

川芎配方颗粒

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-3 250 × 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-01732)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm × 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: 以十八烷基键合硅胶为填充剂 (250*4.6mm, 5 μ m) ; 以乙腈为流动相A, 以0.1%磷酸水溶液流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为35°C, 检测波长为300nm。

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	8	92
5~25	8→20	92→80
25~45	20→40	80→60
45~50	40→80	60→20
50~65	80	20

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备: 取阿魏酸对照品适量, 精密称定, 加70%甲醇制成每1mL含50μg的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品适量, 研细, 取约0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入70%甲醇50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率600W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 再称定重量, 用70%甲醇补足减失的重量, 摆匀, 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10个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应, 与阿魏酸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±10%范围之内。规定值为: 0.576 (峰1)、0.626 (峰2)、0.678 (峰3)、0.731 (峰4)、1.134 (峰6)、1.256 (峰7)、1.306 (峰8)、1.528 (峰9)。

9)、1.776（峰10）。

2.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-3 250 × 4.6mm, 5μm （P/N:5020-01732）

流动相A：乙腈

流动相B：0.4%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~5	8	92
5~25	8→20	92→80
25~45	20→40	80→60
45~50	40→80	60→20
50~65	80	20

完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：35°C

检测波长：300 nm

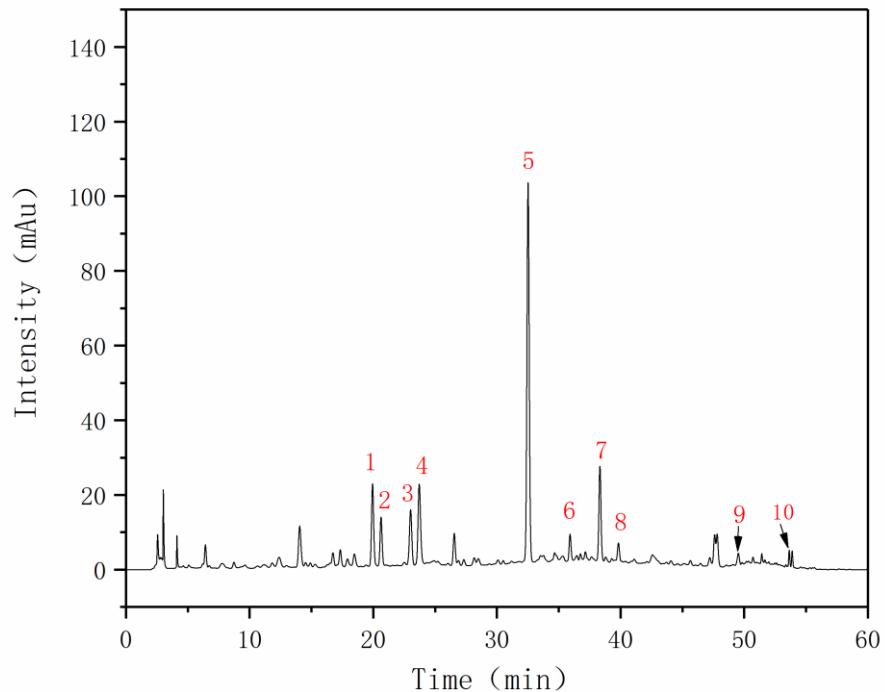
进样量：10 μL

柱压：7.9 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

2.5 实验结果



No.	Name	RT/min	RRT	Aera	Height	N	Symmetry
1	绿原酸	19.90	0.61	270.61	22.11	61860	1.07
2	隐绿原酸	20.60	0.63	152.22	13.05	70354	1.07
3	咖啡酸	23.00	0.71	203.31	14.89	65556	0.99
4	特征峰 4	23.70	0.73	311.23	21.51	62671	1.10
5	咖啡酸	32.50	1.00	1333.76	101.7	141917	1.04
6	特征峰 6	35.90	1.10	90.46	7.56	231109	1.08
7	洋川芎内酯 I	38.30	1.18	317.52	25.74	237599	1.02
8	特征峰 8	39.80	1.22	55.64	4.88	282285	0.97
9	特征峰 9	49.50	1.52	41.2	3.29	352306	1.03
10	洋川芎内酯 A	53.60	1.65	30.11	4.62	1586056	1.08

