

苦杏仁(西伯利亚杏)配方颗粒

GLS-LC-0110

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱:Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-87132)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0602 13mmx0.22μm Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 1.5mL透明瓶带刻度+GLS0143红膜白胶垫片)

2. 检测项目:特征图谱

2.1 标准内容:参考中药配方颗粒国家药品标准

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-0.1%磷酸溶液(6:94)为流动相;柱温为20~25°C;检测波长为207nm。

2.2 溶液配制:

对照品溶液的制备:取苦杏仁苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1mL含50μg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25mL,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,取出,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟4000转以上)10分钟,精密量取上清液2mL,置25mL量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,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,与苦杏仁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±10%范围之内。规定值为:0.50(峰2)、0.71(峰3)、0.94(峰4)。计算峰1、峰4与S峰的相对峰面积,其相对峰面积应在规定范围内,规定范围为:峰1不得低于0.080,峰4为0.40~1.50。

2.4 实验条件

色谱柱:Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-87132)

流动相:乙腈-0.1%磷酸=6:94

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319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

流速:1.0mL/min

柱温:25°C

检测波长:207nm

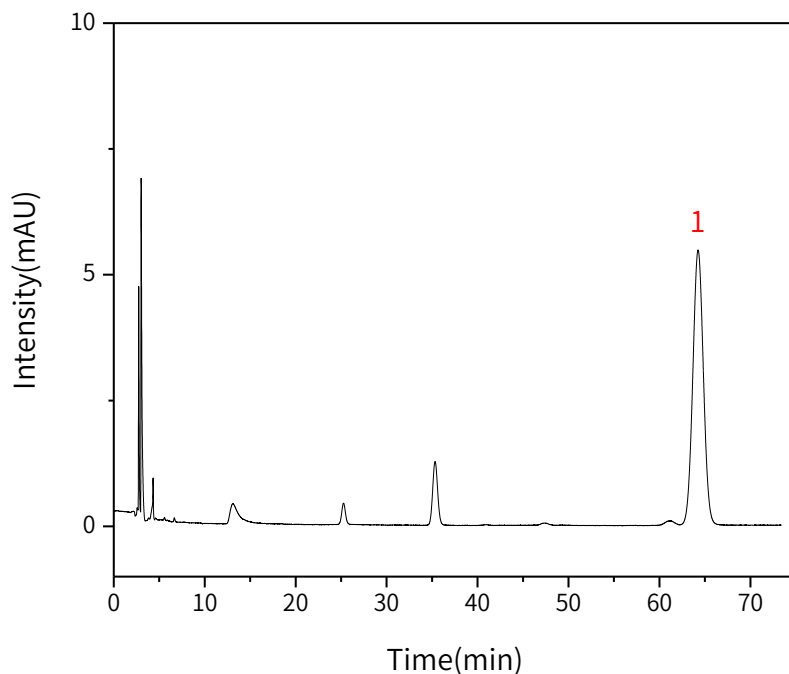
进样量:10 μ L

压力:9.7MPa

检测器:UV

2.5 实验图谱

【分析结果】对照品溶液图谱:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	苦杏仁苷	64.25	375.65	5.10	15989	1.02

