

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 μ m (P/N:5020-89731)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0604 25mm x 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)
- 仪器型号：Hitachi Primaide

2 检测项目：特征谱图

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0.3%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 $^{\circ}$ 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 |

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● 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

● 成都分公司

地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177

40~45

43→50

57→50

40~50

50→60

50→40

溶液配制:

参照物溶液的制备：取合欢花对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加50%甲醇 25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。取（含量测定）项下对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取0.2g，置具塞锥形瓶中，加50%甲醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）10分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

系统适用性要求:

供试品色谱中应呈现与对照特征图谱相对应的 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 $\pm 10\%$ 之内，规定值为：0.85（峰 3）、1.11（峰 5）。

2.1 色谱条件

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250 × 4.6mm, 5 μ m (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 |

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● 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

● 成都分公司

地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177

| | | |
|-------|-------|-------|
| 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 μ L

柱压：8.4 MPa

仪器型号：Hitachi Primaide

检测器：UV

2.2 实验结果

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● **上海总公司**

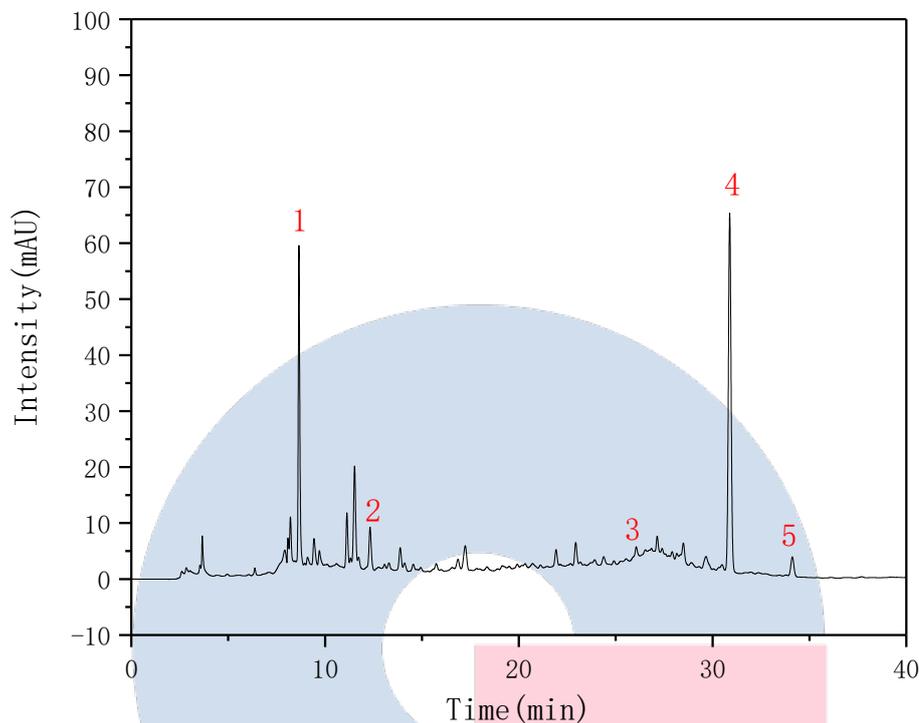
地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● **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

● **成都分公司**

地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177



| No. | Name | RT/min | RRT | Area | 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 | 3.34 | 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 |

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
 远东国际广场A座902-903室
 电话: 021-62782272

● 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

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话: 028-85596177

3 检测项目：含量测定

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（23：77）为流动相，检测波长为256nm。

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 μ g的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.1g，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。

系统适应性要求

理论板数按槲皮苷计算应不低于3000。

3.1 色谱条件

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250 \times 4.6mm，5 μ 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 $^{\circ}$ C

检测波长：256 nm

进样量：10 μ L

柱压：9.4 MPa

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址：上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话：021-62782272

● 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

● 成都分公司

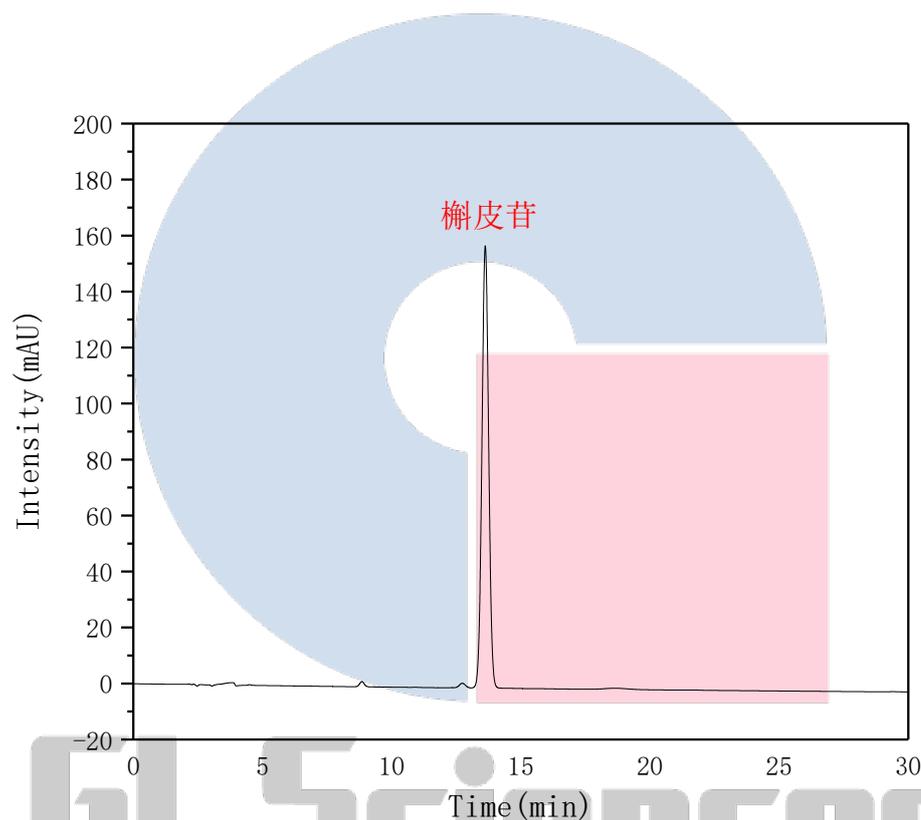
地址：成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话：028-85596177