3. 检测项目：含量测定

3.1 标准内容

色谱条件：以十八烷基键合硅胶为填充剂（250*4.6mm, 5 μ m）；以乙腈-0.1%磷酸水溶液（15: 85）为流动相，检测波长为321nm。

3.2 溶液配置

对照品溶液的制备：取阿魏酸对照品适量，精密称定，加70%甲醇制成每1mL含50 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%甲醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率600W，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。

3.3 系统适应性要求

理论板数按阿魏酸峰计算应不低于5000。

3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-3 250 × 4.6mm, 5 μ m （P/N:5020-01732）

流动相：乙腈：0.1%磷酸水溶液=15: 85 （完全符合标准）

流速：1.0 mL/min

柱温：35℃

检测波长：321 nm

进样量：10 μ L

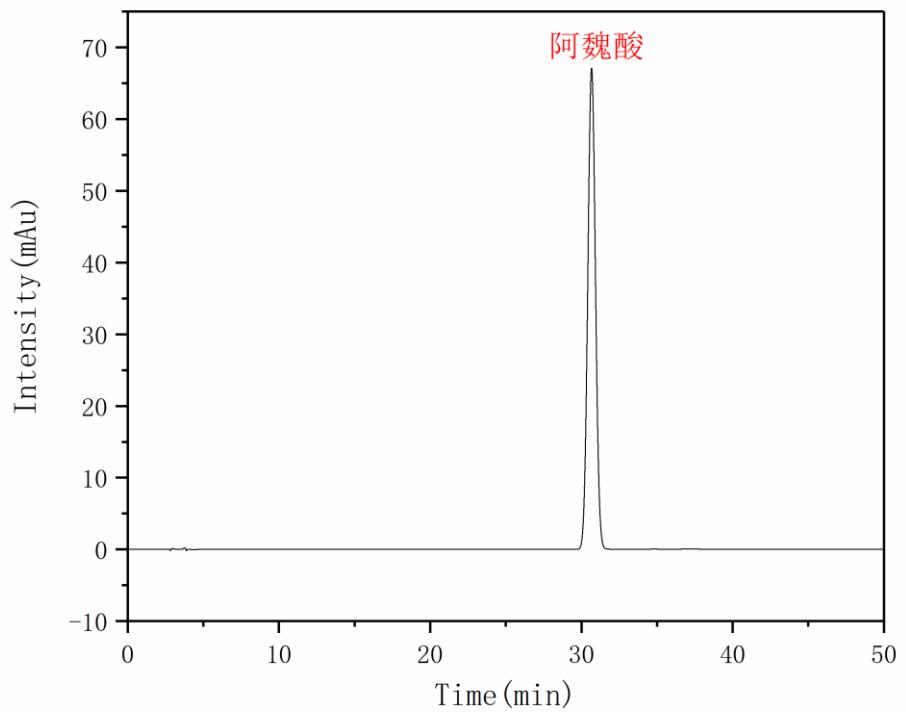
柱压：8.1 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

