

防己配方颗粒

GLS-LC-0065

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 (GLS0604 13mm x 0.22μm Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

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5μm）；以乙腈为流动相A，以0.2%磷酸溶液（含0.4%三乙胺）为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；柱温为25℃；检测波长为282nm。理论板数按防己诺林碱峰计算应不低于4000。

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~30	10→20	10→20
30~70	20	80

2.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取防己诺林碱对照品、粉防己碱对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每1ml含防己诺林碱0.05mg、粉防己碱0.1mg的溶液，作为对照品参照物溶液。

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0.5g，置具塞锥形瓶中，加水25ml，密赛，超声处理（功率600W，频率40kHz）20分钟，放冷，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4个特征峰，并应与对照药材参照物色谱中的4个特征峰保留时间相对应，其中2个峰分别与相应的对照品参照物峰相对应，与防己诺林碱参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰2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：0.432（峰1）、0.695（峰2）。

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：0.2%磷酸水溶液（含0.4%三乙胺）

时间（分钟）	流动相 A%	流动相 B%
0~30	10→20	90→80
30~70	20	80

※完全符合标准

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

检测波长：282nm

进样量：10 μL

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

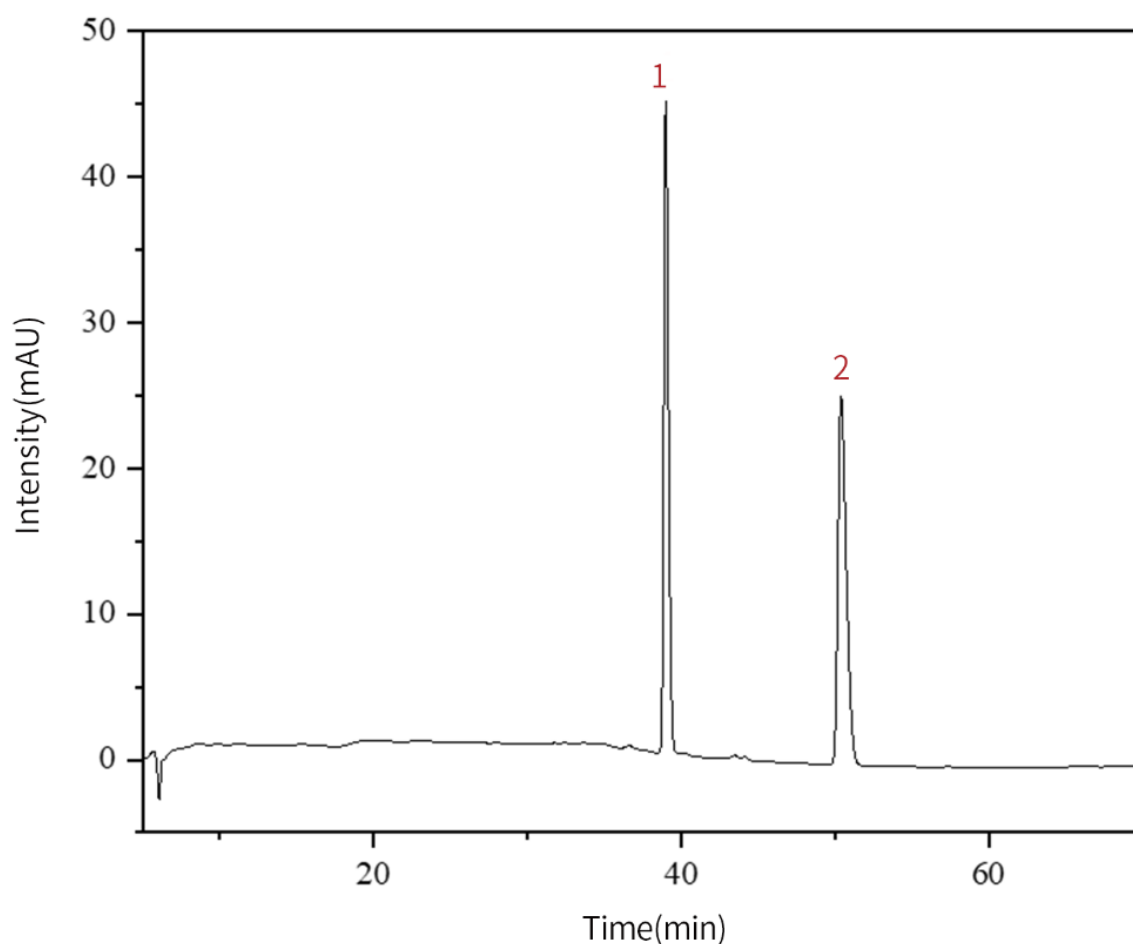
柱压: 10.1 MPa

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:



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	防己诺林碱	38.99	935.01	44.69	79282	1.28

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



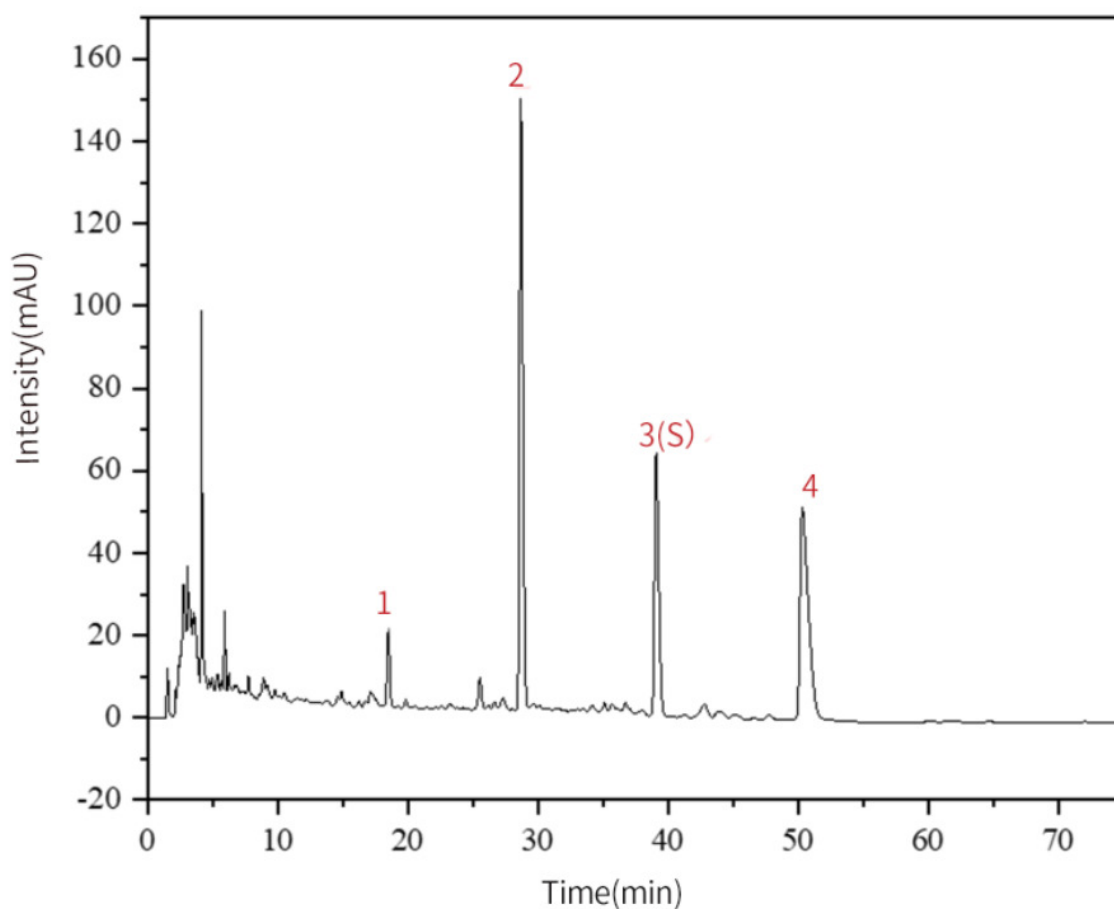
邮箱: contact@glsciences.com.cn

官方网站: www.glsciences.com.cn

服务热线: 400-089-1889

2	粉防己碱	50.38	951.16	25.33	41208	1.44
---	------	-------	--------	-------	-------	------