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

3.2 实验结果

标准品谱图



| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|------|--------|---------|--------|-------|----------|
| 1 | 槲皮昔 | 13.62 | 2861.87 | 157.91 | 12888 | 1.02 |

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

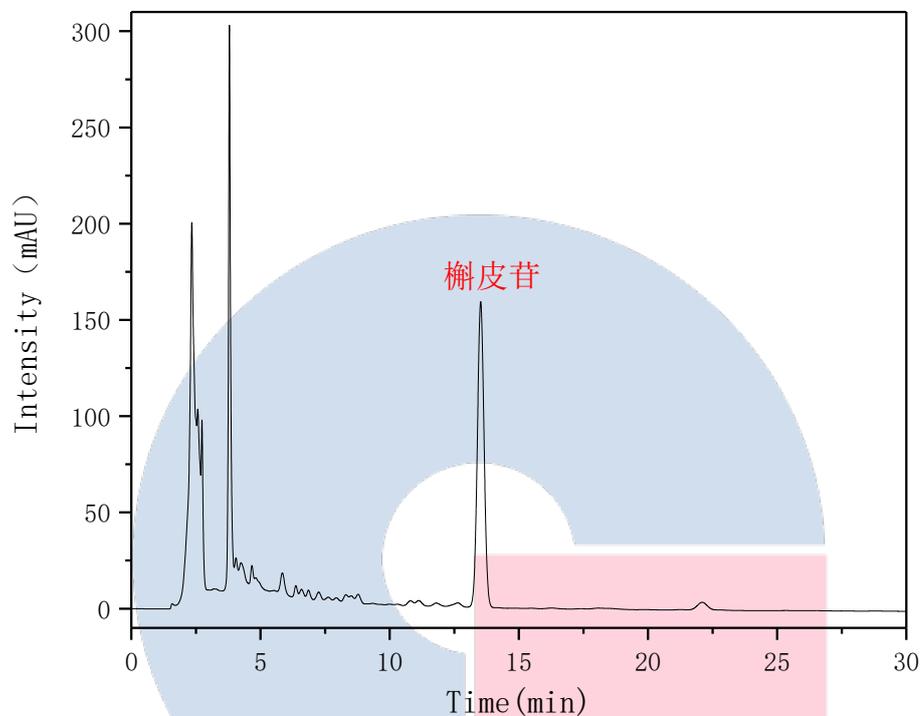
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

供试品图谱:



| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|------|--------|---------|--------|-------|----------|
| 1 | 槲皮昔 | 13.52 | 2860.62 | 159.00 | 12921 | 1.02 |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

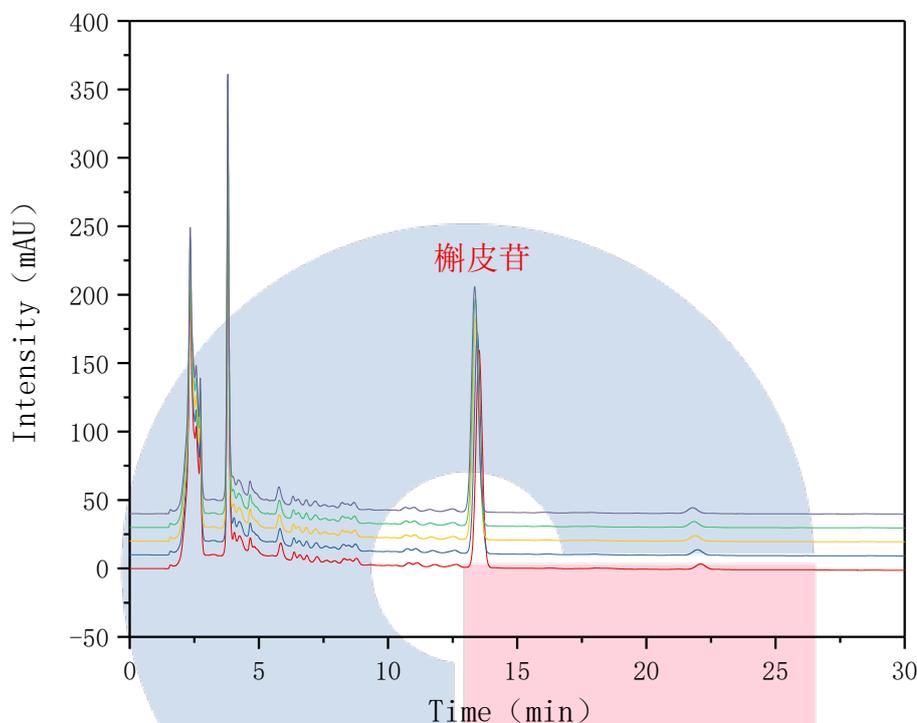
● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

重现性:



| No. | Name | RT/min | Area | 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. 结论

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 $\pm 10\%$ 之内。

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● **上海总公司**

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● **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

● **成都分公司**

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

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, 5μm (P/N:5020-89731) 可以满足合欢花配方颗粒的检测需求。



技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 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

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177