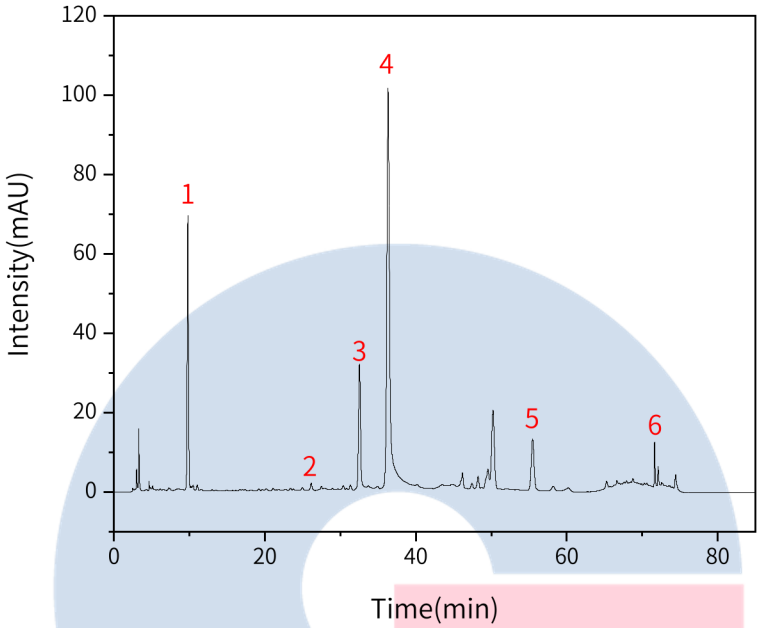
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	没食子酸	9.79	2896.33	234.64	14411	0.97
2	儿茶素	26.14	819.43	55.62	72462	0.99
3	芍药苷	36.34	1997.90	76.91	55681	1.56
4	1，2，3，4，6-五没食子酰葡萄糖	55.48	457.53	17.99	108454	1.00
5	苯甲酰芍药苷	71.65	723.22	97.06	2334184	1.26

【分析结果】供试品谱图：



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	RA	Height	N	Symmetry
1	没食子酸	9.80	0.27	818.08	/	68.90	15419	0.99
2	儿茶素	26.14	0.72	23.88	/	1.69	76564	1.08
3	芍药内酯苷	32.54	0.90	555.61	0.21	31.10	78116	1.05
4	芍药苷（S）	36.33	1.00	2653.81	1.0	100.23	55466	1.54
5	1，2，3，4，6-五没食子酰葡萄糖	55.48	1.53	328.96	/	12.83	107863	1.02
6	苯甲酰芍药苷	71.65	1.97	82.51	0.03	11.20	2363853	1.29

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；以乙腈-0.1%磷酸溶液(14:86)为流动相；检测波长为230nm。理论板数按芍药苷峰计算应不低于2000。

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取芍药苷对照品对照品适量，称定，加甲醇制成每1mL含120μg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50%甲醇50mL，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）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，即得。

3.3 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-P 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-02002)

流动相：乙腈:0.1%磷酸水溶液=14:86

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：230nm

进样量：10μL

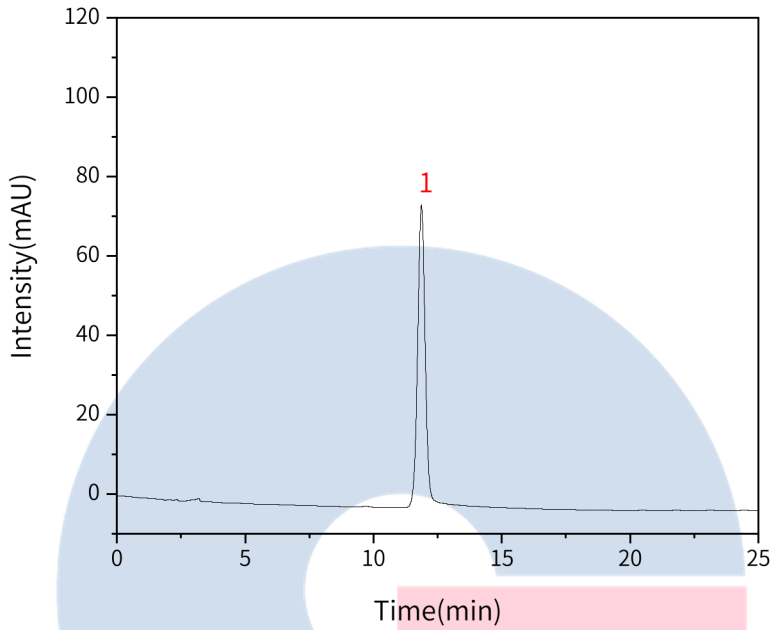
柱压：11.2MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

