

## 合欢花配方颗粒

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain AQ-C18 250 × 4.6mm, 5  $\mu$  m (P/N:5020-89731)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm × 0.22 $\mu$ m 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  $\mu$  m) ; 以乙腈为流动相A, 以0.3%冰醋酸水溶液为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为25°C, 检测波长为286nm。理论塔板数按槲皮苷峰计算应不低于3000。

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	0→6	100→94
5~20	6→20	94→80
20~22	20→25	80→75
22~32	25→30	75→70
32~40	30→43	70→57
40~45	43→50	57→50
40~50	50→60	50→40

##### 2.2 溶液配制

对照品溶液的制备: 取槲皮苷对照品适量, 精密称定, 加稀乙醇制成每1mL含90 $\mu$ g的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品适量, 研细, 取约0.2g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入50%甲醇25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 (功率250W, 频率40kHz) 10分钟, 放冷, 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5个特征峰, 并应与对照药材参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应。与槲皮苷参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰3、峰5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：0.85（峰3）、1.11（峰5）、

## 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：0.3%冰醋酸水溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	0→6	100→94
5~20	6→20	94→80
20~22	20→25	80→75
22~32	25→30	75→70
32~40	30→43	70→57
40~45	43→50	57→50
40~50	50→60	50→40

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

检测波长：286 nm

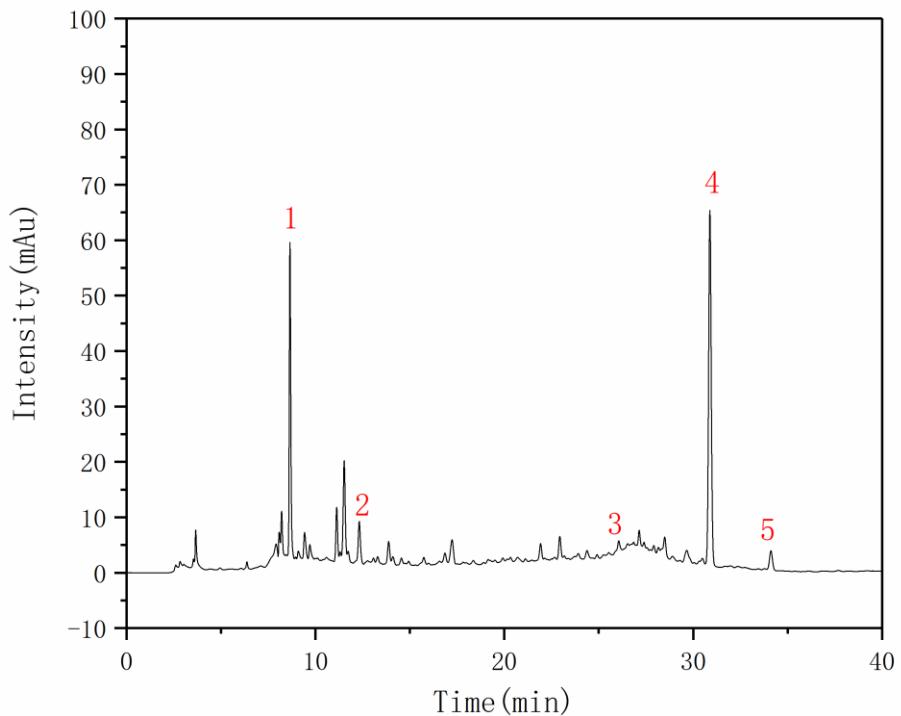
进样量：10 μL

柱压：8.4 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	特征峰 1	8.60	0.28	316.18	56.81	60511	1.23
2	特征峰 2	12.30	0.40	66.26	7.64	53601	1.03
3	特征峰 3	26.10	0.84	58.41	3.343	99658	/
4	槲皮苷	30.90	1.00	625.05	64.15	233078	1.05
5	阿福豆苷	34.10	1.10	39.68	3.55	214253	0.99

