

蒲公英配方颗粒

GLS-LC-0052

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-HL 250 × 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-87132)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0602 13mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 1.5mL透明瓶 螺纹 带刻度+GLS0143 红PTFE白胶垫片 蓝色开孔盖)

2. 检测项目: 特征谱图

2.1 标准内容:

色谱条件: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为250mm, 内径为4.6mm, 粒径5 μ m); 以甲醇为流动相A, 以0.5%醋酸溶液为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为35 $^{\circ}$ C, 检测波长为323nm。

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5→15	95→85
25~35	15→35	85→65
35~50	35	65

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备: 取咖啡酸对照品、单咖啡酰酒石酸对照品、菊苣酸对照品适量, 精密称定, 加50%甲醇制成每1ml分别含10 μ g的溶液, 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, 取约0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入水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, 用水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

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

2.3 系统适用性要求:

供试品色谱中应呈现5个特征峰, 并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3个峰应分别与相应的对照品参照物峰保留时间相对应, 与咖啡酸参照物峰相对应的峰为S峰, 计算其余各特征峰与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: 0.546 (峰2)、0.922 (峰3)。

2.4 实验条件

色谱柱: Inertsil ODS-HL 250 \times 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-87132)

流动相A: 甲醇

流动相B: 0.5%醋酸水溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5 \rightarrow 15	95 \rightarrow 85
25~35	15 \rightarrow 35	85 \rightarrow 65
35~50	35	65

※完全符合标准

流速: 1.0 mL/min

柱温: 35 $^{\circ}$ C

检测波长: 323nm

进样量: 10 μ L

柱压: 7.9 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

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

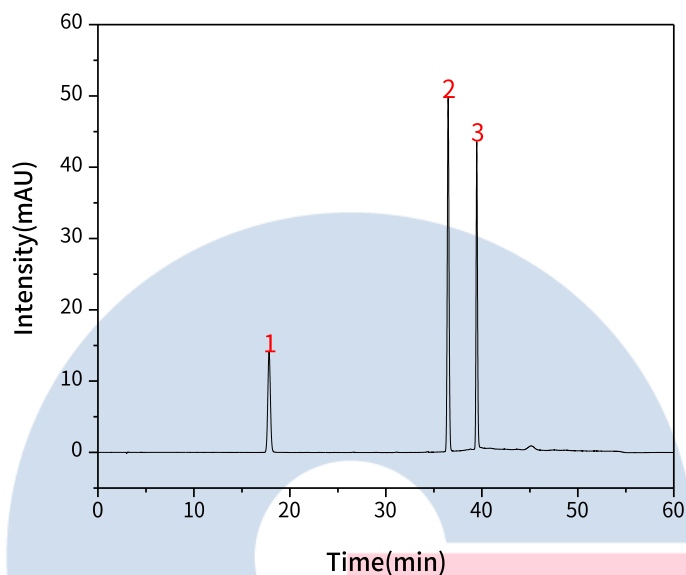
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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

2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图:



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	单咖啡酰酒石酸	17.83	270.61	14.20	20211	1.03
2	咖啡酸	36.49	635.38	49.80	186211	1.02
3	菊苣酸	39.47	446.21	43.04	333651	1.07

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

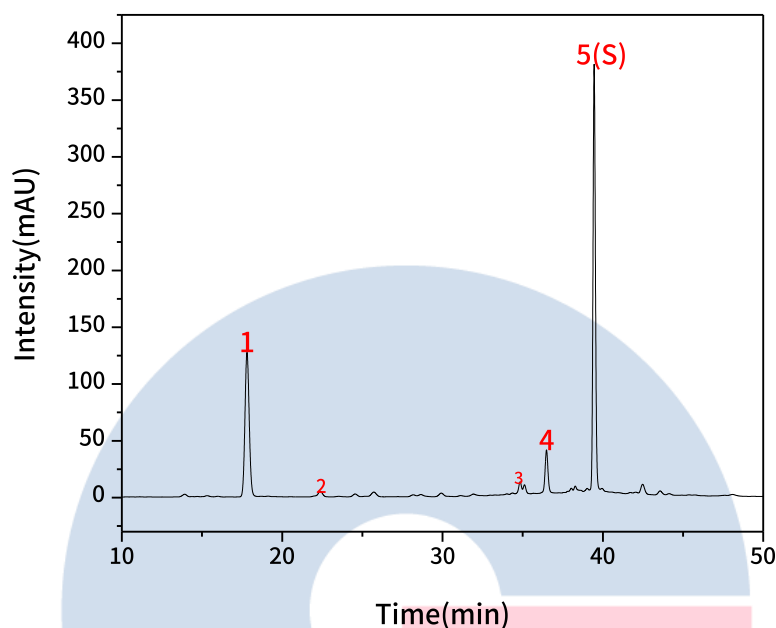
● 技尔应用技术中心

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

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	单咖啡酰酒石酸	0.49	2343.40	127.24	21413	1.07
2	新绿原酸	0.61	103.22	4.86	30691	0.80
3	绿原酸	0.96	146.12	11.09	158076	/
4	咖啡酸	1.00	498.61	38.21	199996	1.05
5	菊苣酸(S)	1.08	3965.44	375.28	328911	1.08

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

3.1 标准内容：

色谱条件：以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为250mm，内径为4.6mm，粒径5 μ m）；以甲醇为流动相A，以0.5%醋酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为35 $^{\circ}$ C，检测波长为323nm。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5→15	95→85
25~35	15→35	85→65
35~50	35	65

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取单咖啡酰酒石酸对照品、菊苣酸对照品适量，精密称定，分别加50%甲醇制成每1ml含单咖啡酰酒石酸10 μ g、菊苣酸100 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，精密加入水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，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求：理论板数按菊苣酸峰计算应不低于5000。

