

## 莱菔子配方颗粒

GLS-LC-0090

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-89731)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0602 13mm x 0.22μm 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: 特征图谱

#### 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, 粒径为5μm); 以乙腈为流动相A, 以0.1%磷酸溶液为流动相B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为225nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于5000。

#### 2.2 溶液配制:

对照品溶液的制备: 取芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6'-二芥子酰基蔗糖对照品适量, 加甲醇制成每1mL各含40mg的混合溶液, 作为对照品溶液。

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, 密塞, 称定重量, 超声处理(功率250W, 频率50kHz) 30分钟, 放冷, 再称定重量, 用50%甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 置棕色瓶中, 即得。

#### 2.3 系统适应性要求:

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, 其中峰4、峰6应分别与芥子碱硫氰酸盐对照品、3,6'-二芥子酰基蔗糖对照品参照物峰保留时间相对应。以3,6'-二芥子酰基蔗糖参照物峰相对应的峰为S峰, 计算峰5与S峰的相对保留时间, 其相对保留时间应在规定值的±10%范围之内, 规定值为: 0.89 (峰5)。

## 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

## 2.4 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: 0.1%磷酸水溶液

时间 (分钟)	流动相 A%	流动相 B%
0~10	2→3	98→97
10~17	3→10	97→90
17~20	10→12	90→88
20~45	12→15	88→85
45~70	15→30	85→70
70~75	30→55	70→45
75~77	55→2	45→98

※完全符合标准

流速: 1.0mL/min

柱温: 30°C

检测波长: 225nm

进样量: 5μL

柱压: 8.0MPa

仪器型号: Hitachi Primaide

检测器: UV

## 2.5 实验图谱

【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

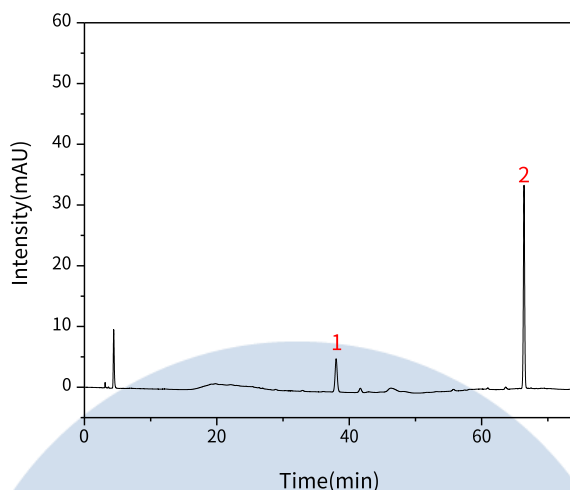
地址: 上海市长宁区仙霞路317号  
远东国际广场A座902-903室  
电话: 021-62782272

### ● 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

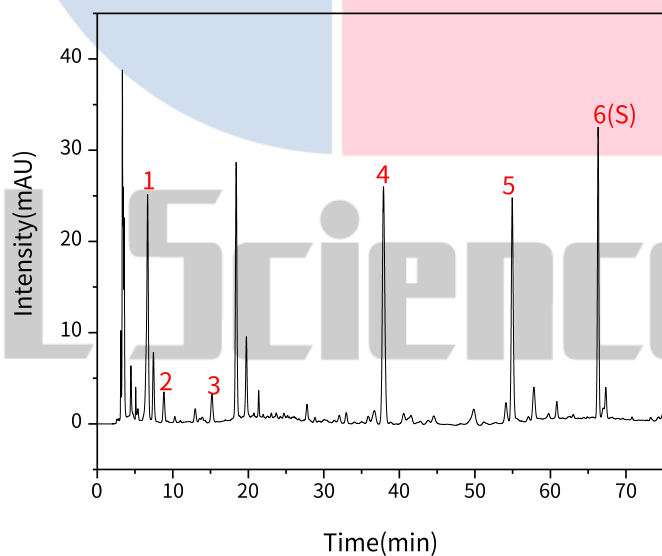
### ● 成都分公司

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
1	芥子碱硫氰酸盐	38.02	120.87	5.42	66604	1.03
2	3,6'-二芥子酰基蔗糖	66.40	443.55	334.40	591716	0.98

