桑叶配方颗粒

GLS-LC-0066

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

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

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）；以甲醇为流动相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；柱温为30°C；流速为每分钟1.0mL；检测波长为358nm。理论板数按芦丁峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~5	15	85
5~20	15→30	85→70
20~40	30→60	70→40
40~42	60→15	40→85
42~47	15	85

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取芦丁对照品适量，称定，加50%甲醇溶液制成每1mL含芦丁50μg的溶液，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0.3g，置具塞锥形瓶中，加50%甲醇25mL，超声处理（功率200W，频率40kHz）30分钟，取出，放冷，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7个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的7个特征峰保留时间相对应，与芦丁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±5%范围之内。规定

值为：0.25（峰1）、0.45（峰2）、0.51（峰3）、0.54（峰4）、0.67（峰5）、1.11（峰6）。

2.4 实验条件

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

流动相A：甲醇

流动相B：0.1%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~5	15	85
5~20	15→30	85→70
20~40	30→60	70→40
40~42	60→15	40→85
42~47	15	85

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：30°C

检测波长：358nm

进样量：10μL

柱压：12.9MPa

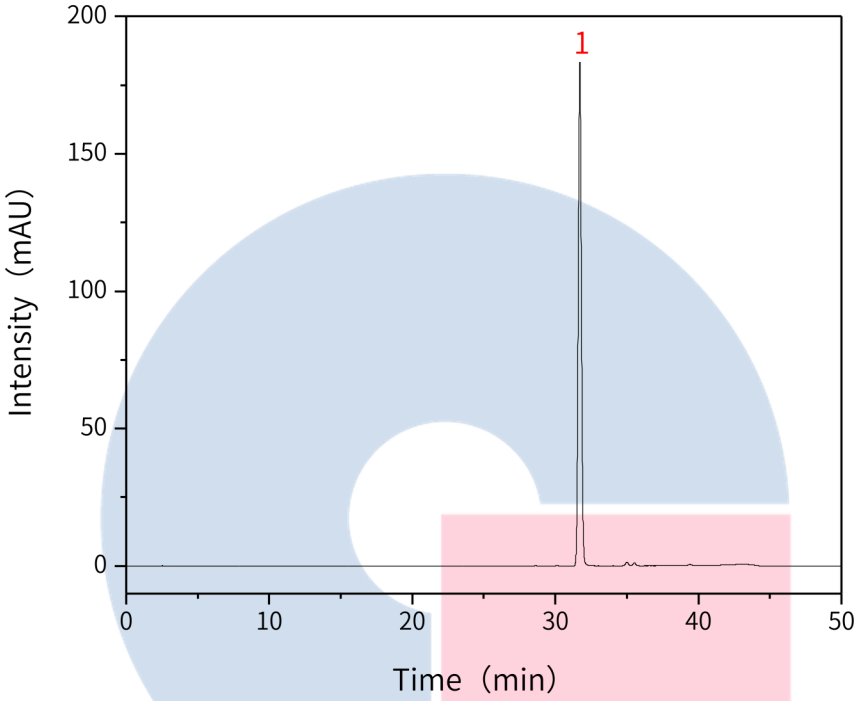
仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

GL Sciences

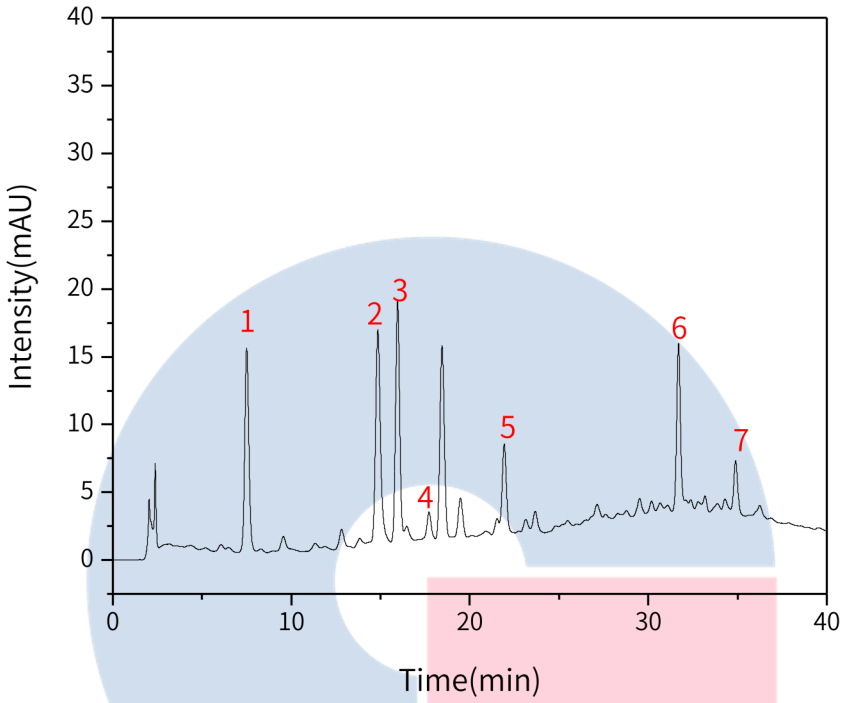
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芦丁	31.71	2756.34	183.37	102662	1.05

