

## 桑枝配方颗粒

GLS-LC-0067

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：Inertsil ODS-P 250×4.6mm,5 $\mu$ m (P/N:5020-02002)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0602 13mm x 0.22 $\mu$ 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 $\mu$ m）；以乙腈为流动相A，以0.1%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为320nm。理论板数按桑皮苷A计算应不低于6000。

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	9	91
5~15	9→13	91→87
15~45	13→22	87→78
45~50	22→34	78→66
50~65	34→65	66→35

#### 2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取桑皮苷A对照品适量，加50%甲醇制成每1ml含桑皮苷A40 $\mu$ g的溶液，作为对照品参照物

### 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

溶液。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约0.2g，置具塞锥形瓶中，加50%甲醇25ml，密塞，超声处理（功率600W，频率42kHz）15分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液。

### 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，与桑皮苷A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±10%范围之内。规定值为：1.103（峰2）、1.367（峰3）、1.837（峰4）、2.672（峰5）、3.282（峰6）。

### 2.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-P 250 × 4.6mm,5μm (P/N:5020-02002)

流动相A：乙腈

流动相B：0.1%甲酸水溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~5	9	91
5~15	9→13	91→87
15~45	13→22	87→78
45~50	22→34	78→66
50~65	34→65	66→35

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

## 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

柱温: 40°C

检测波长: 320nm

进样量: 10  $\mu$ L

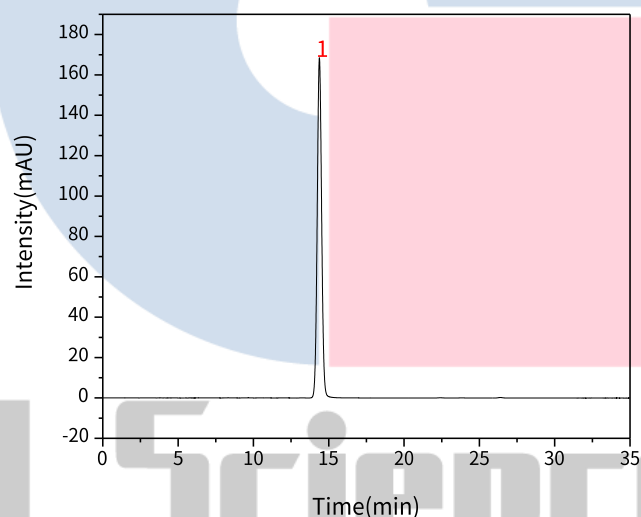
柱压: 9.3 MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

## 2.5 实验图谱

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	桑皮苷A	14.38	3409.06	168.29	11671	1.05

## 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

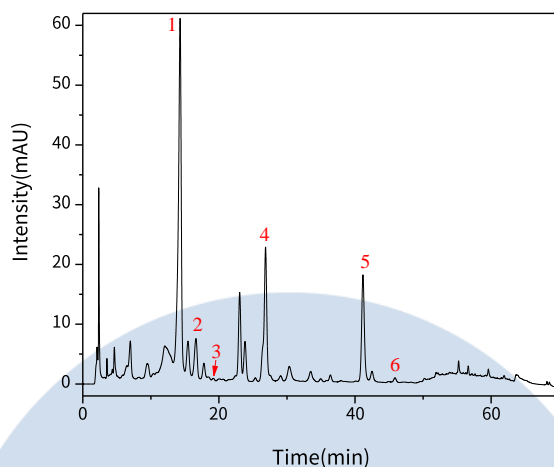
### ● 技尔应用技术中心

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	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	桑皮苷A	14.30	1.00	1755.60	59.01	6680	0.75
2	特征峰2	16.62	1.16	181.78	6.48	7572	0.82
3	特征峰3	19.17	1.34	3.15	0.20	33300	/
4	特征峰4	26.85	1.88	670.86	22.31	26715	0.83
5	特征峰5	41.16	2.88	488.16	17.73	53858	1.10
6	特征峰6	45.87	3.21	13.88	0.64	92742	/

### 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；以乙腈-0.1%磷酸溶液（11:89）为流动相；检测波长为324nm。

#### 3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取桑皮苷A对照品适量，精密称定，加50%甲醇制成每1ml含40 $\mu$ g的溶液，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

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50ml，称定重量，密塞，超声处理（功率600W，频率40kHz）15分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液即得。

