

中药配方颗粒检测 解决方案

目录

第 1 章	前言.....	4
第 2 章	苦杏仁配方颗粒.....	6
2.1	仪器设备与试剂.....	6
2.2	实验方法.....	7
2.3	实验结果.....	7
第 3 章	枇杷叶配方颗粒.....	10
3.1	仪器设备与试剂.....	10
3.2	实验方法.....	10
3.3	实验结果.....	11
3.4	结论.....	12
第 4 章	烫骨碎补配方颗粒.....	13
4.1	仪器设备与试剂.....	13
4.2	实验方法.....	13
4.3	实验结果.....	14
4.4	实验结果.....	15
第 5 章	桃仁配方颗粒.....	16
5.1	仪器设备与试剂.....	16
5.2	实验方法.....	16
5.3	实验结果.....	17
5.4	结论.....	18
第 6 章	鱼腥草配方颗粒.....	19
6.1	仪器设备与试剂.....	19
6.2	实验方法.....	19
6.3	实验结果.....	20
6.4	结论.....	21
第 7 章	枳实配方颗粒.....	22
7.2	仪器设备与试剂.....	22
7.2	实验方法.....	22
7.3	实验结果.....	23
7.4	结论.....	24
第 8 章	香橼配方颗粒.....	25
8.1	仪器设备与试剂.....	25
8.2	特征图谱实验.....	25
8.3	样品含量实验.....	27
8.4	结论.....	28
第 9 章	赤芍配方颗粒.....	29

9.1	仪器设备与试剂.....	29
9.2	实验方法.....	29
9.3	实验结果.....	30
9.4	结论.....	32
第 10 章	骨碎补配方颗粒.....	32
10.1	仪器设备与试剂.....	32
10.2	实验方法.....	33
10.3	实验结果.....	34
10.4	结论.....	36
第 11 章	黄柏配方颗粒.....	36
11.1	仪器设备与试剂.....	36
11.2	实验方法.....	37
11.3	实验结果.....	38
11.4	结论.....	39
第 12 章	黄连配方颗粒.....	39
12.1	仪器设备与试剂.....	39
12.2	实验方法.....	40
12.3	实验结果.....	41
12.4	样品含量实验.....	43
12.5	结论.....	44
第 13 章	桑叶配方颗粒.....	44
13.1	仪器设备与试剂.....	44
13.2	实验方法.....	45
13.3	实验结果.....	46
13.4	结论.....	47
第 14 章	香附配方颗粒.....	48
14.1	仪器设备与试剂.....	48
14.2	实验方法.....	48
14.3	实验结果.....	49
14.4	结论.....	51

第1章 前言

中药是我国的国宝，是中医用于治疗疾病的主要武器，而汤药是中药最常用的剂型。传统中药汤剂对煎药用具，煎药用水以及火候、时间等有严格的要求。随着社会的发展，中药汤剂已不能满足现代人快节奏的生活方式，因此中药配方颗粒应运而生。

1.1 什么是中药配方颗粒

中药配方颗粒是由单味中药饮片经提取、分离、浓缩、干燥、制粒而成的颗粒，在中医理论指导下，按照中医临床处方调配后，供患者冲服使用。

1.2 中药配方颗粒的特点

- 1) 能够替代传统饮片供中医师临床辨证施治;
- 2) 不需要煎煮，临用时温开水配成冲剂;
- 3) 小剂量精细包装，冲服浓度可自行调解，服用剂量小;
- 4) 单位药物重量轻，体积小，储存和运输方便;
- 5) 复合铝箔包装，携带、保存方便;
- 6) 安全卫生、防潮防蛀、保质期长;
- 7) 药品名称印刷清晰，配方清洁卫生，有利于加强中药管理。

2、安全

- 1) 原材料是经过严格质量控制的、炮制过的传统中药饮片;
- 2) 经现代化制药技术提取、分离、浓缩、干燥、制粒、包装而成;
- 3) 规格统一、标准一致，疗效确切、稳定。

3、有效

- 1) 与传统饮片具有相同的有效成份、性味归经、主治功效;
- 2) 单位质量有效成份比传统饮片高若干倍;
- 3) 药性强，药效高，作用迅速。

1.3 国家对中药配方颗粒的要求

2021年2月，国家药品监督管理局发布的《中药配方颗粒质量控制与标准制定技

术要求》开始实施，要求中药配方颗粒必须需要满足以下要求。

1) 具备汤剂的基本属性

中药配方颗粒的制备，除成型工艺外，其余应与传统汤剂基本一致，即以水为溶媒加热提取，采用以物理的方法进行固液分离、浓缩、干燥、颗粒成型等工艺生产。

2) 符合颗粒剂通则有关要求

中药配方颗粒应符合《中国药典》现行版制剂通则颗粒剂项下的有关规定。根据各品种的性质，可使用颗粒成型必要的辅料，辅料用量以最少化为原则。

3) 符合品种适用性原则

对于部分自然属性不适宜制成中药配方颗粒的品种，原则上不应制备成重要配方颗粒。

中药配方颗粒数量众多，考虑到中药品种和有效成分的复杂性，仅凭某个有效成分的含量高低，不足以辨别药物真假优劣。所以测定的成分越多，越有利于控制中药制剂的内在质量。因此通过中药配方颗粒产品专属的“特征图谱”，控制中药配方颗粒的整体质量。

2020 版药典新增了 160 种配方颗粒，依利特使用新品液相 EClassical3200 高效液相色谱仪匹配自产的液相色谱柱，对部分配方颗粒的特征图谱做验证实验。

第2章 苦杏仁配方颗粒

2.1 仪器设备与试剂

表2-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站(基础版)	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5 μ m4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31113059
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表2-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	磷酸	分析纯
4	去离子水	18.2M Ω

表2-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL)、具塞锥形瓶(250mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、滤膜等若干。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

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。

2.2.2 参照物溶液制备

取苦杏仁对照药材 0.5g，加入 50mL 沸水中，煎煮 30 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取(含量测定)项下的对照品溶液，作为对照品参照物溶液。

2.2.3 色谱条件

流动相：乙腈：0.1%磷酸溶液=6：94

色谱柱：Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm 色谱柱

流速：1.0mL/min

检测波长：207nm

进样量：10 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

2.3 实验结果

2.3.1 特征图谱

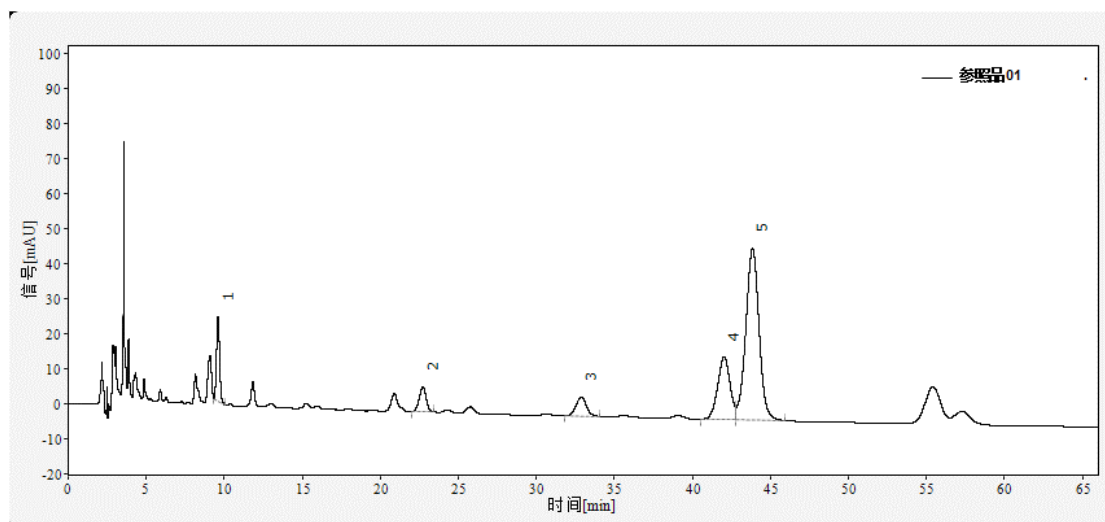


图2-1 苦杏仁配方颗粒特征图谱

表 2-4 系统适用性色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰高[mAU]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子
1	9.599	23.987	331.419	11224	1.175
2	22.727	7.187	223.209	12386	0.984
3	32.891	5.573	256.088	12418	1.041
4	42.036	17.946	1157.982	13272	0.903
5	43.856	49.078	2891.497	13239	0.986

表 2-5 系统适用性结果

峰号	保留时间	相对保留时间	规定值	相对差%	结果
峰 1	9.599	0.22	/	/	合格
峰 2	22.727	0.52	0.50	3.6	
峰 3	32.891	0.75	0.71	5.6	
峰 4	42.036	0.96	0.95	0.9	
S 峰	43.856	1.00	/	/	

表 2-6 峰面积结果

峰号	峰面积	相对峰面积	规定值	结果
峰 1	331.419	0.11	>0.08	合格
峰 2	223.209	0.08	/	

峰 3	256.088	0.09	/	
峰 4	1157.982	0.40	0.4-1.5	
S 峰	2891.497	1.00	/	

由此可见，使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18，测得的苦杏仁配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第3章 枇杷叶配方颗粒

3.1 仪器设备与试剂

表3-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站(基础版)	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5 μ m4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31113059
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表3-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	磷酸	分析纯
4	去离子水	18.2M Ω

表3-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

3.2 实验方法

3.2.1 样品前处理

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,

密塞，称定重量，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）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，即得。

3.2.2 参照物溶液制备

取枇杷叶对照药材 0.4g，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 10mL，密塞，超声处理（功率 600W 频率 40KHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。

另取绿原酸对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1mL 各含 30 μ g 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

3.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.4%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱：Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：300nm

进样量：10 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	5	95
5~35	5-22	95 $\rightarrow$ 78
35~40	22-5	78 $\rightarrow$ 95