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	7.50	0.24	244.58	15.05	5003	1.12
2	特征峰2	14.85	0.47	293.04	15.67	15946	1.20
3	特征峰3	15.95	0.50	295.84	17.75	23208	1.07
4	特征峰4	17.72	0.56	32.58	1.99	27726	1.03
5	特征峰5	21.93	0.69	114.29	6.64	38881	/
6	芦丁	31.69	1.00	180.31	12.15	110657	1.06
7	特征峰7	34.89	1.10	56.65	3.79	125548	1.00

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；以甲醇为流动相A，以0.5%磷酸水溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为358nm。理论塔板数按芦丁峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~16	30→62	70→38
16~18	62→30	38→70
18~30	30	70

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取芦丁对照品适量，称定，用甲醇制成每1mL含0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.3g，称定，置具塞锥形瓶中，加入甲醇25mL，密塞，称定重量，超声处理（功率200W，频率40kHz）30分钟，取出，放冷，再称定重量，用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：**峰理论塔板数按芦丁峰计算应不低于5000。

3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-P 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-020020)

流动相A：甲醇

流动相B：0.5%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~16	30→62	70→38
16~18	62→30	38→70
18~30	30	70

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

检测波长：358nm

进样量：10μL

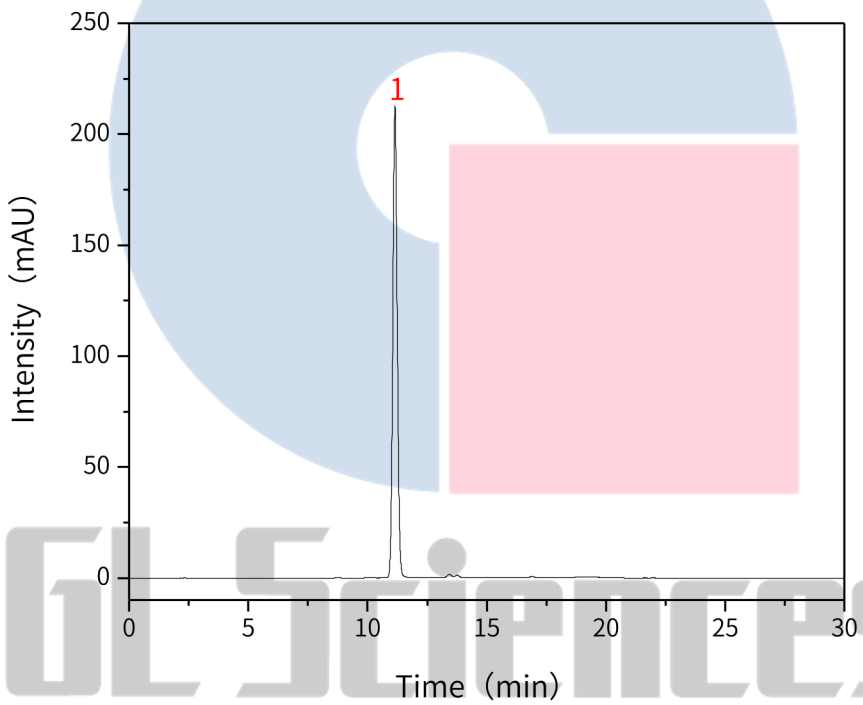
柱压：16.2MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