【分析结果】供试品谱图:



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	6.67	0.10	410.58	24.57	4889	0.79

**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	8.83	0.13	47.79	3.24	7898	1.02
3	特征峰3	15.18	0.23	53.62	3.10	17819	1.05
4	芥子碱硫氰酸盐	37.90	0.57	589.06	26.00	65297	1.11
5	特征峰5	54.94	0.83	435.20	24.33	222085	1.10
6	3,6'-二芥子酰基蔗糖	66.32	1.00	416.56	31.80	31804	0.99

### 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，粒径为 5 $\mu$ m）；以乙腈为流动相 A，0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；检测波长为 326nm。理论板数按芥子碱峰计算应不低于 5000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	11	89
28~30	11→45	89→55
30~35	45	55
35~37	45→11	55→89

#### 3.2 溶液配置

对照品溶液的制备：取芥子碱硫氰酸盐对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加甲醇制成每1mL含40 $\mu$ g的溶液，即得。

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，密塞，称定重量，超声处理（功率250W，频率50kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用50%甲醇补足减失的量，摇匀，滤过，取续滤液，置棕色瓶中，即得。

#### 3.3 实验条件

色谱柱：InertSustain AQ-C18 250 $\times$ 4.6mm,5 $\mu$ m (P/N:5020-89731)

