

秦艽配方颗粒

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：Inertsil ODS-HL 250 × 4.6mm, 5 μm (P/N:5020-87132)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm x 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 μm）；以乙腈为流动相A, 以0.05%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℃, 检测波长为240nm。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	9→10	91→90
28~58	10→90	90→10
58~63	90→9	10→91
63~73	9	91

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取龙胆苦苷和马钱苷酸对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每1mL含龙胆苦苷0.5mg、马钱苷酸0.3mg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，精密加入甲醇20ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用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，其中2个峰分别与相应对照品参照物的保留时间对应。与龙胆苦苷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±8%范围之内。规定值为：0.68（峰2）、0.72（峰3）。

2.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250 × 4.6mm, 5μm (P/N:5020-87132)

流动相A：乙腈

流动相B：0.05%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	9→10	91→90
28~58	10→90	90→10
58~63	90→9	10→91
63~73	9	91

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：35℃

检测波长：240 nm

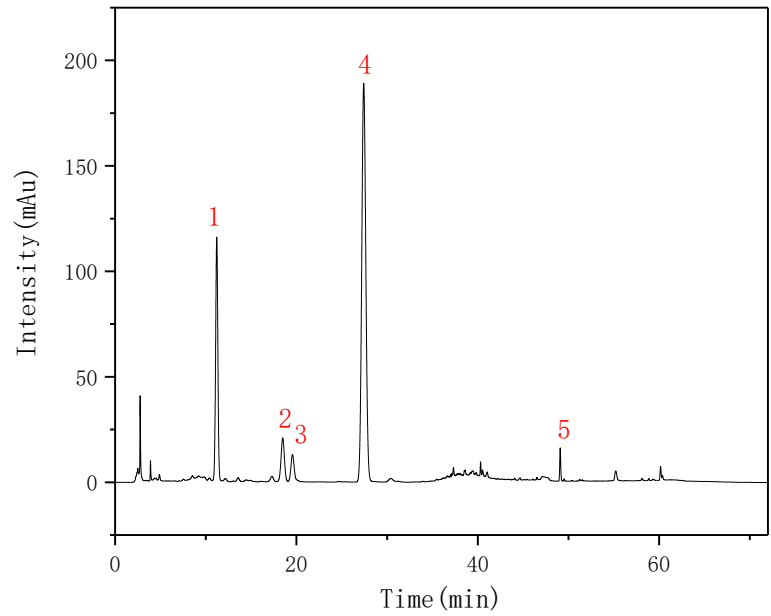
进样量：10 μL

柱压：8.1 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	马钱苷酸	11.21	0.41	1996.28	115.61	9701	0.99
2	特征峰2	18.49	0.67	526.69	20.60	11807	1.00
3	特征峰3	19.56	0.71	321.01	12.79	14547	1.18
4	龙胆苦苷	27.42	1.00	5896.33	188.85	17447	1.06
5	特征峰5	49.09	1.79	121.61	15.79	952073	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）；以乙腈为流动相A，以0.05%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℃，检测波长为240nm。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	9→10	91→90
28~58	10→90	90→10
58~63	90→9	10→91
63~73	9	91

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取龙胆苦苷和马钱苷酸对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每1mL含龙胆苦苷0.5mg、马钱苷酸0.3mg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，精密加入甲醇20ml，称定重量，超声处理（功率500W，频率40kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用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：龙胆苦苷峰理论塔板数不低于3000。

3.3 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250 × 4.6mm，5μm （P/N:5020-87132）

流动相A：乙腈

流动相B：0.05%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	9→10	91→90
28~58	10→90	90→10
58~63	90→9	10→91
63~73	9	91

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：35℃

检测波长：240 nm

进样量：10 μL

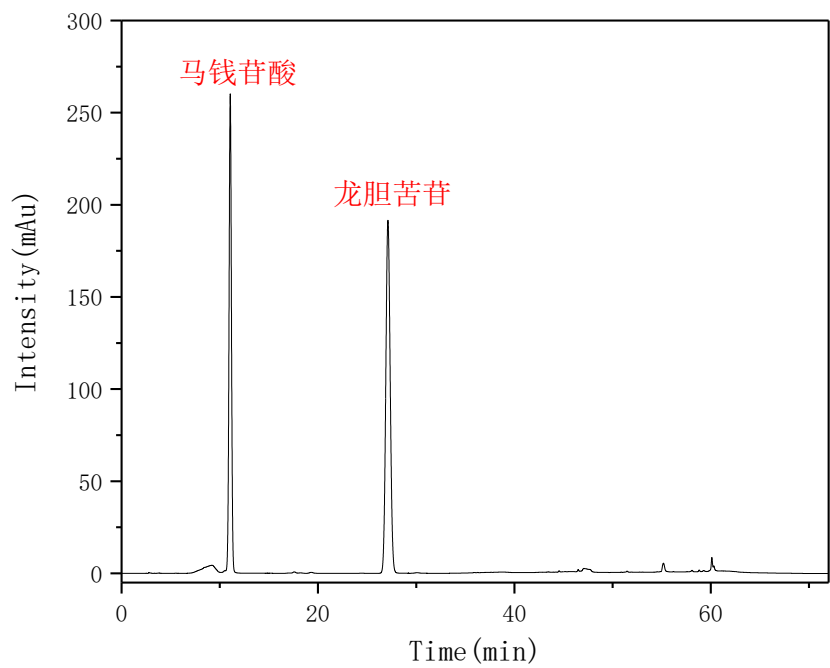
柱压：8.1 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