3.3 系统适用性要求：峰理论塔板数按桑皮苷A峰计算应不低于3000。

### 3.4 实验条件

色谱柱：Inertsil ODS-P 250 × 4.6mm, 5 $\mu$ m (P/N:5020-02002)

流动相A：乙腈:0.1%磷酸水溶液=11:89

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：40 $^{\circ}$ C

检测波长：324nm

进样量：10  $\mu$ L

柱压：9.2 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

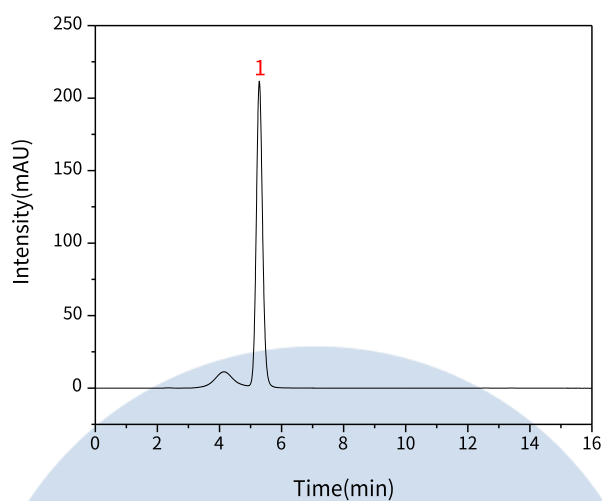
地址：上海市长宁区仙霞路317号  
远东国际广场A座902-903室  
电话：021-62782272

#### ● 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

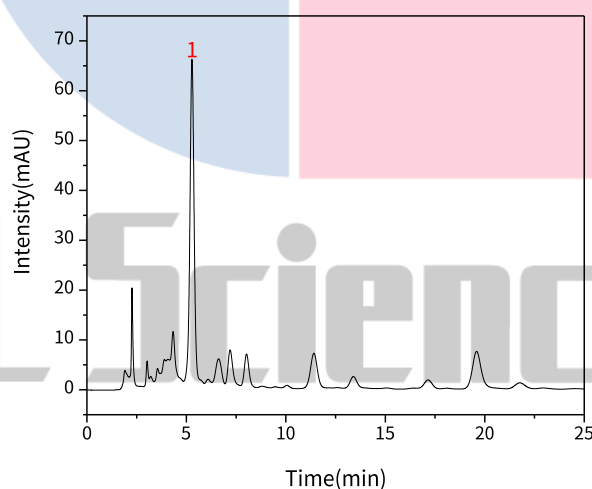
#### ● 成都分公司

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	桑皮苷A	5.28	2993.72	211.54	3335	1.09	1.54

【分析结果】供试品图谱：



NO.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	桑皮苷A	5.28	939.24	64.79	3278	0.99	3.05

**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

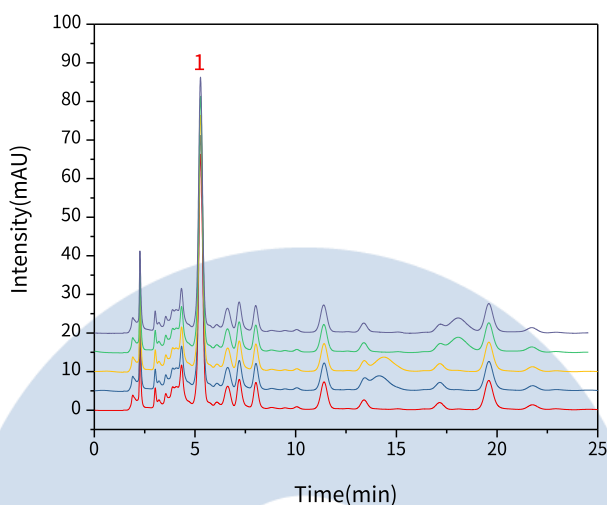
● 技尔应用技术中心

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:



以桑皮苷A计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	5.28	939.24	64.79	3278	0.99	3.05
2	5.28	938.02	64.76	3287	0.95	3.05
3	5.28	944.33	65.03	3277	0.99	3.05
4	5.28	937.21	64.88	3297	0.98	3.06
5	5.27	937.80	64.79	3271	0.99	3.03

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

#### 4. 结论

桑枝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，桑皮苷 A 峰理论塔板数皆大于 3000，且 5 次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-P 250  $\times$  4.6mm, 5 $\mu$ m P/N:5020-02002 可以满足桑枝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