

枇杷叶配方颗粒

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 250 × 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-07346)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm × 0.22 μ 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 μ m) ; 以乙腈为流动相A, 以0.4%磷酸溶液水流动相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	5	95
5~35	5→22	95→78
35~65	22→100	78→0

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备: 取绿原酸对照品适量, 精密称定, 加50%甲醇制成每1mL含30 μ g的溶液, 即得。

供试品溶液的制备: 取本品适量, 研细, 取约0.2g, 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600W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 再称定重量, 用50%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4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, 与绿原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 \pm 10%范围之内。规定值为: 0.742 (峰1) 、 0.939 (峰2) 、 1.061 (峰4) 。

2.4 实验条件

色谱柱: InertSustain C18 250 × 4.6mm, 5μm (P/N:5020-07346)

流动相A: 乙腈

流动相 B: 0.4%磷酸溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	5	95
5~35	5→22	95→78
35~65	22→100	78→0

※完全符合标准

流速: 1.0 mL/min

柱温: 35°C

检测波长: 300 nm

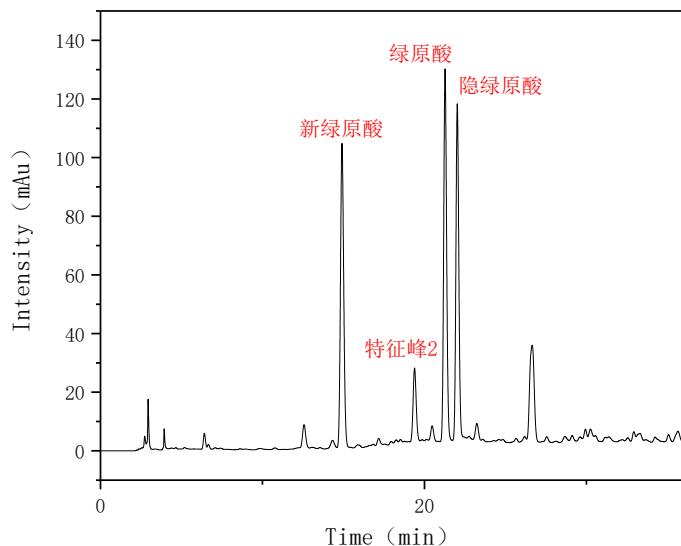
进样量: 10 μL

柱压: 6.7 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

2.5 实验图谱



No.	Name	RT/min	RRT	Aera	Height	N	Symmetry
1	新绿原酸	14.9	0.699	1444.6	103.8	26430	1.10
2	特征峰2	19.4	0.911	328.87	25.02	49282	1.09
3	绿原酸	21.3	1.0	1595.88	126.99	66002	1.11
4	隐绿原酸	22.0	1.033	1417.21	114.55	73448	1.12

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）；以乙腈为流动相A，以0.4%磷酸溶液水流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35°C，检测波长为327nm。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~55	5	95
5~35	5→22	95→78
35~65	22→100	78→0

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取绿原酸对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1mL含

30 μ g的溶液，即得。

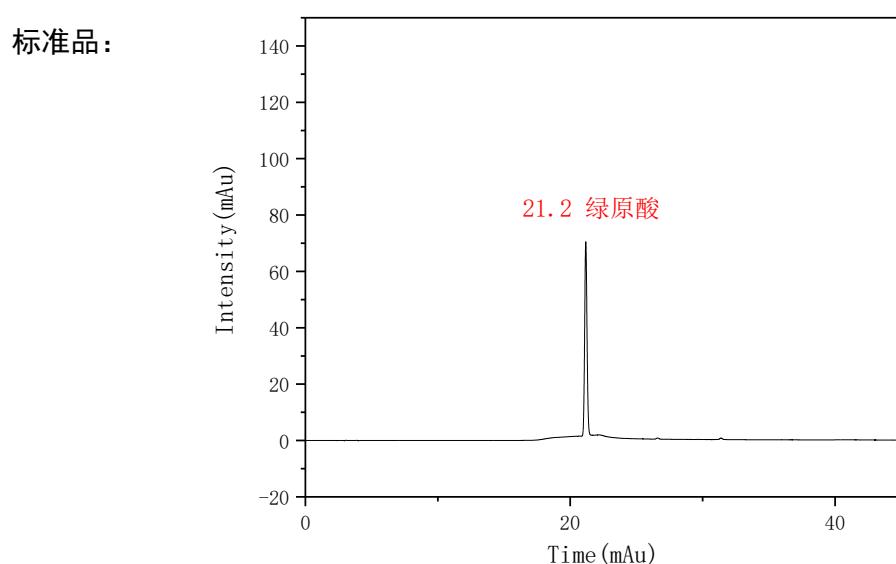
供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入50%甲醇25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率600W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求：绿原酸理论塔板数不低于5000。