【分析结果】供试品谱图：



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Symmetry
1	特征峰1	18.50	0.47	265.62	18.84	38119	1.02
2	特征峰2	28.67	0.73	2670.51	148.12	56498	1.39

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	特征峰3	39.08	1.00	1388.46	62.99	70241	1.37
4	特征峰4	50.32	1.29	2123.73	50.47	29903	1.94

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-甲醇-0.03mol/L 磷酸二氢钠水溶液-三乙胺（40：30：30：0.1）为流动相；检测波长为282nm。理论塔板数按粉防己碱峰计算应不低于4000。

3.2 溶液配制

对照品溶液的制备：取粉防己碱、防己诺林碱对照品适量，精密称定，精密称定，加甲醇分别制成每1ml含粉防己碱0.1mg、防己诺林碱0.05mg的混合溶液，即得。

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，精密加入70%甲醇25ml，称定重量，加热回流30分钟，放冷，再称定重量，用70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

3.3 系统适用性要求：峰理论塔板数按粉防己碱峰计算应不低于4000。

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：甲醇：0.03mol/L磷酸二氢钠水溶液：三乙胺=40：30：30：0.1

※完全符合标准

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

流速：1.0 mL/min

柱温：30°C

检测波长：282 nm

进样量：10 μ L

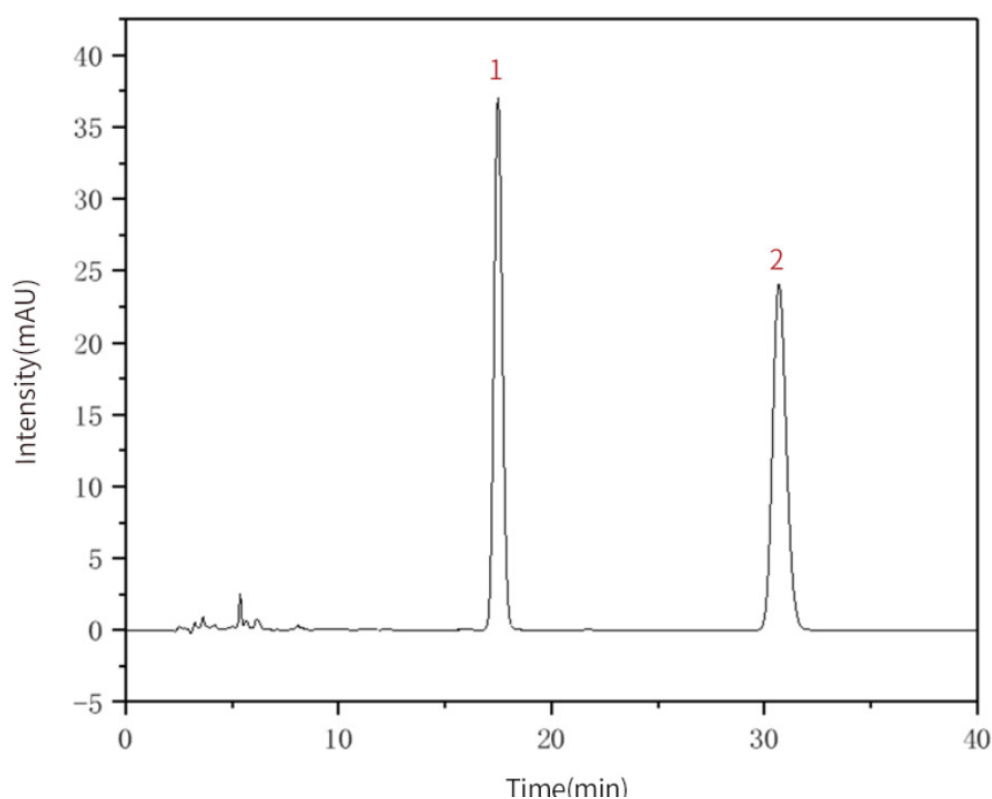
柱压：7.9 MPa

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

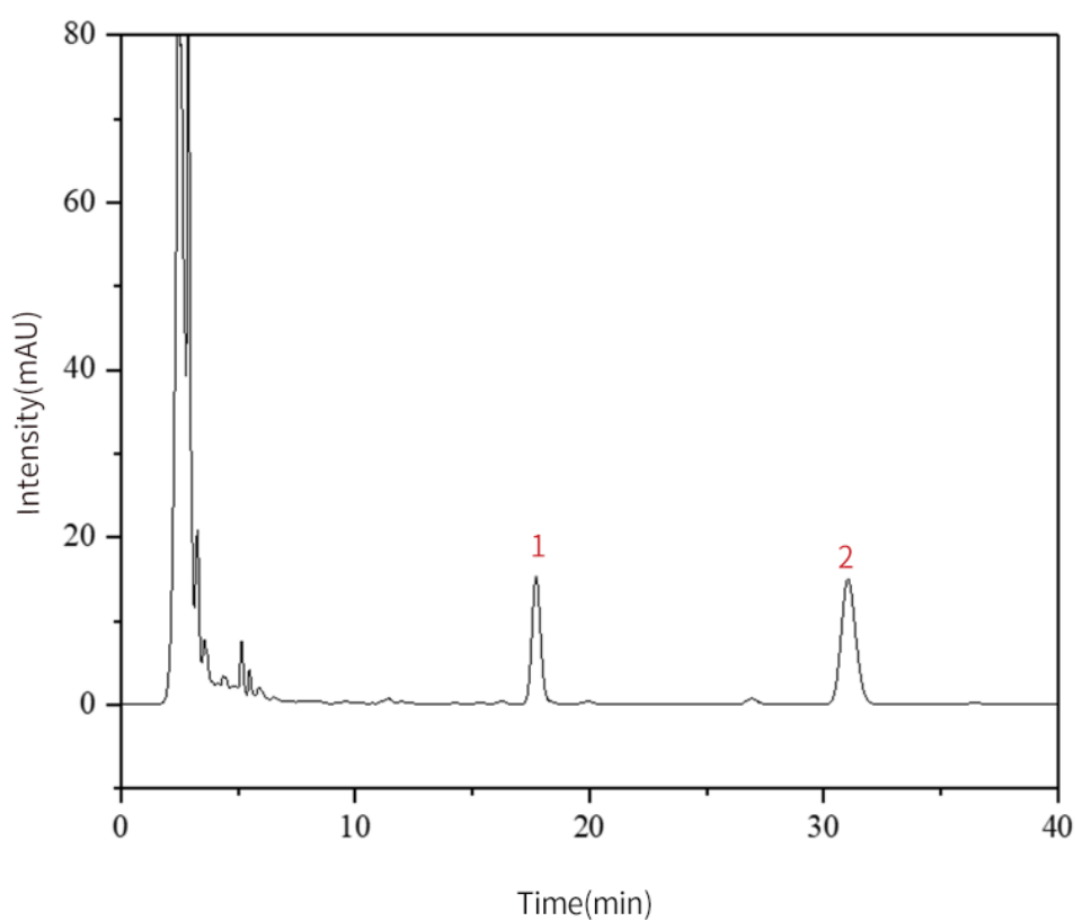
地址：上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话：021-64260228