3.3 实验结果

3.3.1 特征图谱

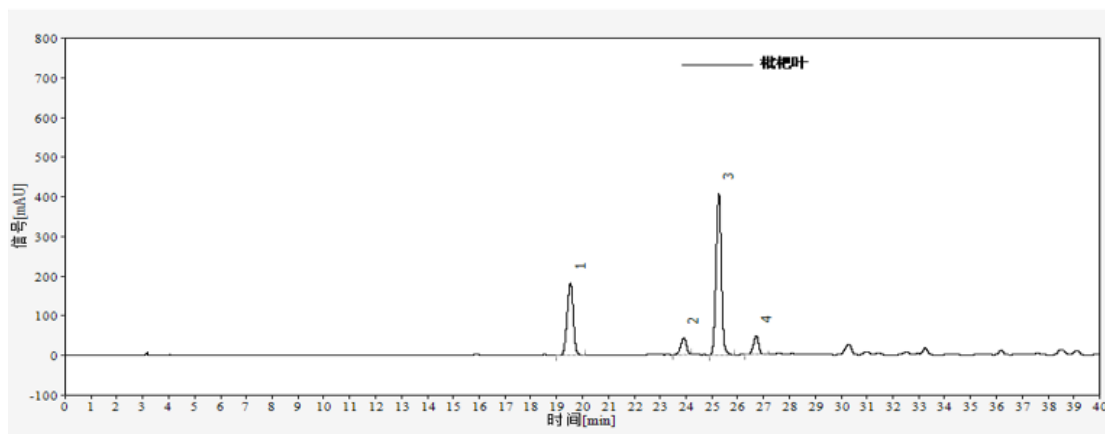


图3-1 枇杷叶颗粒特征图谱

表 3-4 系统适用性色谱参数表

峰号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	19.537	3005.480	31712	0.95	64.8
2	23.923	627.138	56653	0.85	10.4
3	25.277	5805.191	72092	0.98	3.5
4	26.723	692.318	79382	0.90	3.8

表 3-5 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	测量值	规定值	相对差 (%)	结果
峰 1	19.537	0.772	0.742	4.04	合格
峰 2	23.923	0.946	0.939	0.74	
S 峰	25.277	1.00	/	/	
峰 4	26.723	1.057	1.061	-0.37	

3.4 结论

由此可见，使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18 色谱柱，测得的枇杷叶配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第4章 烫骨碎补配方颗粒

4.1 仪器设备与试剂

表4-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站(基础版)	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	SinoPak BEH AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31111393
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

3 注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表4-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	甲酸	分析纯
4	去离子水	18.2M Ω

表4-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

4.2 实验方法

4.2.1 样品前处理

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 600W，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，滤过，取续滤液，即得。

4.2.2 参照物溶液制备

取烫骨碎补对照饮片约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 50mL，密塞，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照饮片参照物溶液。另取原儿茶酸对照品、柚皮苷对照品适量，加甲醇制成每 1mL 各含原儿茶酸 30μg、柚皮苷 60μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

4.2.3 色谱条件

流动相： 流动相 A： 乙腈，

流动相 B： 0.8%甲酸，梯度洗脱

色谱柱： SinoPak BEH AQ-C18 5μm 4.6×250 mm

流速： 1.0mL/min

进样量： 20μL

检测波长： 260nm

柱温： 40℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~7	6	94
7~12	6→11	94→89
12~14	11	89
14~45	11→27	89→73

4.3 实验结果

4.3.1 特征图谱

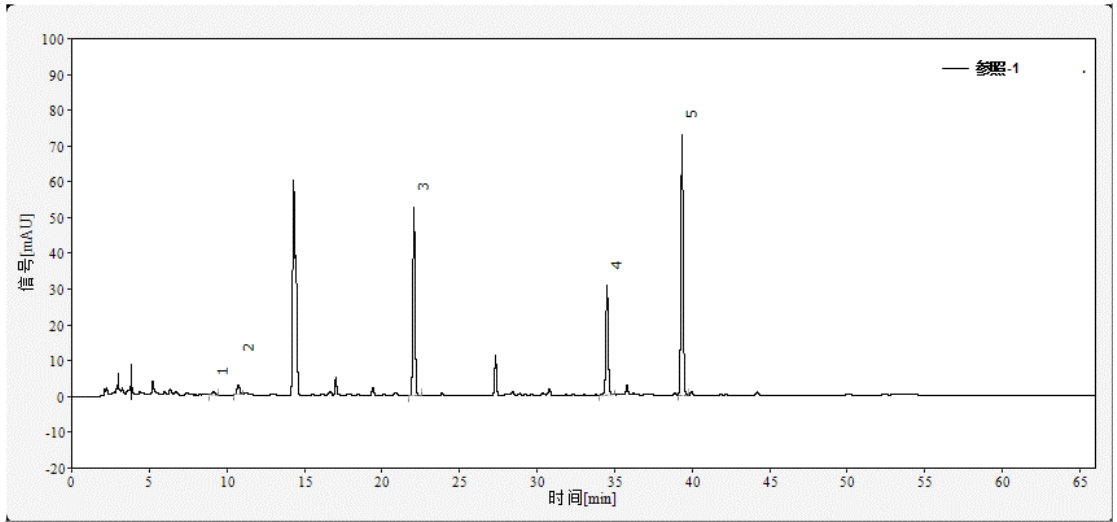


图4-1 烫骨碎补配方颗粒特征图谱

表 4-4 系统适用性色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	9.13	12.09	9557	0.951	/
2	10.74	35.48	14971	1.105	4.4
3	22.07	506.66	121343	1.039	10.6
4	34.52	321.22	263525	1.022	30.1
5	39.35	728.31	353611	1.029	18.1

表 4-5 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	测量值	规定值	相对差（%）	结果
峰 1	9.13	0.85	0.793	7.2	合格
S1 峰	10.74	1	/	/	
峰 3	22.07	0.561	0.577	-2.80	
峰 4	34.52	0.877	0.876	0.11	
S2 峰	39.35	1	/	/	

4.4 实验结果

由此可见，使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 SinoPak BEH AQ-C18 色谱柱，测得的烫骨碎补配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第5章 桃仁配方颗粒

5.1 仪器设备与试剂

表5-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	SinoChrom ODS-BP 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31110006
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表5-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	磷酸	分析纯
4	去离子水	18.2M Ω

表5-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

5.2 实验方法

5.2.1 参照物溶液的制备

取桃仁对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入水 25mL，沸水浴 30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取苦杏仁苷对照品，加 70%甲醇制成 1mg/mL

的苦杏仁苷溶液，作为对照品参照物溶液。

5.2.2 样品前处理

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 70% 甲醇 25mL，密塞，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

5.2.3 色谱条件

流动相： 流动相 A： 乙腈，
 流动相 B： 0.1%磷酸水溶液，梯度洗脱
色谱柱： SinoChrom ODS-BP 5μm 4.6×250mm
流速： 1.0mL/min
进样量： 20μL
检测波长： 214nm
柱温： 25℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	5→15	95→85
10~20	15→25	85~75
20~30	25→35	75→65
30~35	35→5	65→95

5.3 实验结果

5.3.1 特征图谱

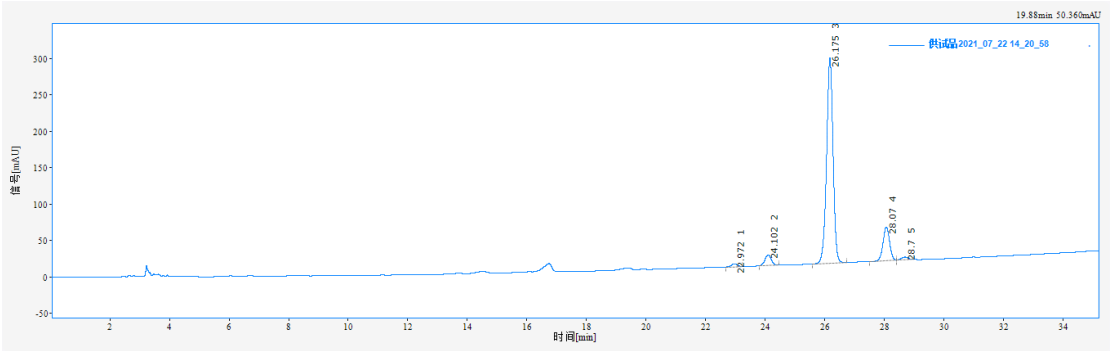


表 5-4 系统适用性色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	22.972	55.627	56534	0.910	7.009
2	24.102	207.716	62692	0.958	2.929
3	26.175	4257.956	72330	0.945	5.356
4	28.070	720.351	77999	0.955	4.791
5	28.700	63.321	67562	0.893	1.493

表 5-5 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	测定值	规定值	相对差 (%)	结果
峰 1	22.972	0.878	0.881	-0.38	合格
峰 2	24.102	0.921	0.901	2.20	
S	26.175	1.000	/	/	
峰 4	28.070	1.072	1.113	-3.65	
峰 5	28.700	1.096	1.144	-4.16	

5.4 结论

由此可见，使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 SinoChrom ODS-BP 色谱柱，测得的桃仁配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第6章 鱼腥草配方颗粒

6.1 仪器设备与试剂

表6-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5μm 4.6×250mm色谱柱	1支	31113059
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表6-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	磷酸	分析纯
4	去离子水	18.2MΩ

表6-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL、2mL)、具塞锥形瓶(250mL)、移液枪(0~1000μL，0~5000μL)、移液枪枪头(1mL，5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22μm滤膜等若干。

6.2 实验方法

6.2.1 参照物溶液的制备

取鱼腥草对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇水 10mL，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参

照物溶液。另取槲皮苷对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1mL 含 40μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

6.2.2 样品前处理：

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 50% 甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）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，即得。

6.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.1%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱： Supersil AQ-C18 5μm 4.6×250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：0-30min，326nm；30-80min，254nm

