白鲜皮配方颗粒

GLS-LC-0060

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230nm。理论板数按白鲜碱峰计算应不低于6000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5→30	95→70
25~40	30→50	70→50
40~60	50	50

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取梣酮对照品、黄柏酮对照品、白鲜碱对照品、柠檬苦素对照品适量，称定，加甲醇制成每1mL各含梣酮60μg、黄柏酮0.1mg、白鲜碱20μg、柠檬苦素1mg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0.5g，称定，置100mL具塞锥形瓶中，加入70%甲醇25mL，称定重量，超声处理（功率600W，频率40kHz）10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，其中4个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应，与白鲜碱参照物峰相对应的峰为S峰，计算其余各特征峰与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：0.371（峰1）、0.381（峰2）、0.728

（峰3）。

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%磷酸酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5→30	95→70
25~40	30→50	70→50
40~60	50	50

※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：8.2MPa

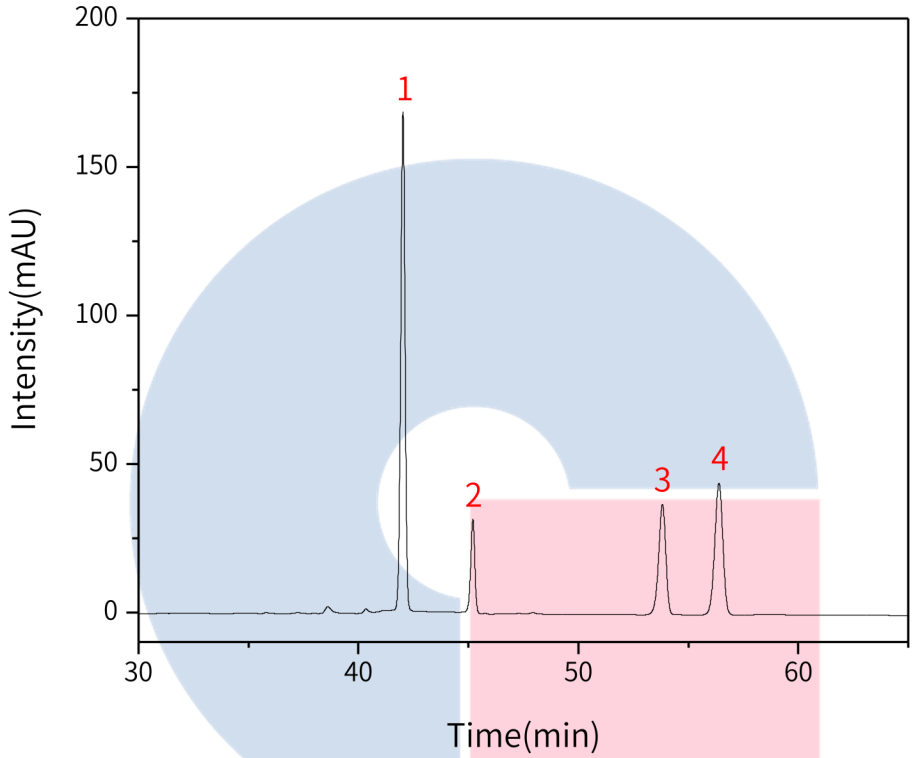
仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

GL Sciences

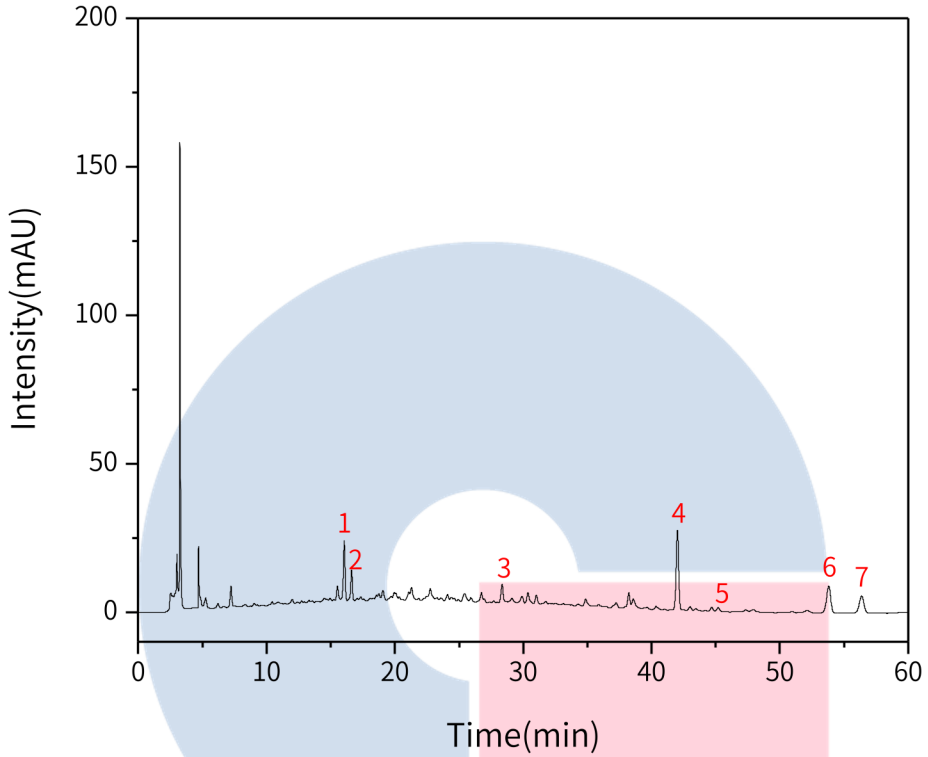
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	白鲜碱	42.03	2291.26	168.07	220270	0.95
2	柠檬苦素	45.20	411.54	31.60	286094	0.90
3	黄柏酮	53.82	839.54	37.13	132178	0.90
4	梣酮	56.39	1136.06	44.38	110734	0.95