### 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  $\mu$ m）；以乙腈-0.1% 磷酸水溶液（23: 77）为流动相，检测波长为256nm。理

#### 溶液配置

对照品溶液的制备：取槲皮苷对照品适量，精密称定，加稀乙醇制成每1mL含90 $\mu$ g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，精密加入稀乙醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟，放冷，摇匀，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

#### 3.2 系统适应性要求

理论板数按槲皮苷计算应不低于3000。

#### 3.3 实验条件

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

流动相：乙腈：0.1%磷酸水溶液=23: 77 （完全符合标准）

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

检测波长：256 nm

进样量：10  $\mu$ L

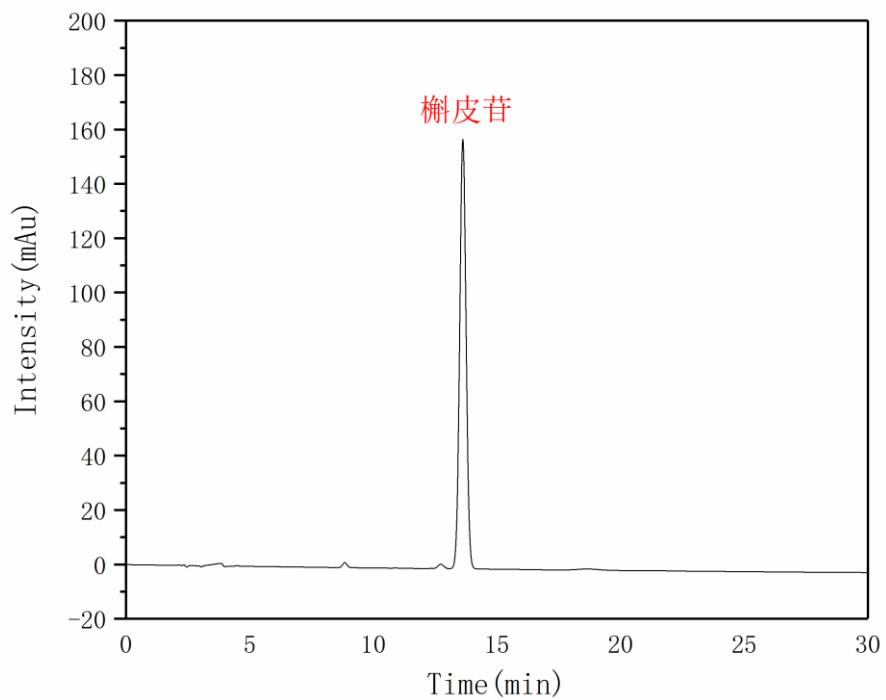
柱压：9.4 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