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

● 上海总公司

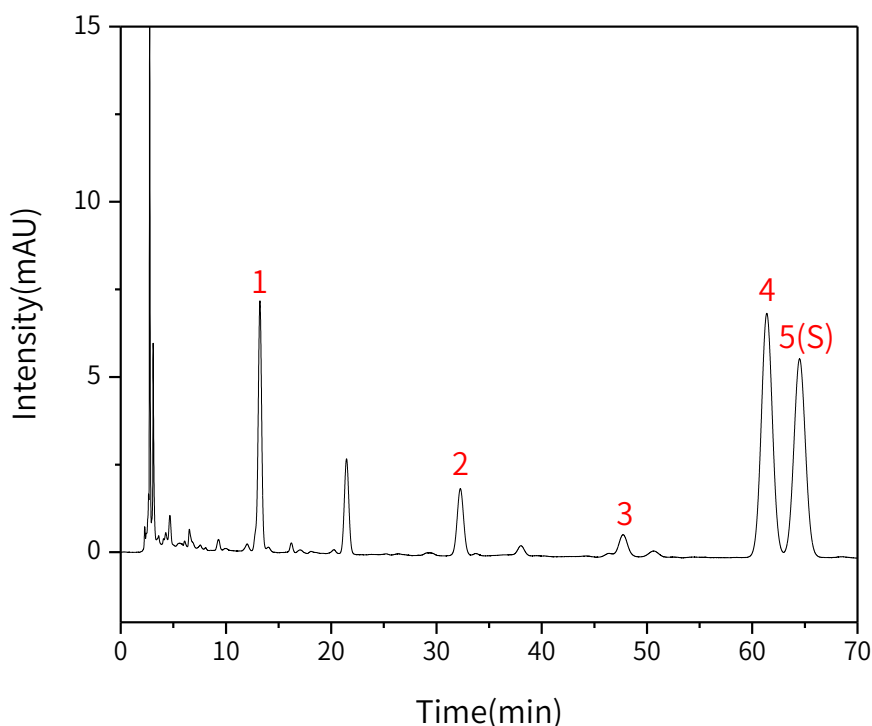
地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 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】供试品溶液图谱:


No.	Name	Rt/min	RRT	Area	RPA	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	12.82	0.20	161.89	0.42	6.50	5998	0.95
2	特征峰2	31.80	0.50	62.84	0.16	1.66	14444	1.02
3	特征峰3	47.37	0.74	7.92	0.02	0.26	43438	0.99
4	L-苦杏仁苷	61.02	0.95	460.07	1.20	6.62	16479	1.03
5	苦杏仁苷(S)	64.14	1.00	383.05	1.00	5.32	16785	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319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,粒径为5 μ m);以乙腈-0.1%磷酸溶液(6:94)为流动相;柱温为20~25 $^{\circ}$ C;检测波长为207nm。

系统适用性要求:理论塔板数按苦杏仁苷峰计算应不低于7000。

3.2 溶液配制:

对照品溶液的制备:取苦杏仁苷对照品适量,精密称定,加50%甲醇制成每1mL含50 μ g的溶液,即得。

供试品溶液的制备:取本品适量,研细,取约0.2g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入50%甲醇25mL,称定重量,超声处理(功率250W,频率40kHz)30分钟,取出,放冷,再称定重量,用50%甲醇补足减失的重量,摇匀,离心(转速为每分钟4000转以上)10分钟,精密量取上清液2mL,置25mL量瓶中,加50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

3.3 实验条件

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

流动相:乙腈-0.1%磷酸=6:94

流速:1.0 mL/min

柱温:25 $^{\circ}$ C

检测波长:207 nm

进样量:10 μ L

柱压:9.7 MPa

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319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

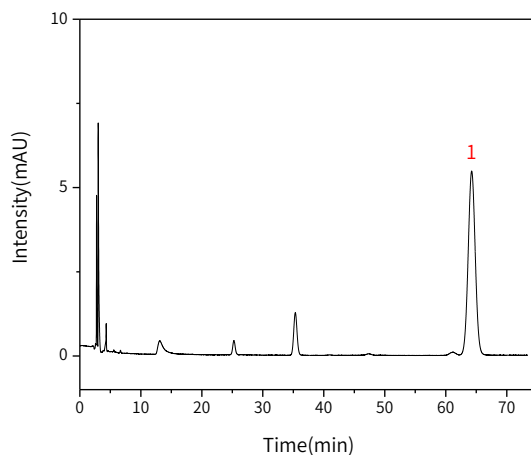
地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