进样量：10μL

柱温：30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	6→8	94→92
10~25	8→15	92→85
25~30	15→16	85→84
30~45	16→18	84→82
45~55	18→27	82→73
55~75	27	73
75~80	27→6	73→94

6.3 实验结果

6.3.1 特征图谱

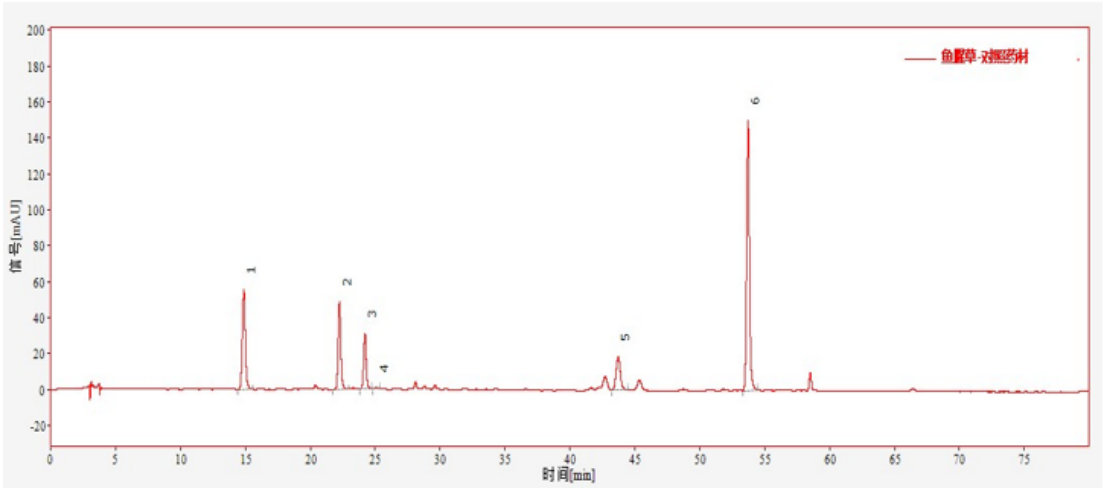


表 6-4 统适用性色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	14.882	913.445	20047	1.07	38.4
2	22.251	705.099	58476	1.12	18.7
3	24.215	435.358	71435	1.07	5.4
4	25.085	12.846	71003	1.02	2.4
5	43.724	413.398	85306	1.05	38.2
6	53.724	2271.235	311465	1.13	20.3

表 6-5 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	测定值	规定值	相对差 (%)	结果
1	14.882	0.668	0.66	1.21	合格
S 峰	22.251	1.00	/	/	
3	24.215	1.088	1.03	5.63	
4	25.085	1.127	1.13	-0.26	
5	43.724	/	/	/	
6	53.724	/	/	/	

表 6-6 峰面积结果

序号	峰面积 [mAU.s]	峰面积比	规定值	结果
峰 5	413.398	0.182	不低于 0.141	合格
峰 6	2271.235			

6.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18 色谱柱，测得的鱼腥草配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第7章 枳实配方颗粒

7.2 仪器设备与试剂

3 表7-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31113059
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表7-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	十二烷基硫酸钠	分析纯
3	甲酸	分析纯
4	去离子水	18.2M Ω

表7-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量
5	加热回流装置	/	/

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL、2mL)、具塞锥形瓶(250mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22 μ m滤膜等若干。

7.2 实验方法

7.2.1 参照物溶液的制备

取枳实（酸橙）对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入水 20mL，加热回流 45 分

钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取辛弗林对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1mL 各含 30μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

7.2.2 样品前处理:

取本品适量，研细，取约 0.4g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 25mL，密塞，称定重量，超声处理（功率 200W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

7.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.1%甲酸和 0.1%十二烷基硫酸钠，梯度洗脱

色谱柱： Supersil AQ-C18 5μm 4.6×250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：224nm

进样量：5μL

柱温：30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	5→20	95→80
10~20	20	80
20~30	20→33	80→76
30~35	33→40	67→60
35~40	40→5	60→95
40~45	5	95

7.3 实验结果

7.3.1 特征图谱

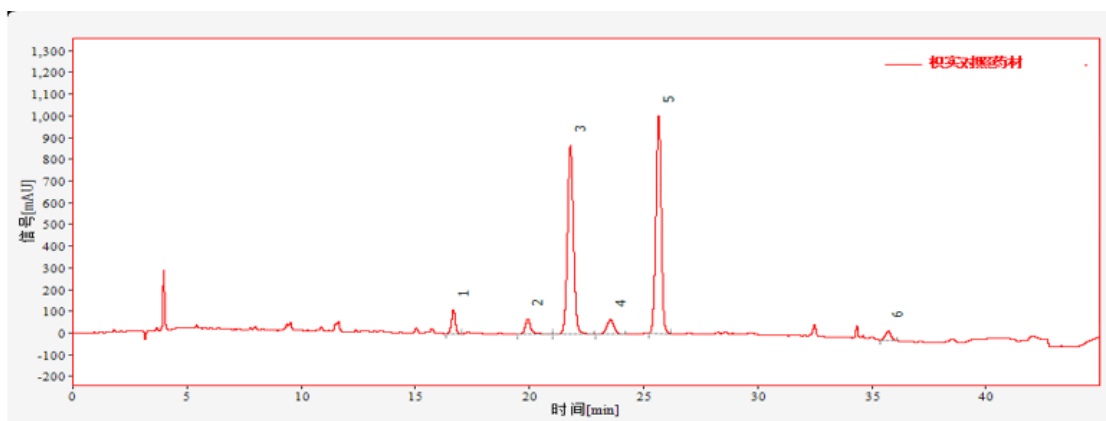


表 7-4 系统适用性色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	16.674	1255.882	52823	1.03	3.7
2	19.931	1285.924	37197	1.57	5.4
3	21.800	16040.169	23409	1.03	4.2
4	23.556	1568.928	24184	0.99	3.2
5	25.663	16189.775	58814	0.98	4.1
6	35.719	727.355	95854	1.09	22.7

表 7-5 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	测定值	规定值	相对差 (%)	结果
峰 1	16.674	0.764	0.77	-0.77	合格
峰 2	19.931	0.914	0.92	-0.65	
S 峰	21.800	1.00	/	/	
峰 4	23.556	1.07	/	/	
峰 5	25.663	1.16	/	/	
峰 6	35.719	1.47	/	/	

7.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18 色谱柱，测得的枳实配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第8章 香橼配方颗粒

8.1 仪器设备与试剂

表8-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil ODS2 5μm 4.6×250mm色谱柱	1支	31113004
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表8-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	乙腈	色谱纯
2	甲醇	色谱纯
3	冰醋酸	分析纯
4	去离子水	18.2MΩ

表8-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶(100mL、50mL、25mL、10mL、2mL)、具塞锥形瓶(250mL)、移液枪(0~1000μL，0~5000μL)、移液枪枪头(1mL，5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22μm滤膜等若干。

8.2 特征图谱实验

8.2.1 参照物溶液的制备

取香橼（香圆）对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 40mL，密塞，超声处理（功率 600W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对

照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品适量，加 50%甲醇制成每 1mL 含 30 μ g 的溶液，作为对照品参照物溶液。

8.2.2 样品前处理：

取本品适量，研细，取约 0.2g，同对照药材参照物溶液制备方法制成供试品溶液。

8.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A： 甲醇： 乙腈=1:1，

流动相 B： 1%冰醋酸，梯度洗脱

色谱柱： Supersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm

流速： 1.0mL/min

检测波长： 320nm

进样量： 10 μ L

柱温： 35 $^{\circ}$ C

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~15	17-30	83-70
15~30	30	70
30~60	30-60	70-30

8.2.4 实验结果

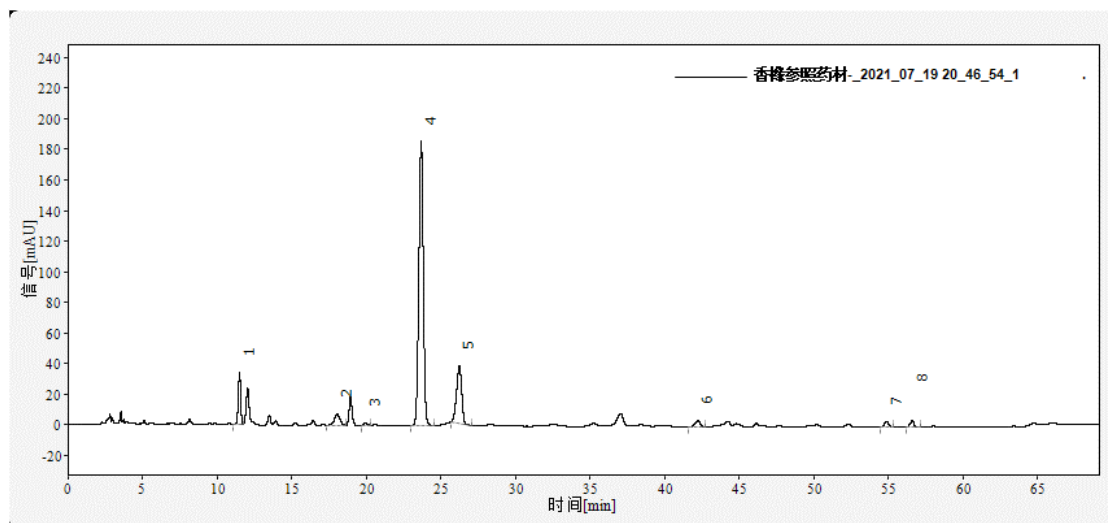


图 8-1 香橡配方颗粒特征

表 8-4 系统适用性色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰高 [mAU]	峰面积 [mAU.s]	塔板数	拖尾因子	分离度
1	11.484	34.045	377.420	24335	0.937	-
2	18.021	7.520	197.196	10933	1.012	13.293
3	19.918	1.860	29.210	38454	1.130	3.463
4	23.662	186.633	3877.659	30159	0.976	7.874
5	26.222	37.423	903.410	26401	0.949	4.301
6	42.206	3.794	89.018	72469	0.874	7.429
7	54.884	3.872	72.628	188702	0.923	22.396
8	56.583	4.141	69.475	257607	0.932	3.574