3.4 实验条件

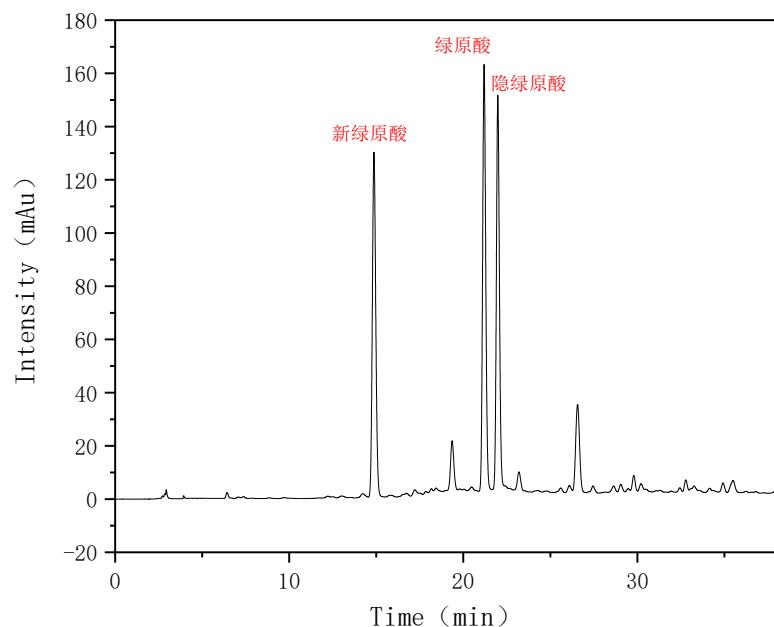
除波长为327 nm其他同特征谱图。

3.5 实验谱图



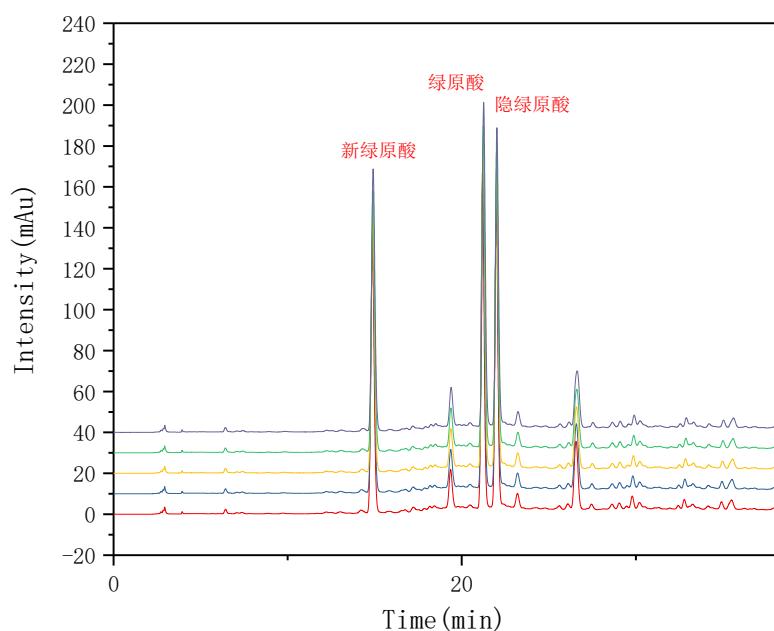
No.	Name	Rt/min	Aera	Height	N	Symmetry	Res
1	绿原酸	21.2	854.515	68.9	67058	1.10	/

供试品图谱：



No.	Name	Rt/min	Aera	Height	N	Symmetry	Res
1	新绿原酸	14.87	1766.33	129.57	27381	1.1	/
2	绿原酸	21.2	1998.051	160.36	66951	1.09	5.43
3	隐绿原酸	21.98	1835.22	148.55	76480	1.1	2.43

重现性：



No.	RT/min	Aera	Heught	N	Symmetry
1	21.197	1998.051	160.36	66951	1.09
2	21.210	1991.421	159.32	66585	1.11
3	21.227	1988.346	158.43	66142	1.12
4	21.233	1984.411	156.75	65018	1.12
5	21.260	1992.175	158.25	65976	1.11

说明：此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

枇杷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±10%之内，含量测定项目中，绿原酸理论塔板数皆大于60000，且5次实验重复性良好。故 InertSustain C18 250×4.6mm, 5 μm （P/N:5020-07346）可以满足枇杷叶配方颗粒的分析要求。