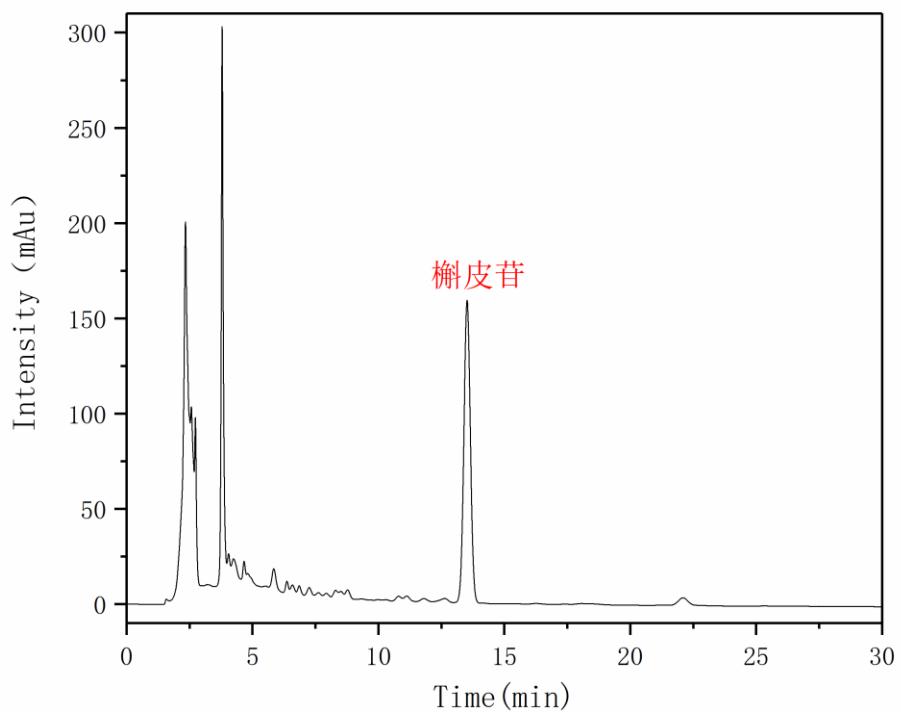
### 3.4 实验结果

标准品谱图



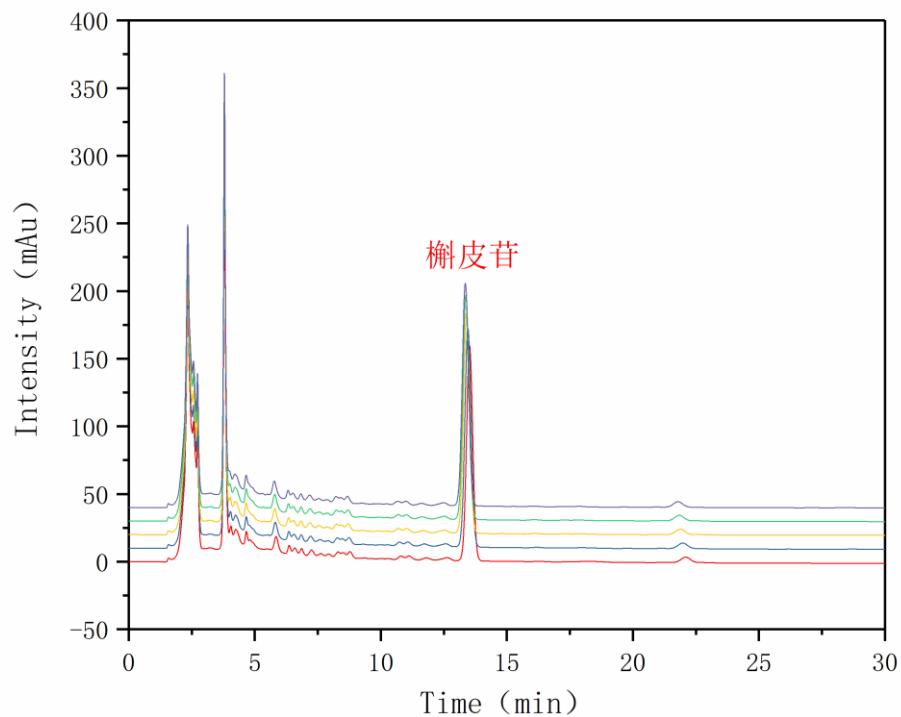
No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	槲皮苷	13.62	2861.87	157.91	12888	1.02

供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	槲皮苷	13.523	2860.62	159.00	12921	1.02

重现性：



No.	Name	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	槲皮苷	13.52	2860.62	159.00	12908	1.02
2	槲皮苷	13.46	2922.14	161.89	12687	1.02
3	槲皮苷	13.40	2911.33	162.46	12752	1.02
4	槲皮苷	13.38	2969.47	165.70	12678	1.03
5	槲皮苷	13.35	2938.80	164.51	12699	1.02

#### 4. 实验结果

合欢花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，槲皮苷理论塔板数皆大于12000，且5次实验重复性良好。故 InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5 μm (P/N:5020-89731) 可以满足合欢花配方颗粒的检测需求。