表 8-5 系统适用性结果

峰号	保留时[min]	测量值	规定值	相对差（%）	结果
1	11.484	0.48	0.449	6.9	合格
2	18.021	0.76	0.694	9.5	
3	19.918	0.84	0.774	8.2	
s 峰	23.662	/	/	-	
5	26.222	1.10	1.057	4.1	
6	42.206	1.783	1.886	-5.5	
7	54.884	2.319	2.546	-8.9	
8	56.583	2.391	2.622	-8.8	

8.3 样品含量实验

8.3.1 色谱条件

流动相：甲醇/水/冰醋酸=30/63/3(v/v/v)

色谱柱： Supersil ODS2 5μm 4.6×250mm

流速： 1.0mL/min

检测波长： 284nm

进样量： 5μL

柱温： 25℃

8.3.2 实验结果

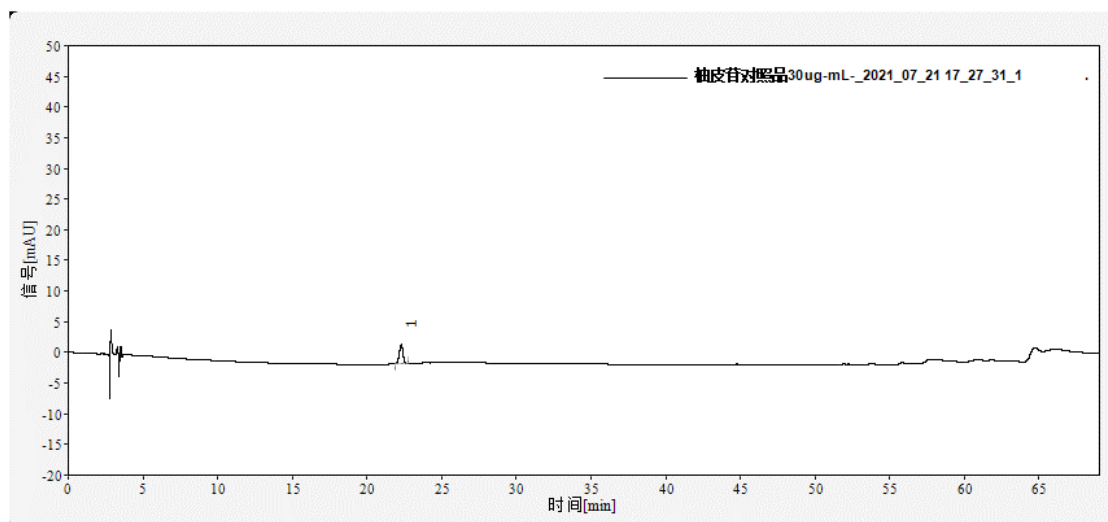


图 8-2 柚皮苷对照品色谱图

表 8-6 柚皮苷对照品色谱数据

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数	拖尾因子
1	22.293	56.161	35100	0.951

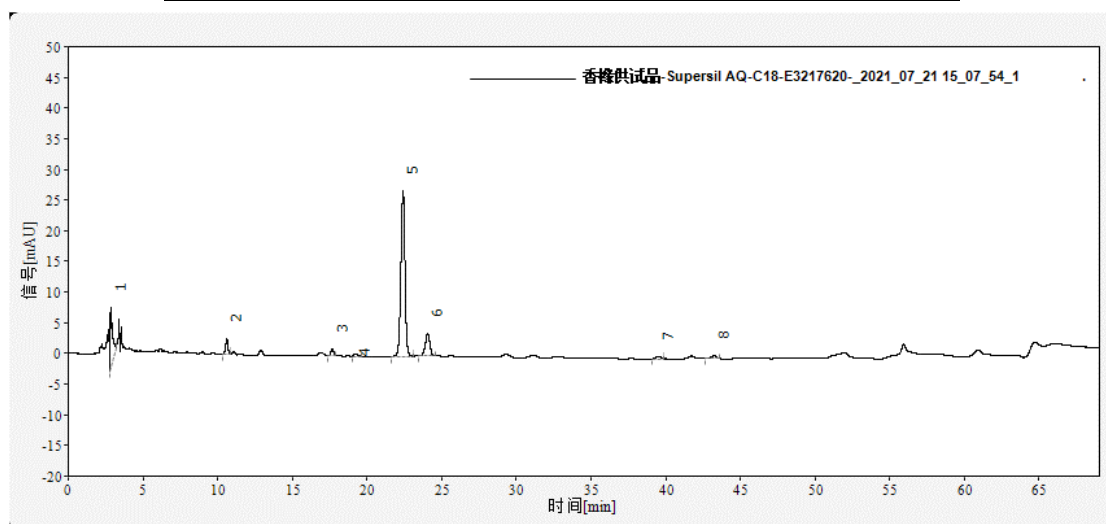


图 8-3 香橡配方颗粒含量谱图

表 8-7 香橡供试品含量色谱数据

目标物	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数	拖尾因子	含量 mg/g
柚皮苷	22.417	516.390	32752	0.955	61

8.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil ODS2 色谱柱，测得的香橡配方颗粒的特征图谱满足药典要求，香橡配方颗粒中柚皮苷的含量为 61mg/g。

第9章 赤芍配方颗粒

9.1 仪器设备与试剂

表9-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Sinopak BEH AQ-C18 5μm 4.6×250mm色谱柱	1支	31111393
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表9-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	磷酸	分析纯
3	去离子水	18.2MΩ

表9-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括具塞锥形瓶(50mL)、量筒(50mL)、移液枪(0~1000μL，0~5000μL)、移液枪枪头(1mL，5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22μm滤膜等若干。

9.2 实验方法

9.2.1 参照物溶液的制备

取赤芍对照药材 0.4g，加水 50mL，加热回流 45 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加稀乙醇 25mL，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取没食子酸对照品、原儿茶醛对照品、儿茶

素对照品、芍药背对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1mL 含没食子酸、原儿茶醛、儿茶素各 40μg，含芍药 80μg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

9.2.2 样品前处理

取本品适量，研细，取 0.1g，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇 25mL，密塞，超声处理（功率 200W，频率 53kHz）30 分钟，取出，放冷，滤过，取续滤液，即得。

9.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.1%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱：Sinopak BEH AQ-C18 5μm 4.6×250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：210nm（前 25 分钟），之后变成 230nm

进样量：10μL

柱温：30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~25	5-15	95-85
25~34	15-18	85-82
34~35	18-20	82-80
35~44	20	80
44~45	20-45	80-55
45~55	45-47	55-53
55~56	47-5	53-95
56~60	5	95

9.3 实验结果

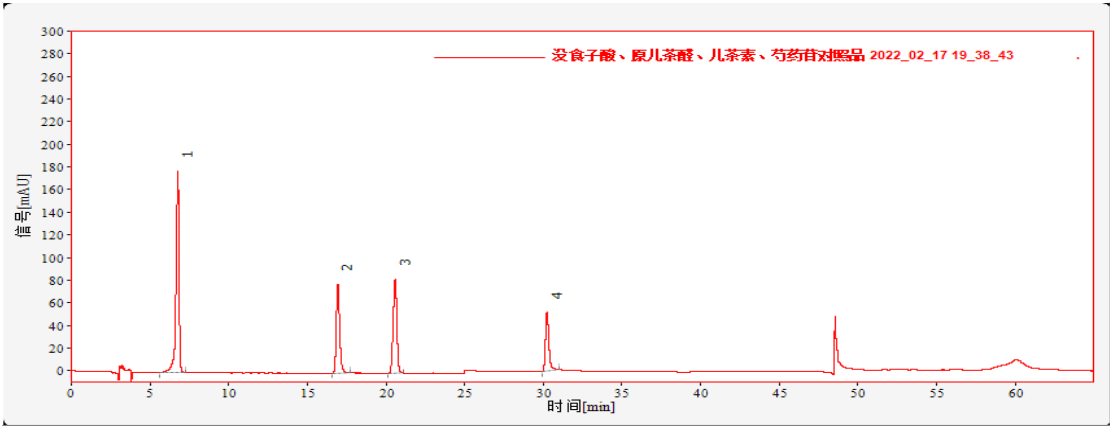


图 9-1 对照品谱图：峰 1：没食子酸；峰 2：原儿茶醛；峰 3：儿茶素；峰 4：芍药苷

表 9-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	塔板数	拖尾因子	分离度
1	6.774	2371.289	6866	0.749	9.5
2	16.940	1174.178	31428	1.248	28.7
3	20.593	1353.951	35694	0.937	8.9
4	30.241	783.193	104756	1.236	23.8

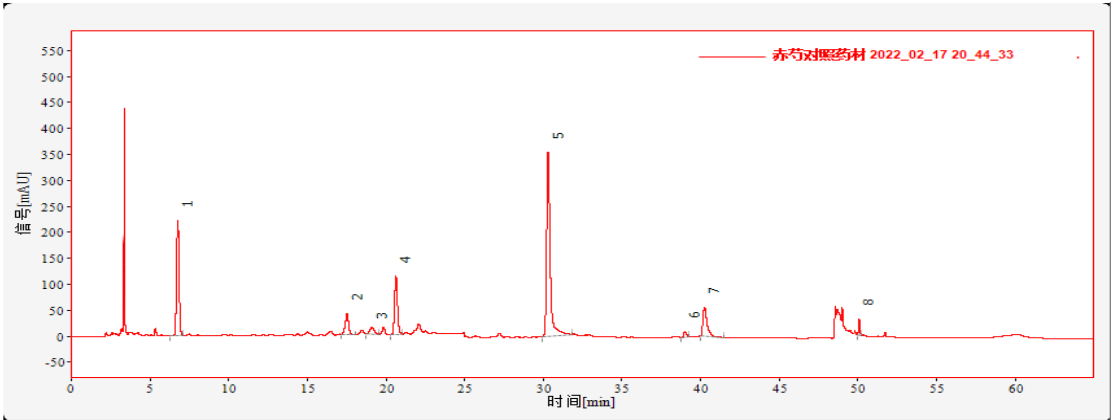


图 9-2 赤芍药材谱图

表 9-5 赤芍药材色谱参数表

峰号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	6.861	2520.136	9395	1.104	6.434
2	17.889	653.641	34281	0.989	3.039
3	19.471	221.806	24996	0.765	3.602
4	20.850	1424.904	62316	1.153	3.336
5	29.717	5335.247	104302	1.369	25.264
6	39.273	1022.528	88040	1.312	21.300
7	40.201	174.481	261805	1.332	2.200
8	50.090	175.997	2043709	1.233	6.365