流动相A：乙腈

流动相B：0.1%磷酸水溶液

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~28	11	89

## 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

28~30

11→45

89→55

30~35

45

55

35~37

45→11

55→89

※符合标准要求

流速: 1.0mL/min

柱温: 30°C

检测波长: 326nm

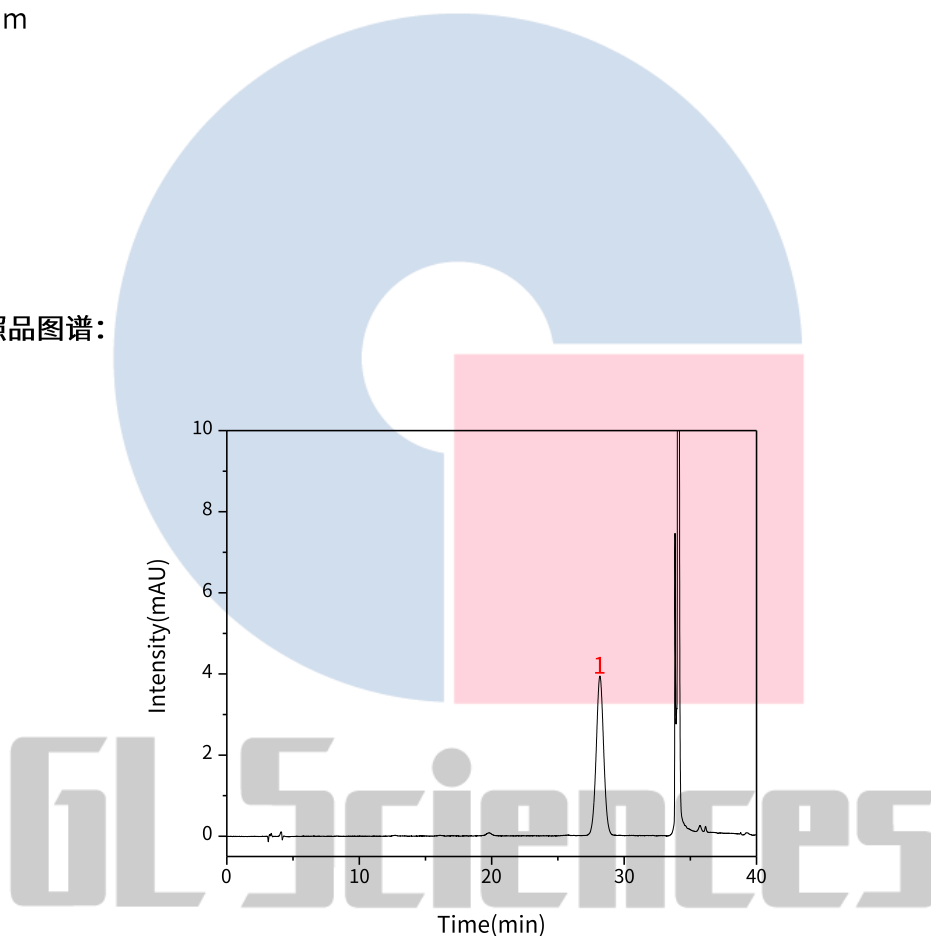
进样量: 5 $\mu$ L

柱压: 8.5MPa

检测器: UV

### 3.4 实验图谱

【分析结果】对照品图谱:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	芥子碱硫氰酸盐	28.17	143.25	3.84	12789	1.02

【分析结果】供试品图谱:

## 技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

### ● 上海总公司

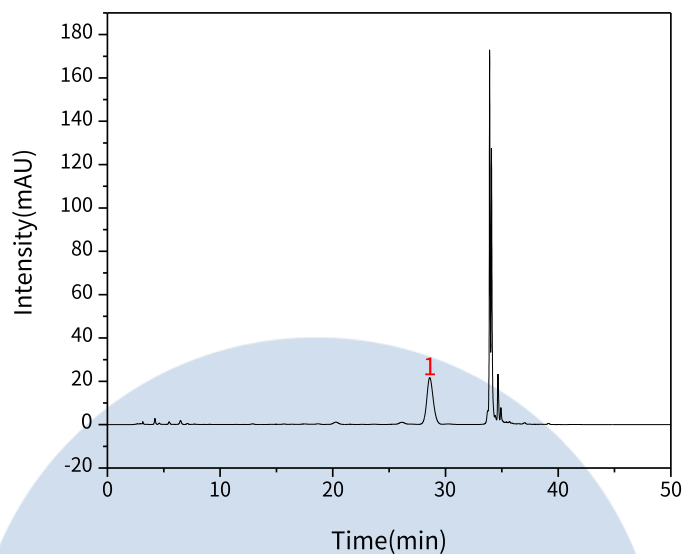
地址: 上海市长宁区仙霞路317号  
远东国际广场A座902-903室  
电话: 021-62782272

### ● 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

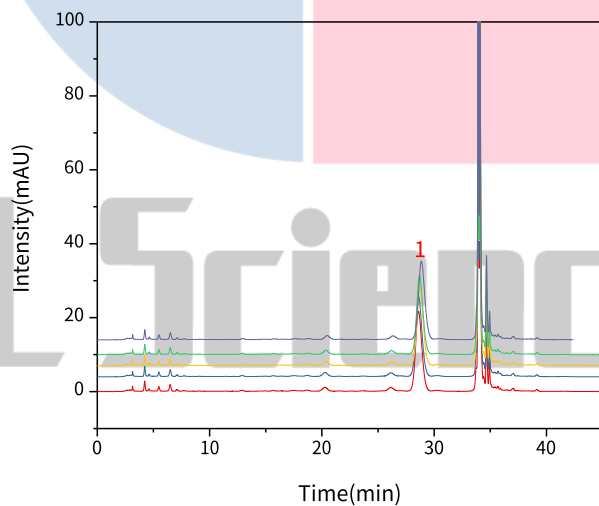
### ● 成都分公司

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
1	芥子碱硫氰酸盐	28.60	852.80	21.59	12284	1.11

【分析结果】重现性:



以芥子碱硫氰酸盐峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	28.60	852.80	21.59	12284	1.11

**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	28.61	840.40	21.39	12315	1.12
3	28.72	846.28	21.36	12254	1.11
4	28.70	838.69	21.24	12259	1.12
5	28.79	842.56	21.10	12193	1.11

※此实验根据国家药品标准进行，无改动。

#### 4. 结论

莱菔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±10%之内，芥子碱硫氰酸盐理论塔板数大于 65000。含量测定项目中，芥子碱硫氰酸盐理论塔板数皆大于 12000，且 5 次实验重复性良好。故 InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5 $\mu$ m (P/N:5020-89731) 可以满足莱菔子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