

栀子配方颗粒

GLS-LC-0054

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 (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); 以乙腈为流动相A, 以0.4%磷酸溶液为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长: 0~23分钟为238nm, 23~40分钟为440nm。

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~10	8→15	92→85
10~15	15→20	85→80
15~20	20→25	80→75
20~40	25→30	75→70

2.2 溶液配制:

对照品溶液的制备: 取栀子苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1ml含30 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0.1g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加50%乙醇50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率250W, 频率50kHz) 20分钟, 放冷, 再称定重量, 用50%乙醇补足减失的重量, 摇匀,

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

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6个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的6个特征峰保留时间相对应，与栀子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：0.409

(峰1)、0.704 (峰2)、0.806 (峰3)、1.455 (峰5)、1.709 (峰6)。

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: 0.4%磷酸水溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~10	8→15	92→85
10~15	15→20	85→80
15~20	20→25	80→75
20~40	25→30	75→70

※完全符合标准

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30°C

检测波长: 0~23分钟为238nm, 23~40分钟为440nm

进样量: 10 μL

柱压: 8.5 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

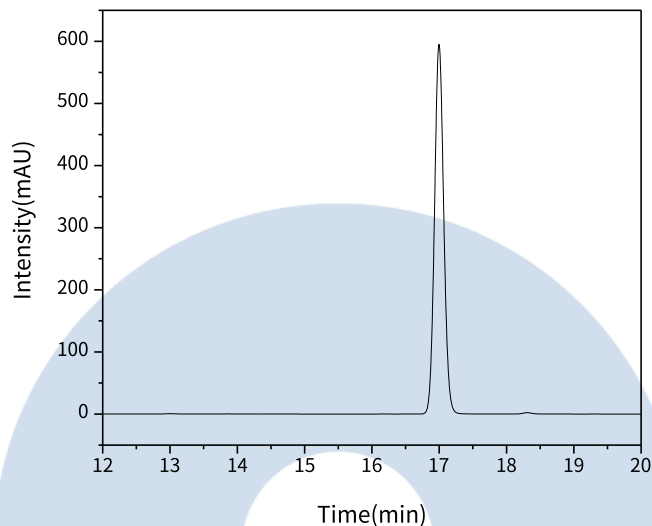
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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

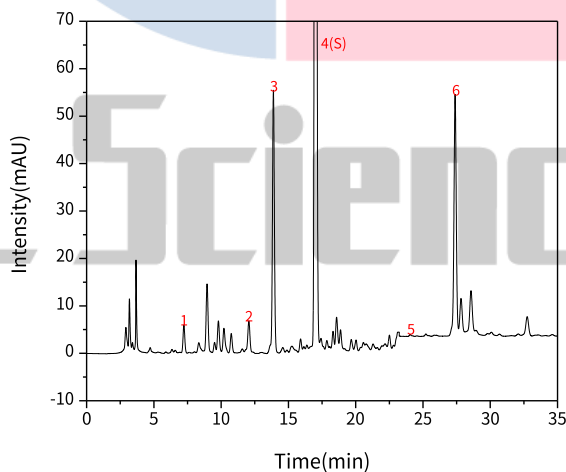
2.5 实验图谱

【分析结果】对照品谱图:



No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	栀子苷	17.00	5671.99	595.11	73579	1.06

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	RT/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	7.23	0.43	54.23	5.91	14031	1.04

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	特征峰2	12.06	0.71	79.16	6.65	27163	0.90
3	京尼平1-β-D 龙胆双糖苷	13.88	0.82	565.44	55.46	45976	1.03
4	栀子苷(S)	17.01	1.00	4200.27	442.82	74886	1.0
5	特征峰5	24.05	1.41	4.493	0.40	154502	1.00
6	西红花苷I	27.39	1.61	579.97	49.93	130784	1.02

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5μm）；以乙腈-水（15：85）为流动相；检测波长为238nm。

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取栀子苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含30μg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0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加50%乙醇50ml，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）20分钟，放冷，再称定重量，用50%乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求：理论板数按栀子苷峰计算应不低1500。

3.4 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：水

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

时间 (分钟)

流动相 A%

流动相 B%

0~35

15

85

※完全符合标准

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30°C

检测波长: 238nm

进样量: 10 μ L

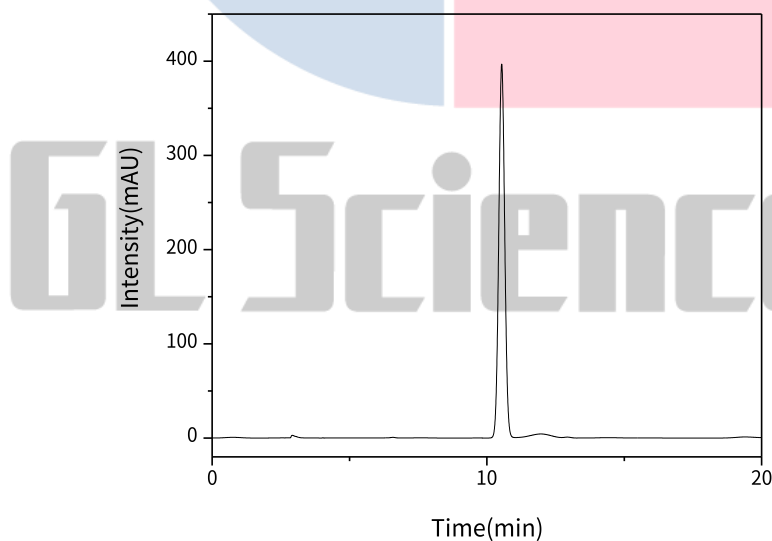
柱压: 8.6 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