表 9-6 系统适用性结果

峰号	保留时间 [min]	基准 (min)	测量值	规定值	相对差 %	合格范围 (%)	结果
峰 3	19.471	29.717	0.655	0.64	2.34	±8	合格
峰 S	29.717	/	/	/	/	/	/
峰 6	39.273	29.717	1.321	1.36	-2.86	±8	合格
峰 7	40.201	29.717	1.352	1.46	-7.39	±8	合格
峰 8	50.090	29.717	1.685	1.67	0.89	±8	合格

表 9-7 峰面积结果

峰号	峰面积 [mAU.s]	基准 (mAU.s)	测量值	规定值	结果
峰 S	5335.247	/	/	/	/
峰 7	174.481	5335.247	0.032	≥0.020	合格
峰 8	175.997	5335.247	0.032	≥0.020	合格

9.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Sinopak BEH AQ-C18 色谱柱，测得的赤芍配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第10章 骨碎补配方颗粒

10.1 仪器设备与试剂

表10-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil ODS2 5μm 4.6×250mm色谱柱	1支	31113004
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表10-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	磷酸	分析纯
3	去离子水	18.2MΩ

表10-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括具塞锥形瓶(50mL)、量筒(50mL)、移液枪(0~1000μL, 0~5000μL)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22μm滤膜等若干。

10.2 实验方法

10.2.1 参照物溶液的制备

取骨碎补对照药材 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 25mL，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）40 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取柚皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1mL 含 60μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

10.2.2 样品前处理

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 40kHz）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，即得。

10.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：甲醇，

流动相 B：0.1%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱：Supersil ODS2 5μm 4.6×250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：283nm

进样量：10 μ L

柱温：30 $^{\circ}$ C

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	10	90
5~15	10-20	90-80
15~27	20-25	80-75
27~35	25-35	75-65
35~50	35-45	65-55
50~55	45	55

10.3 实验结果

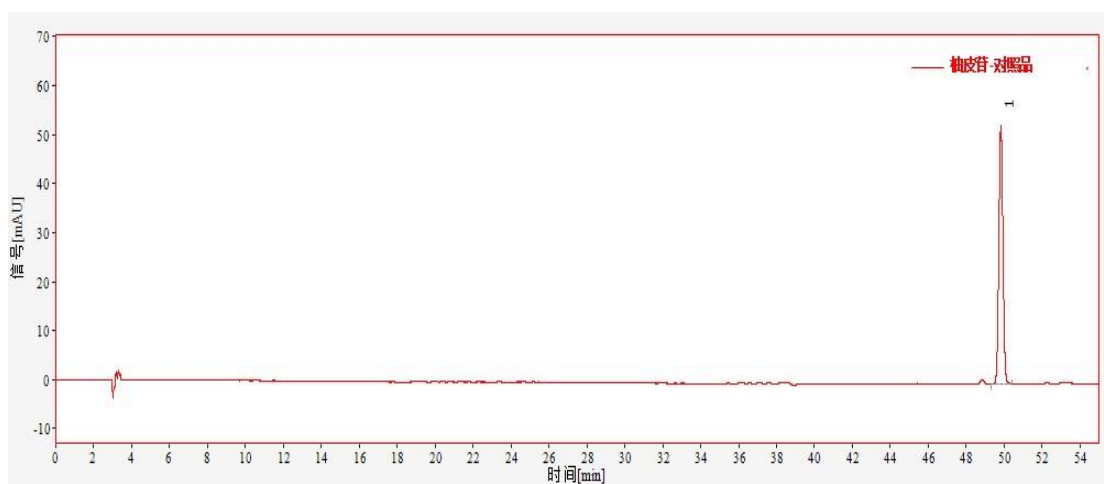


图 10-1 柚皮苷对照品谱图

表 10-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	塔板数	拖尾因子
1(柚皮苷)	49.830	794.589	249281	1.03

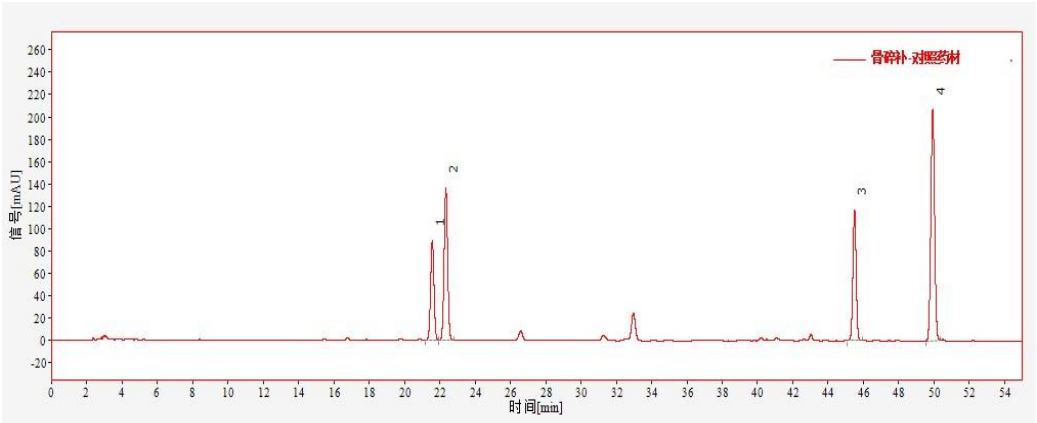


图 10-2 骨碎补对照药材谱图：峰 4：柚皮苷

表 10-5 骨碎补对照药材色谱参数表

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	理论塔板 数分离度	拖尾因子	分离度
1	21.572	1205.978	58505	1.013	0.000
2	22.341	1892.176	60334	1.019	2.135
3	45.500	1502.075	291816	1.010	34.313
4	49.930	3062.978	261287	1.021	12.179

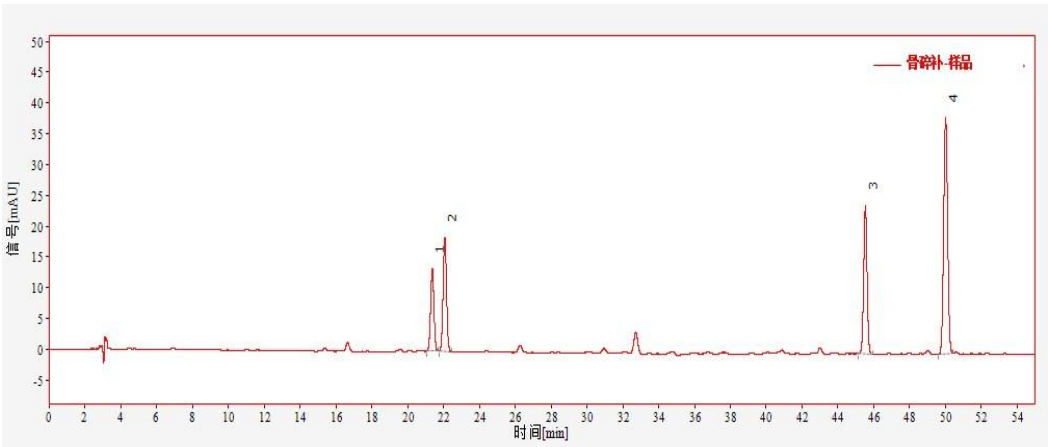


图 10-3 骨碎补样品特征谱图：峰 4：柚皮苷

表 10-6 骨碎补样品色谱参数表

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	分离度	拖尾因子	理论塔板数
1	21.369	173.161	0.000	1.016	62772
2	22.068	247.362	2.016	1.041	62709
3	45.536	316.180	67.408	1.017	280385
4	50.014	590.228	11.896	1.022	239111

表 10-7 系统适用性结果

峰号	保留时间 (min)	基准 (min)	测量值	规定值	相对差 %	合格范围 (%)	结果
峰 1	21.369	50.014	0.427	0.44	-2.95	±10	合格
峰 2	22.068	50.014	0.441	0.45	-2.00	±10	合格
峰 3	45.536	50.014	0.910	0.89	2.24	±10	合格
峰 S	50.014	50.014	-	-	-	-	-

10.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil ODS2 色谱柱，测得的骨碎补配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第11章 黄柏配方颗粒

11.1 仪器设备与试剂

表11-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5μm 4.6×150mm色谱柱	1支	31113057
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表11-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	乙腈	色谱纯
3	氯化铵	分析纯
4	去离子水	18.2MΩ

表11-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤

2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤，GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气，AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括具塞锥形瓶(100mL)、量筒(50mL)、移液枪(0~1000μL, 0~5000μL)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22μm滤膜等若干。

11.2 实验方法

11.2.1 参照物溶液的制备

取黄柏对照药材 0.1g，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 50mL，超声处理(功率 250W, 频率 40kHz)30 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。
另取盐酸小檗碱对照品、盐酸黄柏碱对照品适量，精密称定加甲醇制成每 1mL 各含 0.1mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

11.2.2 样品前处理

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 50%甲醇 100mL，称定重量，超声处理（功率 250W,频率 40kHz)20 分钟，放冷，再称定重量，加 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