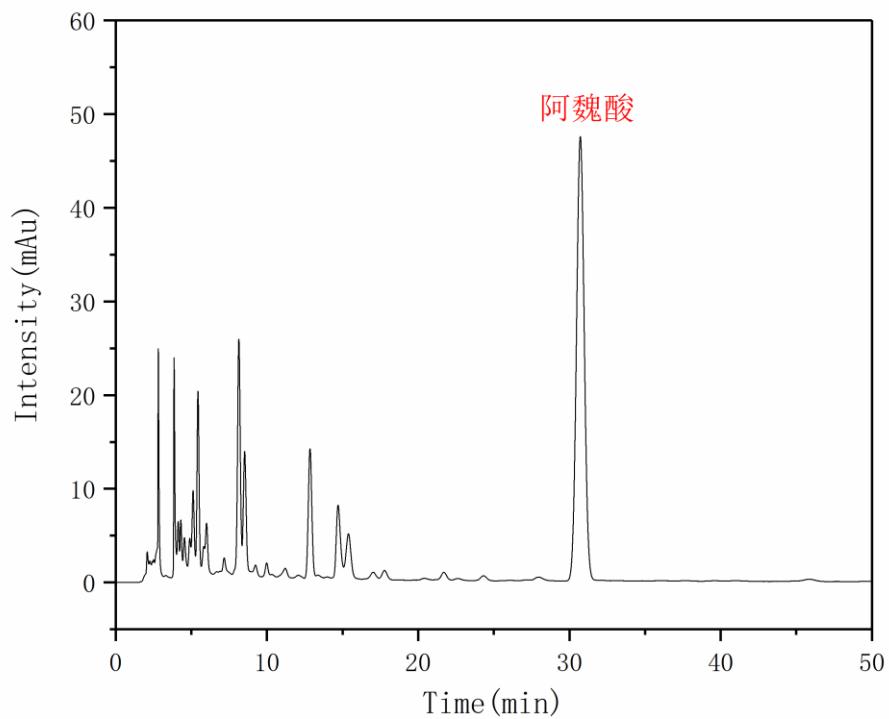
3.5 实验结果

标准品谱图



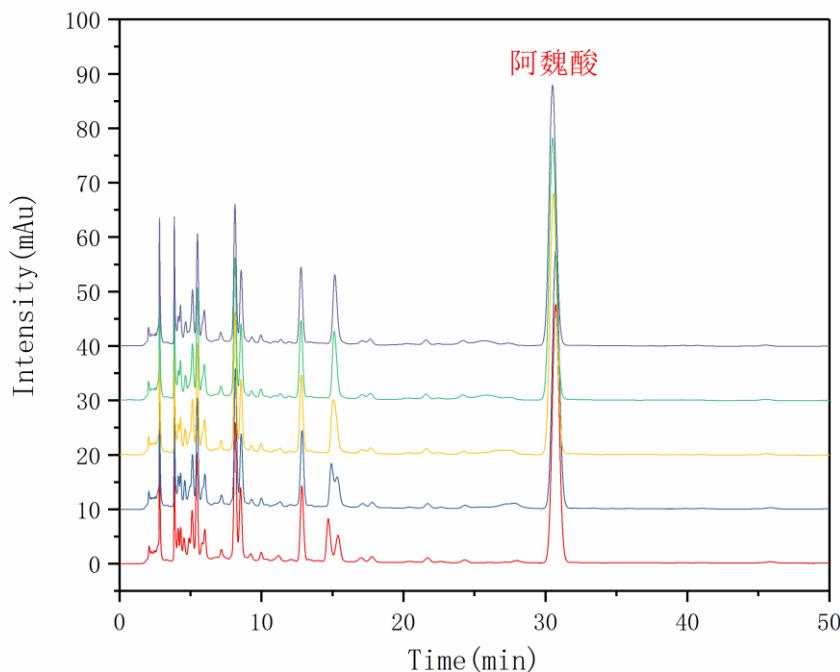
No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	阿魏酸	30.70	2388.10	67.01	16657	1.03

供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	阿魏酸	30.72	1685.15	47.36	16759	1.02

重现性：



No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	阿魏酸	30.72	1685.15	47.36	16759	1.02
2	阿魏酸	30.73	1675.94	47.24	16877	1.02
3	阿魏酸	30.56	1696.10	47.92	16850	1.03
4	阿魏酸	30.51	1704.89	48.07	16775	1.02
5	阿魏酸	30.50	1696.00	47.78	16705	1.03

4. 实验结果

川芎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。含量测定项目中，阿魏酸理论塔板数皆大于16000，且5次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-3 250×4.6mm, 5 μm (P/N:5020-01732) 可以满足川芎配方颗粒的检测需求。