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	RT/min	RRT	Area	Height	N
1	未知峰1	16.06	0.38	183.36	20.07	75359
2	未知峰2	16.63	0.40	95.07	10.34	86074
3	未知峰3	28.35	0.68	68.28	5.97	143533
4	白鲜碱	42.03	1.00	364.81	26.91	221635
5	柠檬苦素	45.20	1.08	17.10	1.29	281838
6	黄柏酮	53.81	1.28	201.78	9.08	134576
7	梣酮	56.38	1.34	139.62	5.66	115677

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）；以甲醇-水（60:40）为流动相；检测波长为236nm。

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取栲酮对照品、黄柏酮对照品适量，称定，加甲醇制成每1mL含栲酮60μg、黄柏酮0.1mg的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.5g，称定，置100mL具塞锥形瓶中，加入70%甲醇25mL，称定重量，超声处理（功率600W，频率40kHz）10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。

系统适用性要求：理论板数按栲酮峰计算应不低于3000。

3.3 实验条件

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

流动相：甲醇-水（60:40）

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：40°C

检测波长：236nm

进样量：10μL

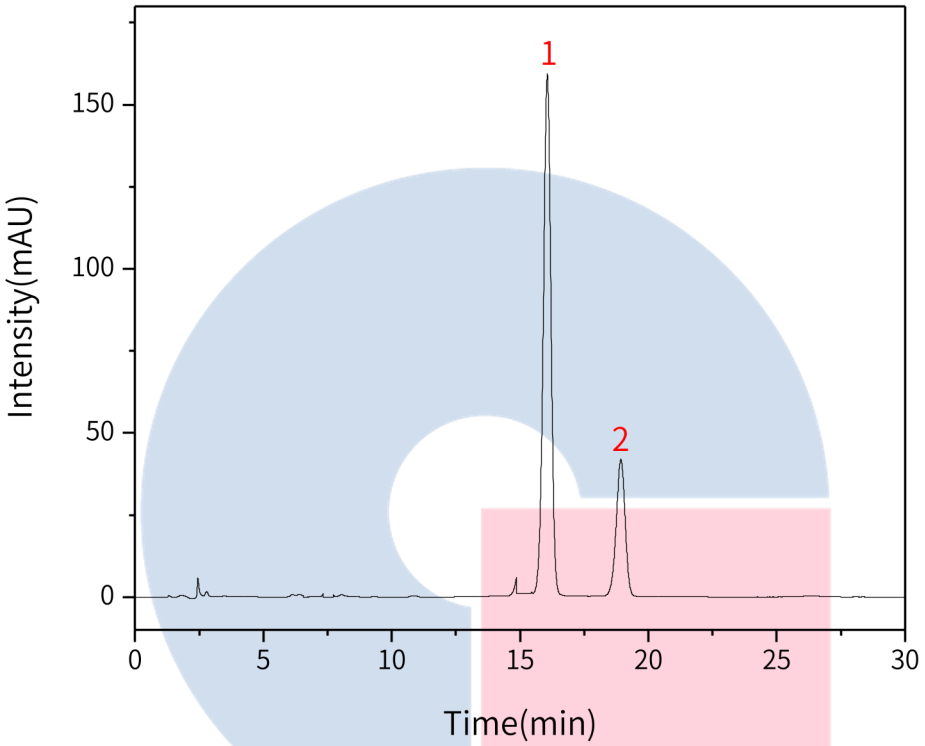
柱压：10.9MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