● 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
1	防己诺林碱	17.49	1010.50	36.94	9217	1.06
2	粉防己碱	30.68	1071.41	239.89	10622	1.12

【分析结果】供试品图谱：



NO.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	防己诺林碱	17.67	384.36	15.10	10763	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

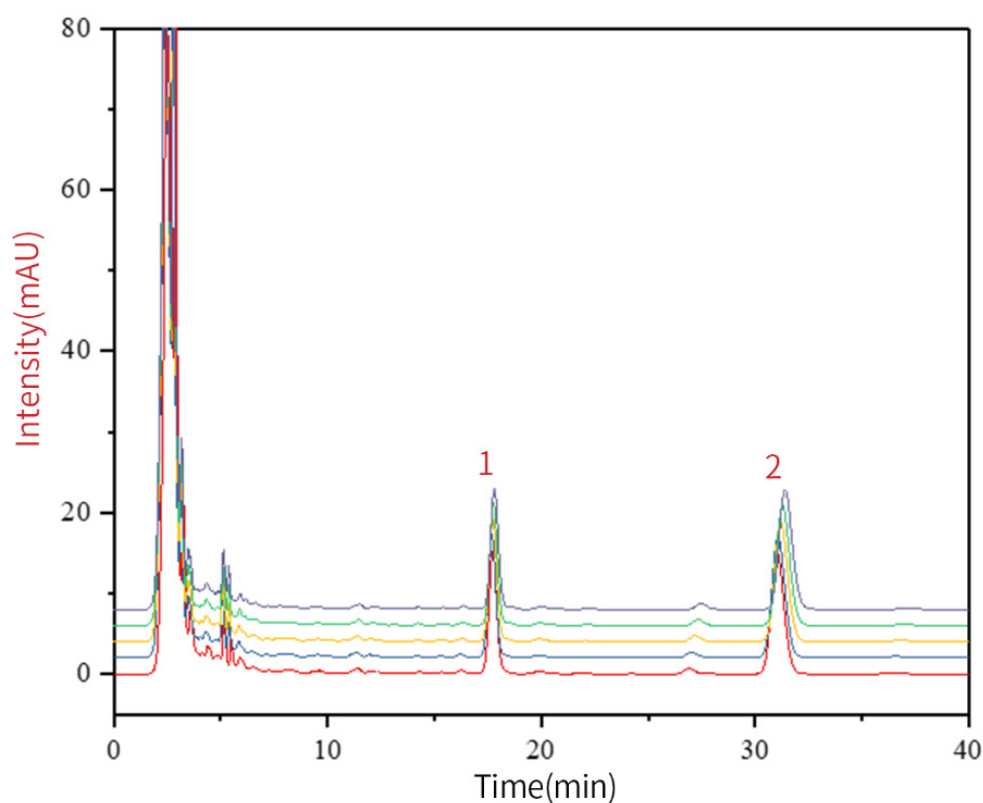
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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

2	粉防己碱	30.93	650.09	14.99	11536	1.10
---	------	-------	--------	-------	-------	------

【分析结果】重现性：



以防己诺林碱计：

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.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	17.67	384.36	15.10	10763	1.05
2	17.68	385.79	15.07	10745	1.05
3	17.72	383.91	14.94	10675	1.05
4	17.75	386.48	14.97	10663	1.06
5	17.78	386.78	14.94	10644	1.06

以粉防己碱计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	31.05	650.09	15.00	11536	1.10
2	31.07	642.89	14.87	11655	1.10
3	31.11	644.51	14.82	11627	1.10
4	31.19	642.62	14.76	11589	1.11
5	31.23	643.66	14.74	11625	1.11

※此实验根据国家药品标准进行,无改动。

4. 结论

桑叶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,粉防己碱峰理论塔板数皆大于11000,且5次实验重复性良好。故 InerSutain AQ-C18

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

250 × 4.6mm, 5 μ m P/N:5020-89731 可以满足防己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