11.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.4mol/L 氯化铵溶液，梯度洗脱

色谱柱：Supersil AQ-C18 5μm 4.6×150mm

流速：1.0mL/min

检测波长：210nm

进样量：5μL

柱温：30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	5	95
5~40	5-25	95-75

40~45	25-35	75-65
45~50	35-55	65-45
50~60	55-90	45-10
60~65	90-5	10-95
65~80	5	95

11.3 实验结果

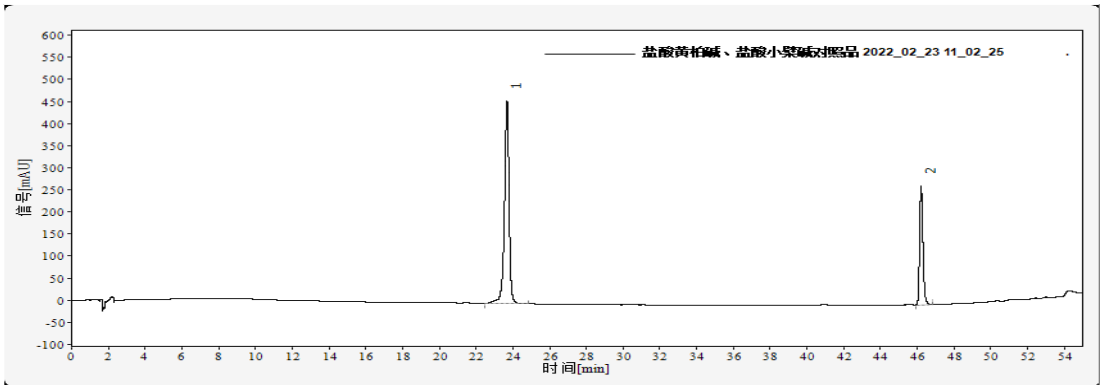


图 11-1 对照品谱图：1 号峰：盐酸黄柏碱；2 号峰：盐酸小檗碱

表 11-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	塔板数	拖尾因子	分离度
1	23.685	8035.155	50770	0.90	38.39
2	46.211	3358.115	327984	1.24	60.63

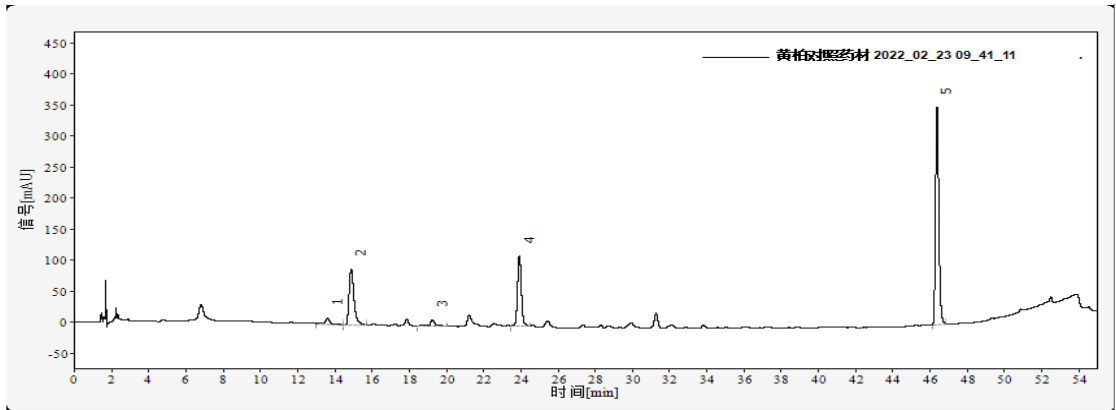


图 11-2 黄柏对照药材谱图：4 号峰：盐酸黄柏碱；5 号峰：盐酸小檗碱

表 11-5 黄柏对照药材色谱参数表

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	理论塔板 数分离度	拖尾因子	分离度
----	---------------	----------------	--------------	------	-----

1	13.610	182.133	17584	1.24	0.00
2	14.877	1639.816	16728	1.41	2.91
3	19.250	209.793	44444	0.96	10.60
4	23.924	1654.776	64581	1.11	6.66
5	46.374	4300.703	336157	1.24	64.48

表 11-6 系统适用性结果

峰号	保留时间 [min]	基准	测量值	规定值	相对差 (%)	结果
峰 1	13.610	23.924	0.568	0.63	-9.84	合格
峰 2	14.877	23.924	0.621	0.69	-10	合格
峰 3	19.250	23.924	0.804	0.83	-3.13	合格
S 峰	23.924	/	/	/	/	/
峰 5	46.374	/	/	/	/	/

表 11-7 峰面积结果

峰号	峰面积 [mAU.s]	基准	测量值	规定值	结果
峰 1	182.133	4300.703	0.042	≥0.04	合格
峰 2	1639.816	4300.703	0.381	0.11~0.64	合格
峰 3	209.793	4300.703	0.048	≥0.04	合格
峰 4	1654.776	/	/	/	/
S 峰	4300.703	/	/	/	/

11.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18 色谱柱，测得的黄柏药材的特征图谱满足药典要求。

第12章 黄连配方颗粒

12.1 仪器设备与试剂

表12-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022

4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站（基础版）	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Sinopak BEH AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31111393
	Supersil ODS-B 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm	1支	31113041
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表12-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	乙腈	色谱纯
3	乙酸铵	分析纯
4	十二烷基硫酸钠	分析纯
5	磷酸二氢钾	分析纯
6	磷酸	分析纯
7	盐酸	分析纯
8	氨水	分析纯
9	去离子水	18.2M Ω

表12-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括容量瓶（10mL）、具塞锥形瓶(50mL)、量筒(50mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22 μ m滤膜等若干。

12.2 实验方法

12.2.1 参照物溶液的制备

取黄连（黄连）对照药材 0.2g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇-盐酸（100：1）的混合溶液 50mL，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）45 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液 1mL，置 10mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。另取木兰花碱对照品、盐酸药根碱对照品、盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，分别加甲醇制成每 1mL 含木兰花碱 50 μ g、盐酸药根碱

50μg、盐酸小檗碱 90μg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

12.2.2 样品前处理

取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸 (100：1) 的混合溶液 50mL，密塞，称定重量，超声处理(功率 250w，频率 40kHz)30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 1mL，置 10mL 容量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

12.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A：乙腈，

流动相 B：0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（每 100mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4g，再以磷酸调节 pH 值为 4.0）

梯度洗脱

色谱柱：： Sinopak BEH AQ-C18 5 μ m 4.6×250mm

流速：1.0mL/min

检测波长：345nm

进样量：10μL

柱温：30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~15	10→25	9→75
15~25	25→30	75→70
25~45	30→50	70→50
45~75	50	50

12.3 实验结果

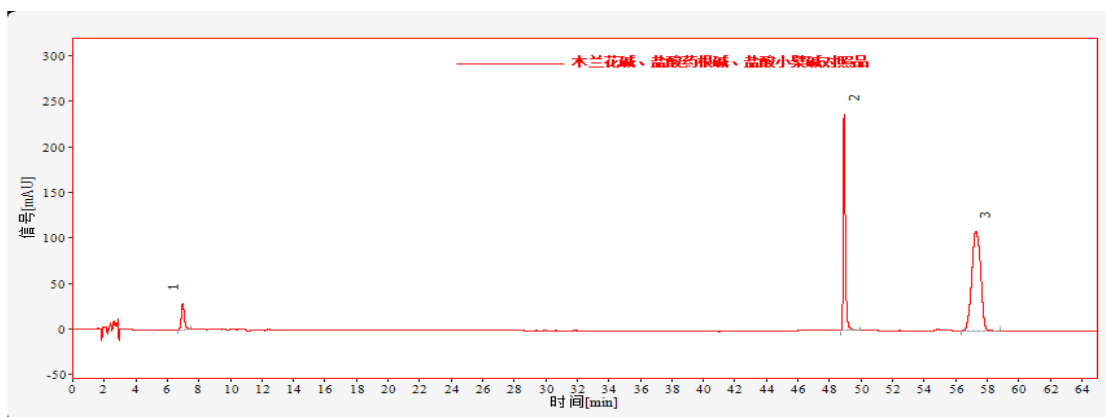


图 12-1 对照品谱图：1 号峰：木兰花碱；2 号峰：盐酸药根碱；3 号峰：盐酸小檗碱

表 12-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	不对称度	塔板数 [N/m]
1	6.996	373.067	1.007	14891
2	48.795	2227.230	1.309	1027927
3	57.584	4284.151	1.005	20479

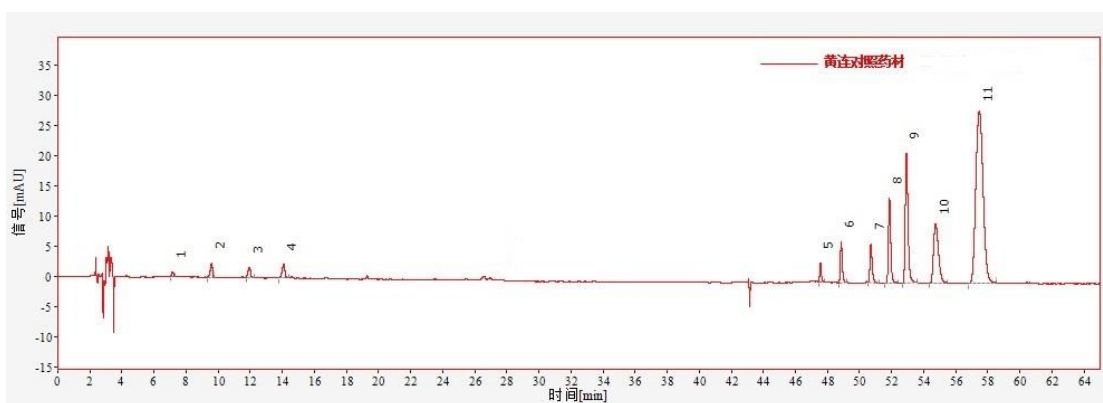


图 12-2 黄连配方颗粒谱图：1 号峰：木兰花碱；6 号峰：盐酸药根碱；11 号峰：盐酸小檗碱

表 12-5 黄连配方颗粒系统适用性结果

峰号	保留时间 [min]	基准 [min]	测量值	规定值	相对差 %	合格范围 (%)	结果
峰 1	7.161	-	-	-	-	-	合格
峰 2	9.593	-	-	-	-	-	合格
峰 3	11.964	-	-	-	-	-	合格
峰 4	14.087	-	-	-	-	-	合格
峰 5	47.558	48.856	0.973	0.94	3.5	±10	合格
S1	48.856	-	-	-	-	-	合格
峰 7	50.709	57.473	0.882	0.91	-3.0	±10	合格
峰 8	51.865	57.473	0.902	0.93	-3.0	±10	合格
峰 9	52.925	57.473	0.920	0.94	-2.1	±10	合格