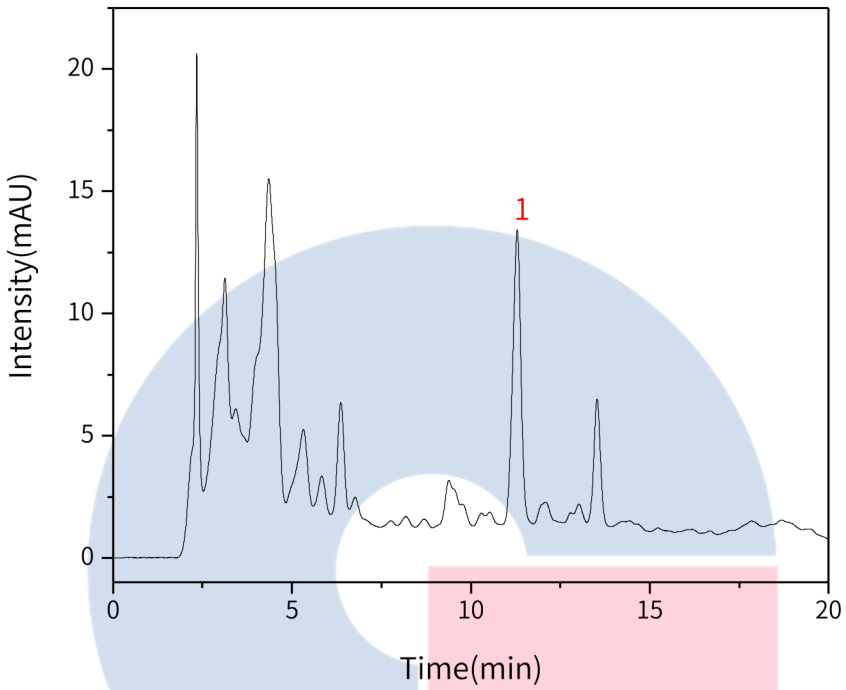
3.5 实验谱图

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芦丁	11.15	2735.68	212.42	17136	1.06

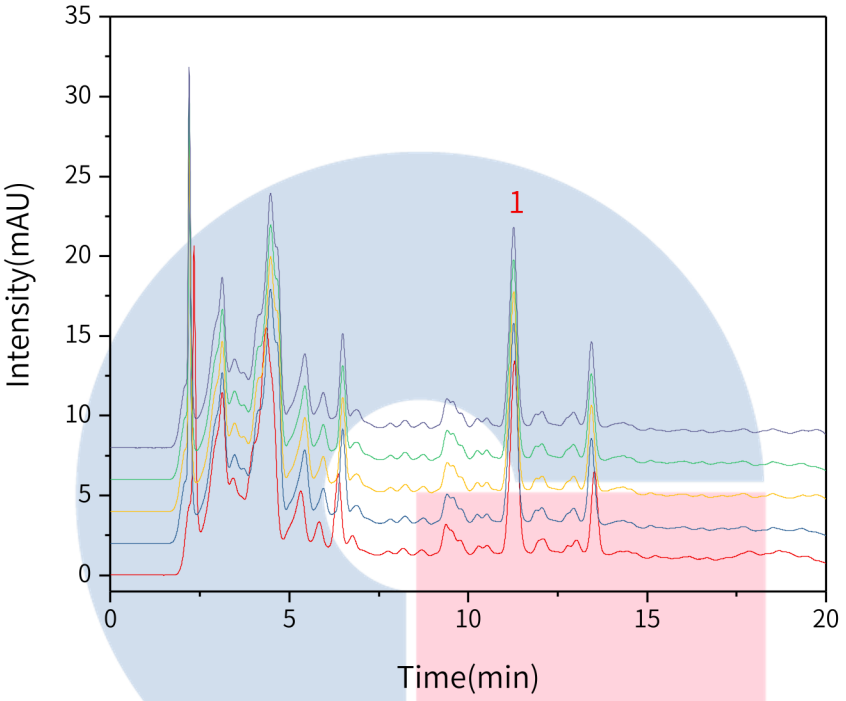
【分析结果】供试品图谱：



NO.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	桑皮苷A	11.27	192.67	12.05	11301	0.94	2.25

GL Sciences

【分析结果】重现性：



以桑皮苷A计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	11.27	192.67	12.05	11301	0.94	2.25
2	11.27	191.81	12.43	12331	0.91	1.81
3	11.27	192.34	12.44	12317	0.92	1.82
4	11.27	191.85	12.43	12348	0.92	1.82
5	11.27	192.00	12.46	12381	0.92	1.81

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

桑叶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±5%之内。含量测定项目中，芦丁峰理论塔板数皆大于11000，且5次实验重复性良好。故Inertsil ODS-P 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-02002)可以满足桑叶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

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