3.5 实验谱图

【分析结果】对照品谱图:



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

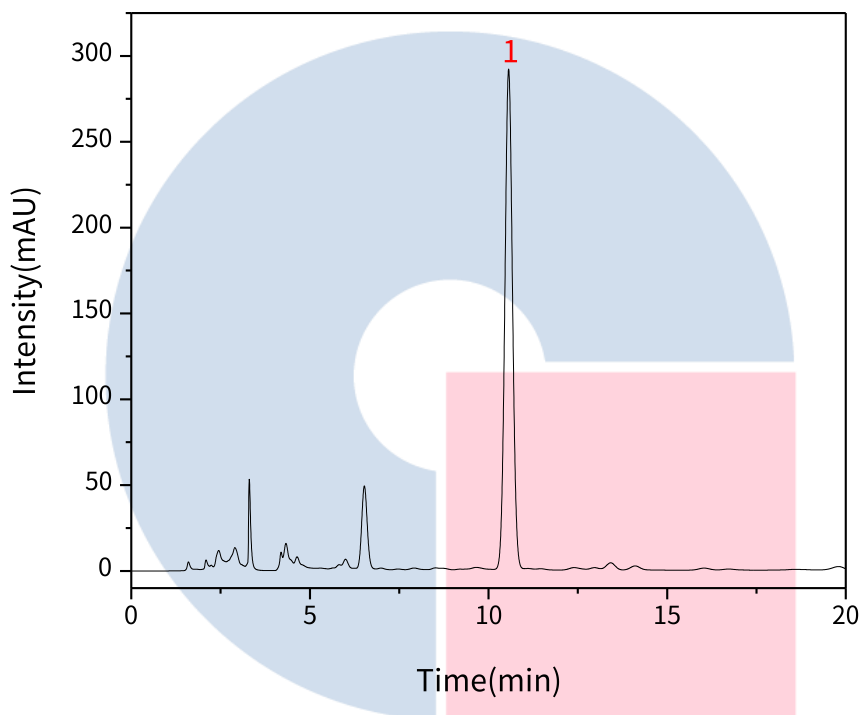
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	栀子苷	10.54	5971.61	396.71	11155	1.03	1.73

【分析结果】供试品图谱:



No	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	栀子苷(S)	10.56	4317.92	291.32	11551	1.03	2.07

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

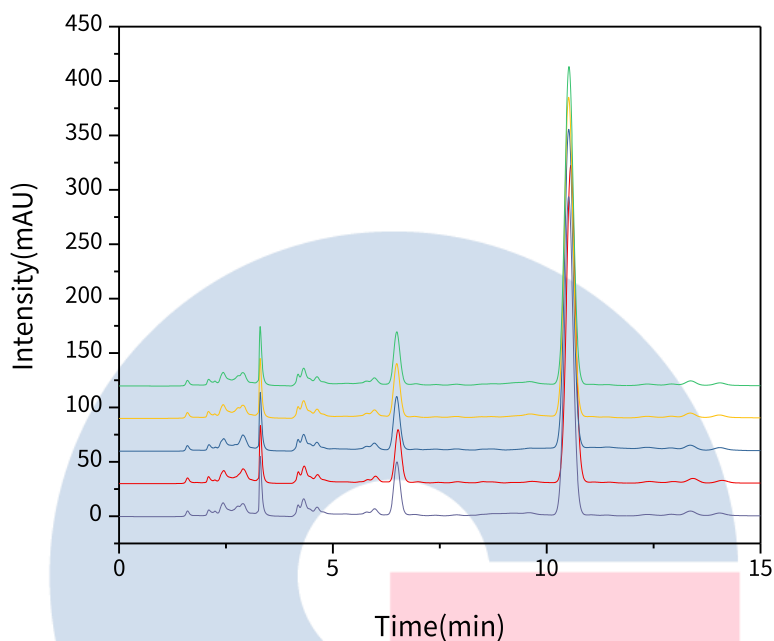
● 技尔应用技术中心

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

【分析结果】 重现性:



以栀子苷计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	10.56	4317.92	291.32	11551	1.03
2	10.52	4321.23	292.75	11538	1.03
3	10.51	4341.08	293.29	11454	1.03
4	10.52	4314.13	292.04	11517	1.03
5	10.51	4327.15	292.55	11470	1.03

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

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

4. 结论

栀子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，栀子苷理论塔板数皆大于 11000，且 5 次实验重复性良好。故 InertSustain AQ-C18 250 \times 4.6mm, 5 μ m (P/N:5020-89731) 可以满足栀子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