峰 10	54.744	57.473	0.952	0.98	-2.8	±10	合格
S2	57.473	-	-	-	-	±10	合格

12.4 样品含量实验

12.4.1 色谱条件

流动相：乙腈/0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液（每 100mL 中加十二烷基硫酸钠 0.4g，再以磷酸调节 pH 值为 4.0）=50/50(v/v)

色谱柱： Supersil ODS-B 5μm 4.6×250mm

流速： 1.0 mL/min

检测波长： 345 nm

进样量： 10 μL

柱温： 30 °C

12.4.2 实验结果

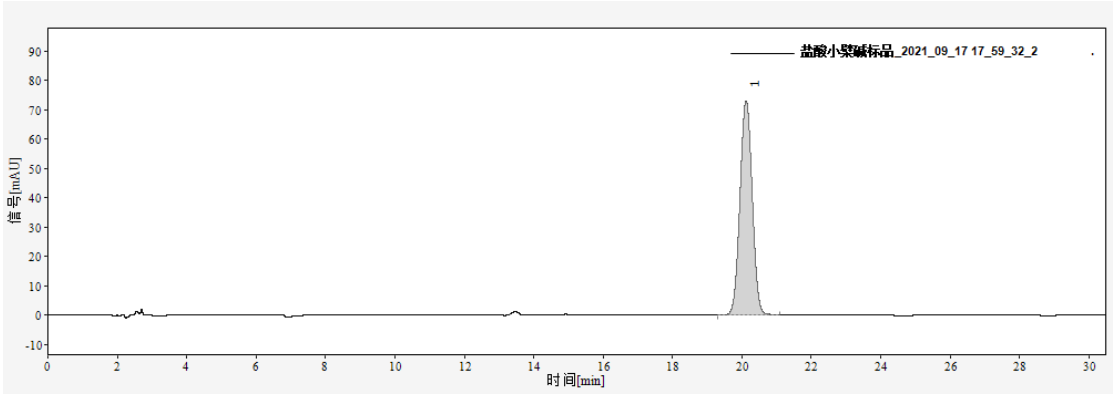


图 12-3 盐酸小檗碱对照品色谱图

表 12-6 盐酸小檗碱对照品色谱数据

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数	不对称度
1	20.121	1781.236	15410	1.032

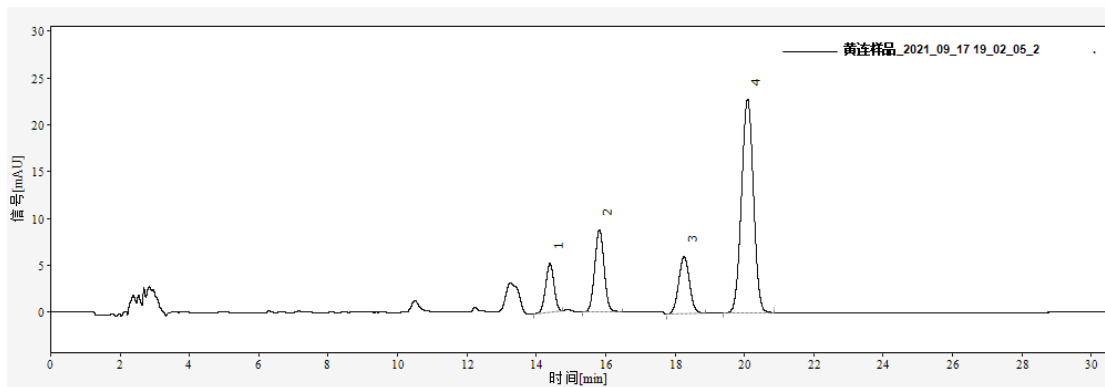


图 12-4 黄连配方颗粒供试品谱图

表 12-7 黄连配方颗粒供试品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	不对称度	塔板数 [N/m]
1	14.393	86.233	0.901	16562
2	15.82	164.003	1.009	16311
3	18.261	132.207	0.981	16072
4	20.09	546.58	1.002	15843

表 12-8 系统适用性结果

化合物名称	保留时间 [min]	基准 [min]	测量值	规定值	相对差 %	合格范围 (%)	结果
表小檗碱	14.393	20.09	0.716	0.71	-0.84	±5	合格
黄连碱	15.82	20.09	0.787	0.78	-0.89	±5	合格
巴马汀	18.261	20.09	0.908	0.91	0.22	±5	合格
小檗碱	20.09	20.09	1	1	0	±5	合格

12.5 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil ODS-B 色谱柱，测得的黄连配方颗粒的特征图谱满足药典要求，该黄连配方颗粒中每 1g 样品含有 60.9mg 小檗碱。

第13章 桑叶配方颗粒

13.1 仪器设备与试剂

表13-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
----	----	----	-----

1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站(基础版)	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Hypersil ODS2 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31110029
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表13-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	硝酸	分析纯
3	去离子水	18.2M Ω

表13-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	加热回流装置	/	/
4	水浴锅	/	/
5	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
6	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括具塞锥形瓶(50mL)、量筒(50mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22 μ m滤膜等若干。

13.2 实验方法

13.2.1 参照物溶液的制备

取桑叶对照药材 1g, 置具塞锥形瓶中, 加水 50mL, 加热回流 45 分钟, 滤过, 滤液水浴蒸干, 残渣加 50%甲醇 25mL, 超声处理(功率 350W, 频率 40kHz)30 分钟, 取出, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 作为对照药材参照物溶液。另取芦丁对照品适量, 精密称定, 加 50%甲醇溶液制成每 1mL 含 50 μ g 溶液, 作为对照品参照物溶液。

13.2.2 样品前处理

取本品适量，研细，取 0.3g ，置具塞锥形瓶中，加 50%甲醇 25mL，超声处理（功率 200W，频率 40kHz)30 分钟，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

13.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A： 甲醇，

流动相 B： 0.1%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱： Hypersil ODS2 5μm 4.6×250mm

流速： 1.0mL/min

检测波长： 258nm

进样量： 10μL

柱温： 30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~5	15	85
5~20	15-30	85-70
20~40	30-60	70-40
40~42	60-15	40-85
42~47	15	85

13.3 实验结果

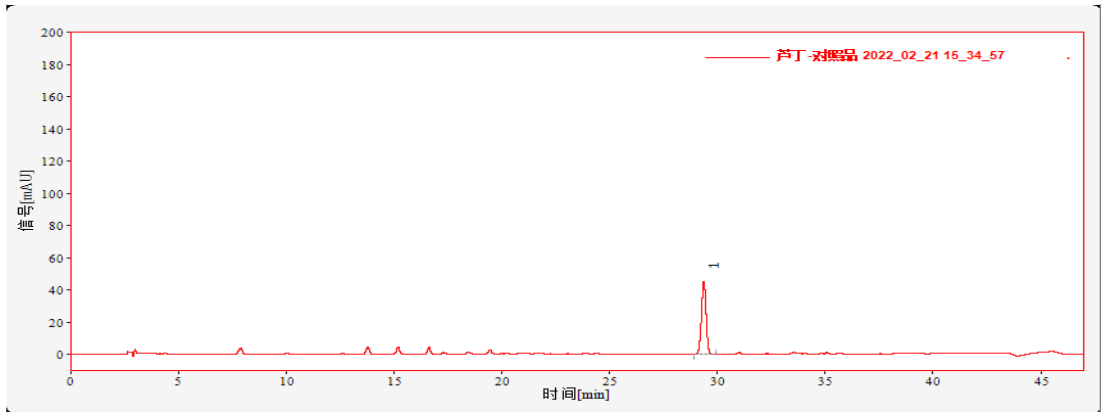


图 13-1 芦丁对照品谱图

表 13-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间	峰面积	塔板数	拖尾因子
----	------	-----	-----	------

	[min]	[mAU.s]		
1	29.367	682.613	88459	0.97

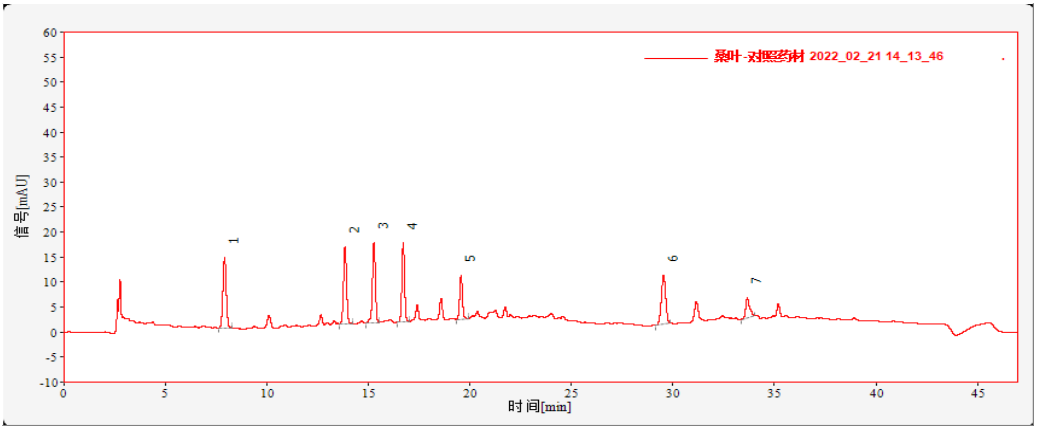


图 13-2 桑叶配方颗粒谱图：6 号峰：芦丁

表 13-5 桑叶配方颗粒色谱参数表

序号	保留时间[min]	峰面积[mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	7.906	161.174	11209	1.023	24.251
2	13.842	162.091	41067	1.010	20.764
3	15.266	164.327	55570	0.924	5.354
4	16.708	145.531	77124	1.014	5.773
5	19.558	83.785	100861	1.000	11.706
6	29.537	146.068	86968	0.957	30.855
7	33.667	54.125	178743	1.157	11.489