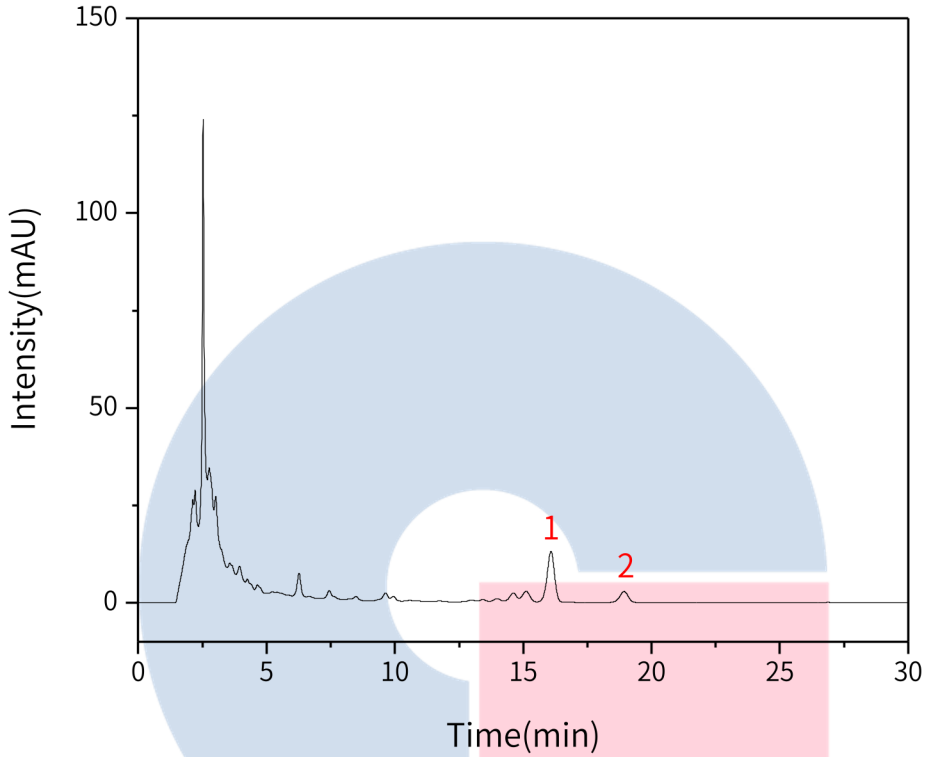
3.4 实验谱图

【分析结果】对照品谱图:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	黄柏酮	16.06	3276.44	158.54	14027	0.95
2	柠酮	18.93	1009.53	41.72	14232	0.93

【分析结果】供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	黄柏酮	16.08	260.51	13.03	15022	0.93
2	樗酮	18.94	60.33	2.72	16095	0.92

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

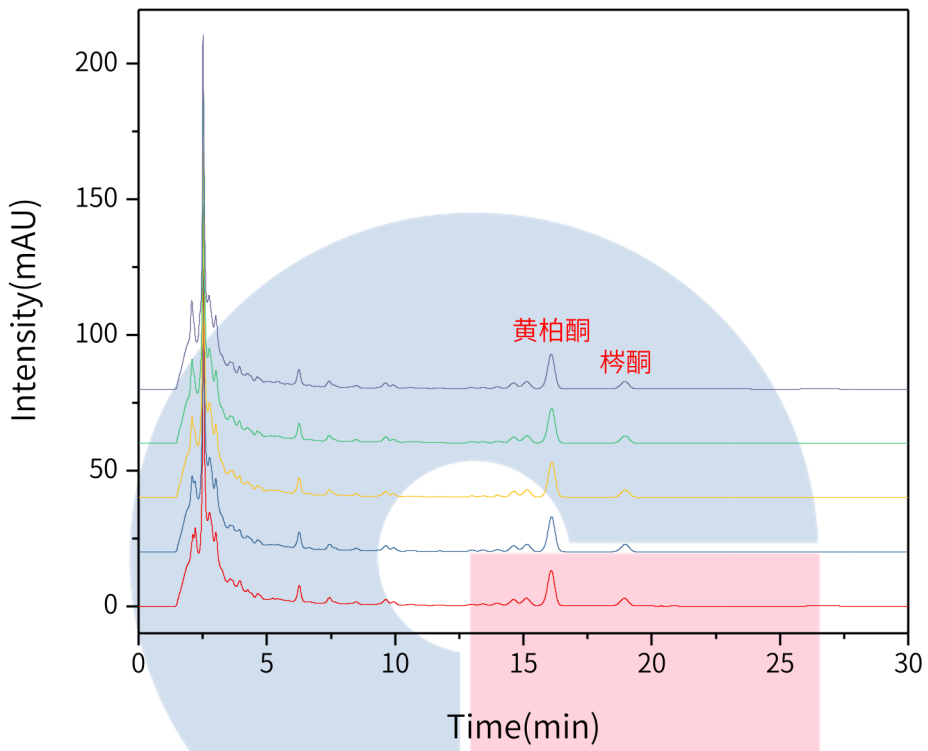
●技尔成都分公司
地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦2602室
电话：028-85596177

●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

【分析结果】重现性：



以黄柏酮峰计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	16.08	260.51	13.03	15022	0.93
2	16.10	260.17	12.86	14707	0.94
3	16.11	259.51	12.83	14644	0.93
4	16.10	259.84	12.79	14526	0.93
5	16.08	260.38	12791	14450	0.93

以栲酮峰计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	18.94	60.33	2.72	16095	0.92
2	18.97	61.87	2.72	15567	0.92
3	18.97	63.85	2.74	15013	0.92
4	18.96	61.64	2.70	15405	0.94
5	18.95	60.47	2.66	15370	0.93

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

白鲜皮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；在含量测定项目中，栲酮的理论塔板数皆大于15000，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)可以满足白鲜皮配方颗粒的分析要求。