3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-HL 250 \times 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-87132)

流动相A：甲醇

流动相B：0.5%醋酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~25	5→15	95→85
25~35	15→35	85→65

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

※完全符合标准

流速: 1.0 mL/min

柱温: 35°C

检测波长: 323nm

进样量: 10 μ L

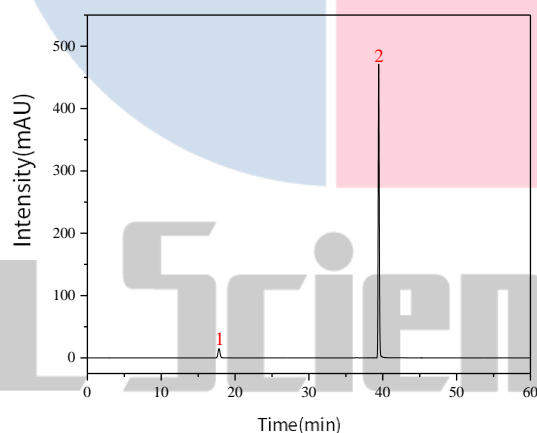
柱压: 8.0 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

实验谱图

【分析结果】对照品谱图:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	单咖啡酰酒石酸	17.82	278.31	14.75	20303	1.04
2	菊苣酸	39.45	4955.27	470.90	328259	1.10

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

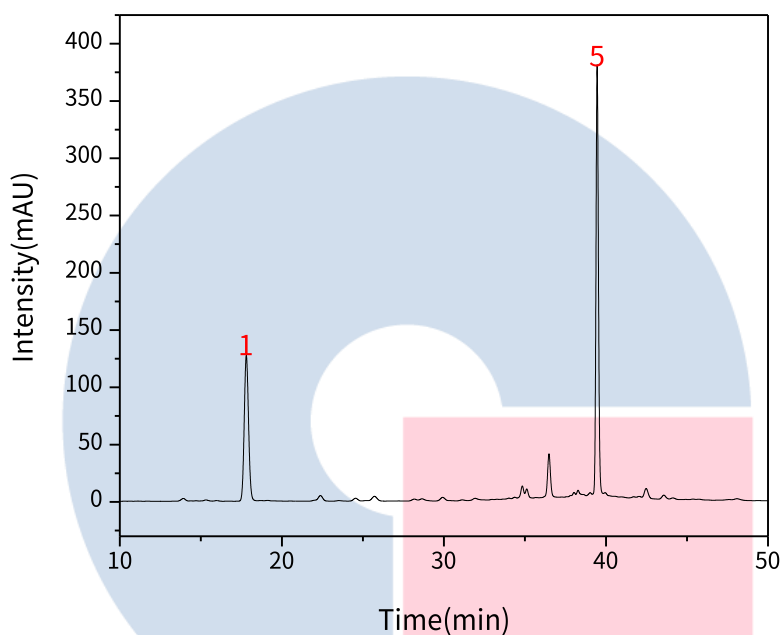
● 技尔应用技术中心

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

【分析结果】供试品图谱：



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	单咖啡酰酒石酸	17.81	2343.40	127.24	21413	1.07	2.25
2	菊苣酸	39.46	3965.44	375.28	328911	1.08	1.90

【分析结果】重现性：

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

● 上海总公司

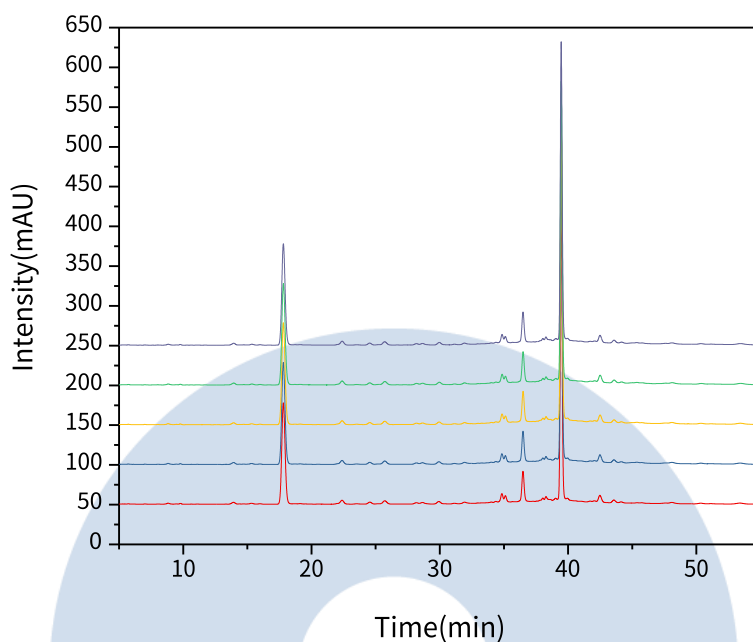
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 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



以单咖啡酰酒石酸计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	17.81	2343.40	127.24	21413	1.07
2	17.80	2359.97	128.07	21380	1.07
3	17.80	2363.64	128.09	21323	1.08
4	17.81	2355.13	127.33	21230	1.07
5	17.81	2350.05	127.44	21366	1.07

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

以菊苣酸计：

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	39.46	3965.44	375.28	328911	1.08
2	39.46	3992.26	377.00	327146	1.09
3	39.46	3993.07	376.94	326062	1.10
4	39.46	3982.01	374.98	325129	1.09
5	39.46	3968.58	374.65	326932	1.08

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

4. 结论

蒲公英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；含量测定项目中，菊苣酸理论塔板数皆大于300000，且5次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-HL 250 \times 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-87132) 可以满足蒲公英配方颗粒的分析要求。



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