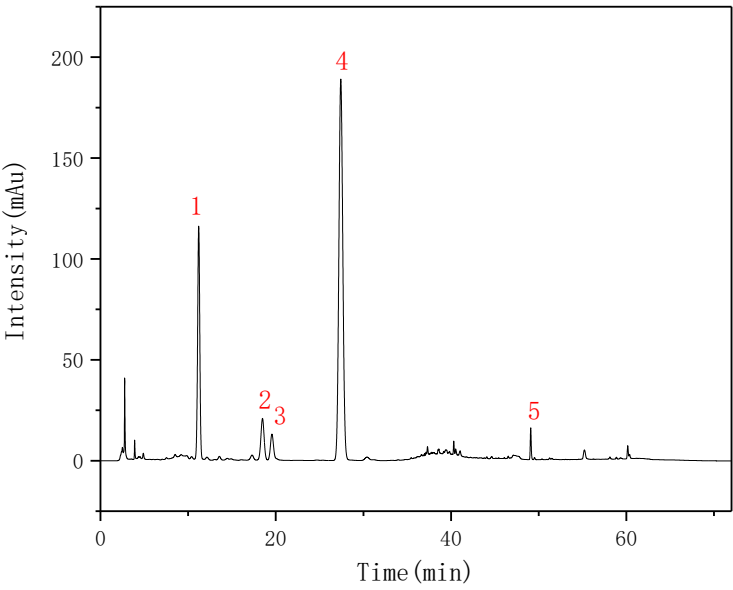
3.4 实验谱图

标准品：



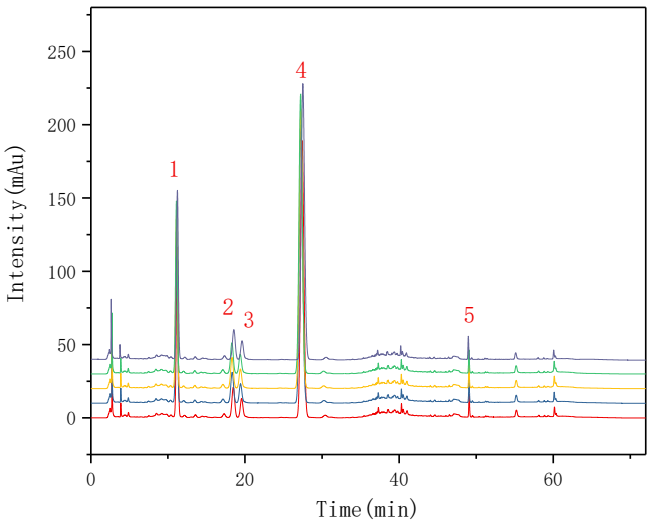
No.	Name	Rt/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	马钱苷酸	11.01	4435.66	259.68	9655	1.01
2	龙胆苦苷	27.123	5946.53	191.47	17274	1.05

供试品图谱：



No.	Name	RT/min	RRT	Aera	Height	N	Symmetry
1	马钱苷酸	11.21	0.41	1996.28	115.61	9701	0.99
2	特征峰2	18.49	0.67	526.69	20.60	11807	1.00
3	特征峰3	19.56	0.71	321.01	12.79	14547	1.18
4	龙胆苦苷	27.42	1.00	5896.33	188.85	17447	1.06
5	特征峰5	49.09	1.79	121.61	15.77	952073	1.08

重现性：



以马钱苷酸计：

No.	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	11.21	1996.28	115.61	9701	0.99
2	11.12	2003.80	117.28	9735	1.01
3	11.11	2013.35	117.49	9664	1.00
4	11.11	2012.33	117.22	9622	1.01
5	11.35	1977.03	114.93	10062	1.00

以龙胆苦苷计：

No.	RT/min	Aera	Height	N	Symmetry
1	27.42	5896.33	188.85	17457	1.06
2	27.26	5902.22	188.50	17358	1.06
3	27.24	5930.61	190.30	17314	1.06
4	27.22	5917.98	190.52	17258	1.06
5	27.62	5896.24	188.23	17600	1.06

说明：此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

秦艽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 $\pm 8\%$ 之内，含量测定项目中，龙胆苦苷峰理论塔板数皆大于 17000，且 5 次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-HL $250 \times 4.6\text{mm}$, $5 \mu\text{m}$ (P/N:5020-87132) 可以满足秦艽配方颗粒的分析要求。