表 13-6 系统适用性结果

峰号	保留时间[min]	基准	测定值	规定值	相对差（%）	结果
峰 1	7.906	29.537	0.259	0.25	3.60	合格
峰 2	13.842	29.537	0.468	0.45	4.00	合格
峰 3	15.266	29.537	0.516	0.51	1.34	合格
峰 4	16.708	29.537	0.565	0.54	4.75	合格
峰 5	19.558	29.537	0.662	0.67	-1.17	合格
峰 S	29.537	/	/	/	/	/
峰 7	33.667	29.537	1.139	1.11	2.68	合格

13.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Hypersil ODS2 色谱柱，测得的桑叶配

方颗粒的特征图谱满足药典要求。

第14章 香附配方颗粒

14.1 仪器设备与试剂

表14-1 EClassical 3200型高效液相色谱系统设备标准配置清单

序号	名称	数量	订货号
1	UV3200紫外-可见检测器	1台	31020052
2	P3200高压恒流泵	1台	31010106
3	O3200色谱柱恒温箱(选配)	1台	31040022
4	Rheodyne 7725i高压六通进样阀	1个	32027725i
5	ZJ-1阀支架	1个	18050004
6	Kromstation色谱数据工作站(基础版)	1套	31030055
7	T3200溶剂托盘	1台	18990150
8	Supersil AQ-C18 5 μ m 4.6 $\times$ 250mm色谱柱	1支	31113059
9	S3200自动进样器(选配)	1台	31090015

注：或同等配置的其他型号的高效液相色谱仪

表14-2 主要化学试剂

序号	试剂	纯度
1	甲醇	色谱纯
2	磷酸	分析纯
3	去离子水	18.2M Ω

表14-3 主要样品前处理设备

序号	名称	规格型号	备注
1	溶剂过滤器	1000mL	流动相过滤
2	隔膜真空泵	0.08MPa,160W	流动相过滤, GM-0.33A
3	超声清洗器	3L/6L, 40/60KHz, 120W	流动相脱气, AS3120
4	精密电子天平	感量为万分之一	称量

实验过程中其它玻璃器皿还包括具塞锥形瓶(25mL)、量筒(25mL)、移液枪(0~1000 μ L, 0~5000 μ L)、移液枪枪头(1mL, 5mL)、一次性PVC手套、一次性口罩、进样针、槽纹折叠滤纸、玻璃纤维滤纸、0.22 μ m滤膜等若干。

14.2 实验方法

14.2.1 参照物溶液的制备

取香附对照药材 2g，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 25mL，密塞，超声处理 45 分钟，放冷，摇匀，滤过，作为对照药材参照物溶液。取阿魏酸对照品适量，加 70% 甲醇制成每 1mL 含 30μg 的溶液作为对照品参照物溶液。

14.2.2 样品前处理

取本品适量，研细，取 0.5g，置具塞锥形瓶中，加 70%甲醇 25ml，密塞，超声处理 45 分钟，放冷，摇匀，滤过，即得供试品溶液。

14.2.3 色谱条件

流动相：流动相 A： 甲醇，

流动相 B： 0.2%磷酸水溶液，梯度洗脱

色谱柱： Supersil AQ-C18 5μm 4.6×250mm

流速： 1.0mL/min

检测波长： 325nm

进样量： 10μL

柱温： 30℃

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~12	5-20	95-80
12~30	20-30	80-70
30~40	30-48	70-52
40~50	48-56	52-44
50~55	56-75	44-25
55~65	75-90	25-10

14.3 实验结果

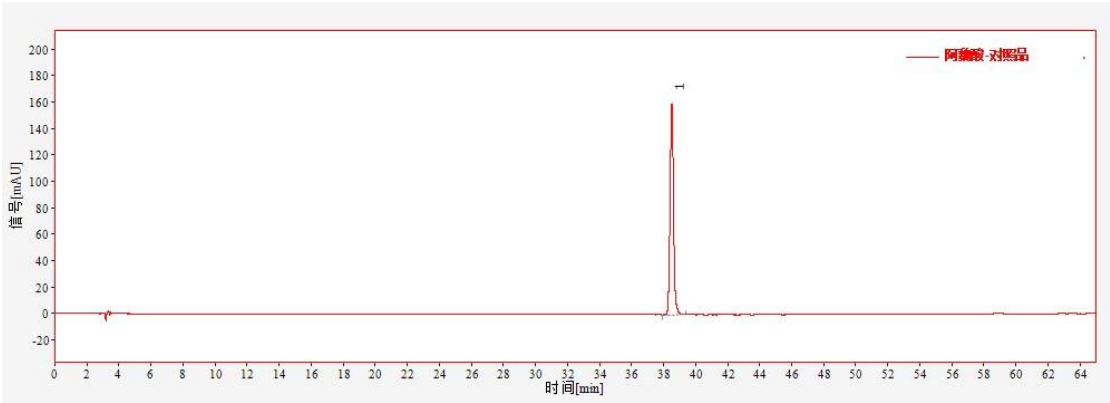


图 14-1 阿魏酸对照品谱图

表 14-4 对照品色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	塔板数	拖尾因子
1	38.517	2385.260	162480	1.09

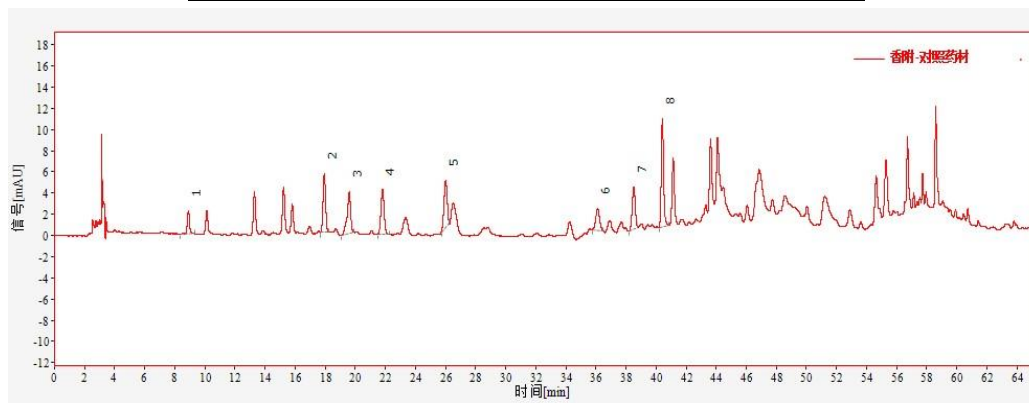


图 14-2 香附配方颗粒谱图：峰 7：阿魏酸

表 14-5 香附配方颗粒色谱参数表

序号	保留时间 [min]	峰面积 [mAU.s]	塔板数[N]	拖尾因子	分离度
1	8.901	24.204	19307	0.725	0.000
2	17.940	65.542	51215	1.038	31.543
3	19.598	63.072	43999	0.764	4.800
4	21.811	62.750	49148	1.037	5.771
5	26.016	63.329	68434	0.890	10.630
6	36.122	36.019	98023	1.074	23.527
7	38.520	55.183	168706	0.924	5.734
8	40.422	110.665	346630	1.178	5.855

表 14-6 系统适用性结果

峰号	保留时间 [min]	基准	测定值	规定值	相对差 (%)	结果
峰 1	8.901	38.520	0.231	0.241	-4.14	合格
峰 2	17.940	38.520	0.465	0.483	-3.72	合格
峰 3	19.598	38.520	0.508	0.524	-3.05	合格
峰 4	21.811	38.520	0.566	0.586	-3.41	合格
峰 5	26.016	38.520	0.675	0.695	-2.87	合格
峰 6	36.122	38.520	0.937	0.943	-0.63	合格
峰 S	38.520	38.520	38.520	-	-	-
峰 8	40.422	38.520	1.049	1.048	0.09	合格

14.4 结论

使用依利特 EClassical 3200 高效液相色谱仪以及 Supersil AQ-C18 色谱柱，测得的香附配方颗粒的特征图谱满足药典要求。

大连公司

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
客服电话：400-66-35483
公司网址：<http://www.eliteHPLC.com>



苏州公司

苏州工业园区金鸡湖大道 99 号苏州纳米城西北区 14 栋 501
电话：0512-67997572

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：13624984285

济南办事处

地址：山东省济南市历下区奥体西路 1222 号力高国际 10 楼 1-1816 室
电话：18842689516

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：15140566435

武汉办事处

地址：武汉市洪山区鸿桂苑东区 1 栋 1 单元 2501
电话：18842683216

南京办事处

地址：江苏省南京市建邺区云锦路 45 号万达东坊 14 幢 608 室
电话：13951643881

厦门办事处

地址：厦门市集美区鱼福三里 383 号 127 单元
电话：18842685196

西安办事处

地址：陕西省西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：18842681836

广州办事处

地址：广州市白云区东兴二街 3 号擎山苑 C2 栋 1404 房



电话：18842683616

成都办事处

地址：成都武侯区九兴大道 6 号高发大厦 A 座 610

电话：18842681865

本应用中信息仅供参考，提供数据除注明外为本公司特定条件下的实验数据。