

白头翁配方颗粒中白头翁皂苷 B₄ 含量测定及特征图谱

GLS-LC-0331

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: WondaSil C18 250×4.6mm, 5μm (PN: 5020-39003)
- GL Filter针式过滤器(GL0602 GL Filter Nylon 13mm 0.22μm)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL 9-425 透明进样瓶 带刻度)

2. 检测项目: 湖南省 湘PF2021002 白头翁配方颗粒特征图谱及含量

2.1 标准内容

色谱柱条件: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (4.6mm×250mm, 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; 柱温 30°C; 检测波长 203nm。理论板数按白头翁皂苷 B₄ 计算应不低于 4000。进样量 10μL。

时间 (分钟)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~5	20	80
5~35	20→30	80→70
35~60	30→50	70→50
60~65	50→90	50→10
65~75	90	10

2.2 溶液配制

对溶液的制备: 取白头翁皂苷 B₄ 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 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 0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加入 70%甲醇 25ml, 称定重量, 超声处理 (功率 250W, 频率 40kHz) 30 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。

技尔 (上海) 商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

- 技尔 (上海) 商贸有限公司 地址: 上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座903室 电话: 021-62782272
- 技尔 (上海) 实验器材有限公司 地址: 上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座902室 电话: 400-089-1889
- 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



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 应与对照品参照物峰的保留时间相对应。与白头翁皂苷 B₄ 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：0.38（峰 1）、0.75（峰 2）、0.84（峰 3）、1.07（峰 5）、1.35（峰 6）。

2.4 实验条件

色谱柱：WondaSil C18 250×4.6mm,5μm (PN: 5020-39003)

流动相A：乙腈

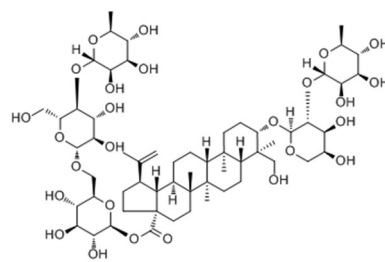
流动相B：0.1%磷酸溶液

流速：1.0mL/min

进样量：10μL

柱温：30℃

检测波长：203nm



白头翁皂苷 B₄

时间 (分钟)	流动相A (%)	流动相B (%)
0~5	20	80
5~35	20→30	80→70
35~60	30→50	70→50
60~65	50→90	50→10
65~75	90	10

技尔(上海)商贸有限公司

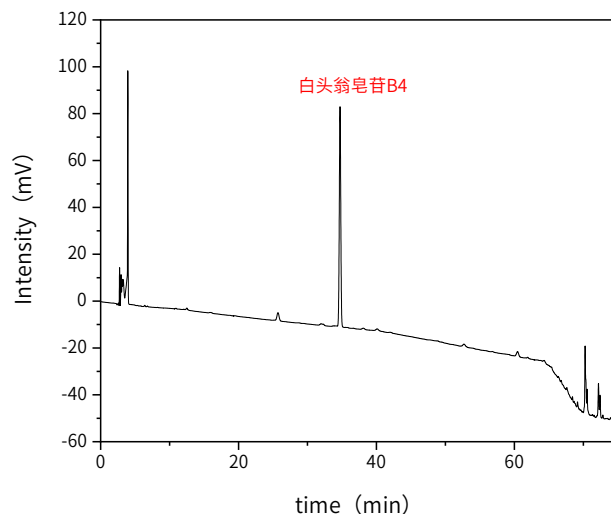
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

- 技尔(上海)商贸有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座903室 电话:021-62782272
- 技尔(上海)实验器材有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座902室 电话:400-089-1889
- 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



2.5 实验图谱

【分析结果】0.1mg/mL对照品图谱



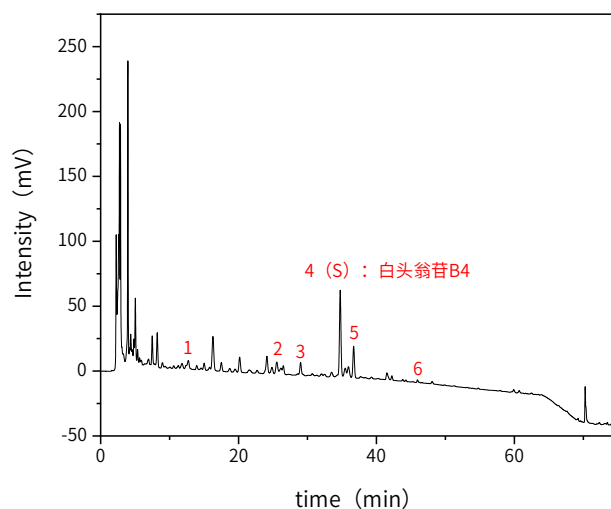
No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	白头翁皂苷B ₄	34.740	1399.9	93.9	122874	1.00	/

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

- 技尔(上海)商贸有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座903室 电话:021-62782272
- 技尔(上海)实验器材有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座902室 电话:400-089-1889
- 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



【分析结果】供试品图谱


No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Res
1	峰1	12.720	0.37	73.4	5.0	14915	/
2	峰2	25.547	0.74	140.5	8.0	45118	44.08
3	峰3	29.000	0.83	128.0	9.1	92360	10.45
4	白头翁皂苷B ₄	34.747	/	979.9	65.7	123186	14.52
5	峰5	36.693	1.06	362.1	24.0	132815	4.66
6	峰6	45.947	1.32	24.7	2.1	416030	17.68

3. 结论

白头翁配方颗粒按照湖南省湘PF2021002规定方法进行检测。特征图谱中呈现6个特征峰，其中白头翁皂苷B₄ (峰4) 与对照品参照峰保留时间相对应，各特征峰的相对保留时间在规定值的±10%之内，白头翁皂苷B₄理论塔板数大于4000。含量测定项目中，白头翁皂苷B₄理论塔板数大于4000。WondaSil C18 250×4.6mm,5μm (PN: 5020-39003) 可以满足白头翁配方颗粒的检测需求。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

- 技尔(上海)商贸有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座903室 电话:021-62782272
- 技尔(上海)实验器材有限公司 地址:上海市长宁区仙霞路319号远东国际广场A座902室 电话:400-089-1889
- 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