GL Sciences

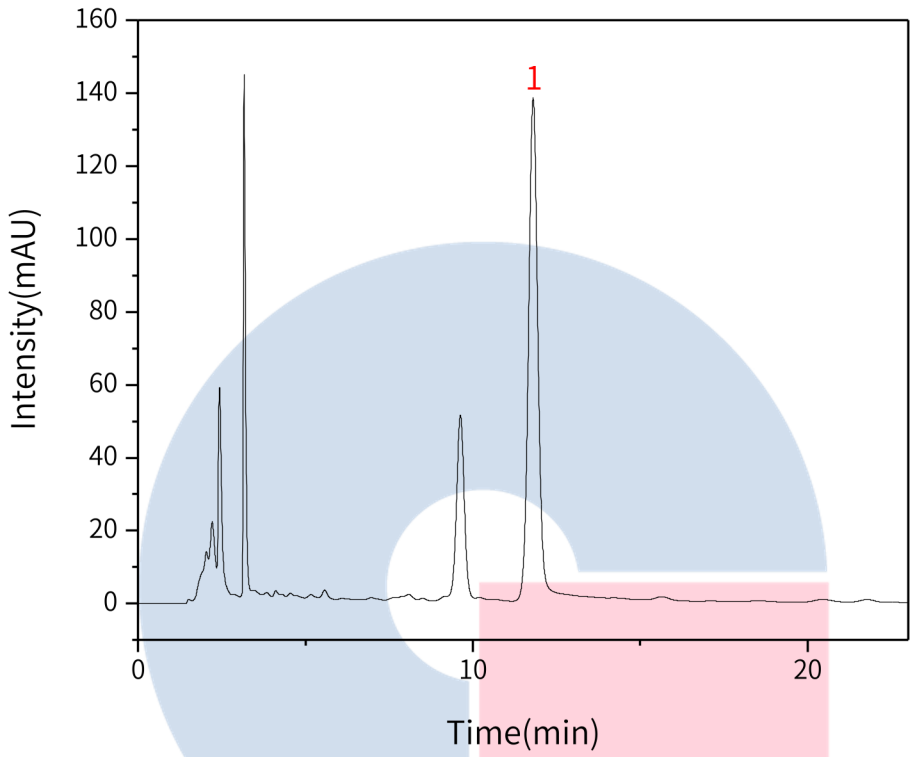
【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芍药苷	11.87	1532.01	75.70	8175	1.03

GL Sciences

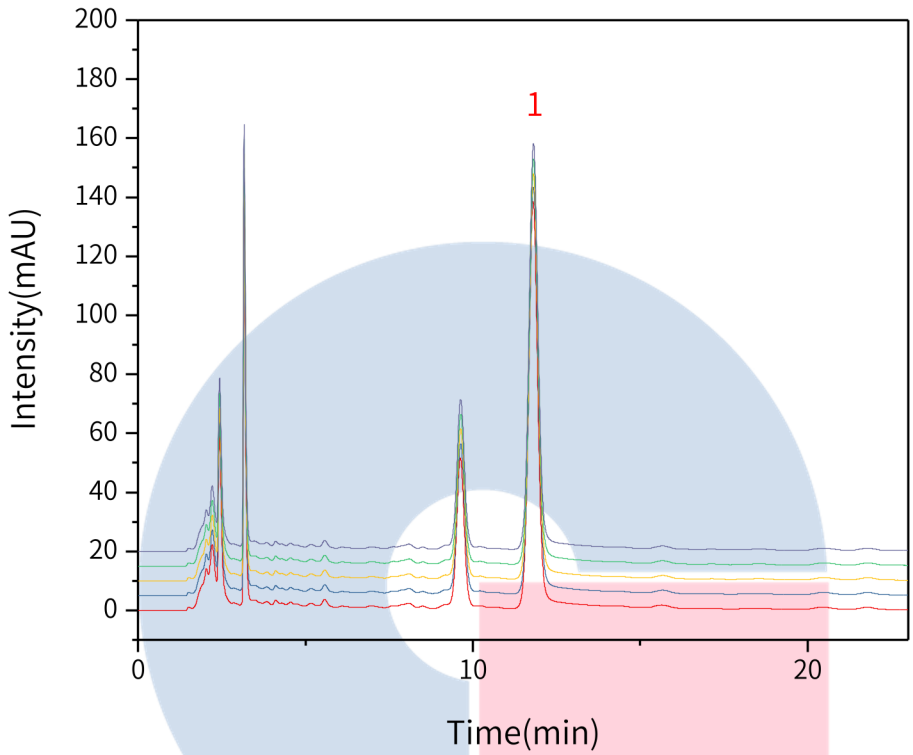
【分析结果】供试品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芍药苷	11.80	2642.48	137.24	8967	1.03

GL Sciences

【分析结果】重现性：



以芍药苷计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	11.80	2642.28	137.24	8967	1.06
2	11.81	2638.47	136.94	8972	1.06
3	11.81	2638.39	136.61	8947	1.06
4	11.81	2637.21	136.57	8945	1.06
5	11.81	2633.23	136.67	8962	1.06

※此实验符合国家药典标准

4. 结论

炒白芍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，且峰3和峰6的相对峰面积符合标准规定，且芍药苷峰理论塔板数大于50000。含量测定项目中，芍药苷峰理论塔板数皆大于8000，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-89731)可以满足炒白芍配方颗粒的特征谱图的检测需求，Inertsil ODS-P可以满足炒白芍配方颗粒的含量测定的检测需求。

GL Sciences