● 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

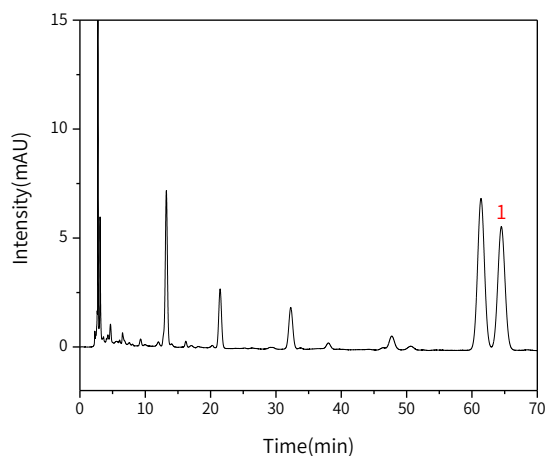
3.4 实验图谱

【分析结果】对照品溶液图谱:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	苦杏仁苷	64.25	375.65	5.10	15989	1.02

【分析结果】供试品溶液图谱:



NO.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	苦杏仁苷	64.14	383.05	5.32	16785	1.02	1.62

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

● 上海总公司

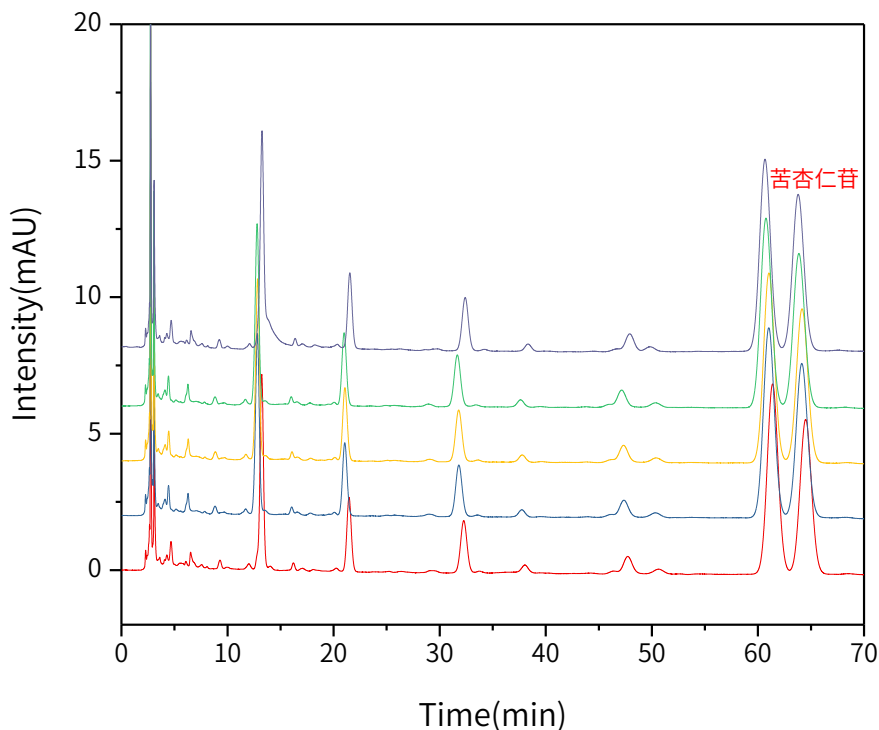
地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 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:

以苦杏仁苷峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	64.14	383.05	5.32	16785	1.02	1.62
2	64.16	383.33	5.31	16695	1.02	1.63
3	63.97	381.43	5.31	16717	1.02	1.63
4	64.30	381.64	5.32	17118	1.02	1.62
5	64.27	381.51	5.40	17572	1.02	1.65

※此实验完全符合国家药品标准要求。

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319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

苦杏仁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；峰 1、峰 4 与 S 峰的相对峰面积也在规定范围内。含量测定项目中，苦杏仁苷峰的理论塔板数皆大于 16000，且 5 次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-HL 250×4.6mm, 5μm (P/N:5020-87132) 可以满足苦杏仁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319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