

中药配方颗粒的分析解决方案



中药配方颗粒的基本情况

古往今来，中药的主要服用方式都是汤剂，但这种方式已经很难适应现代社会的快节奏和临床应用便捷性的需求。为解决中药服用方式的不足，中药配方颗粒应运而生，极大解决了饮片煎煮、服用和携带不便等问题。尽管中药配方颗粒的优点突出，但它仍然是在中医药理论指导下进行组方调剂使用，应用方式上仍有传统药材饮片的性质。另一方面，配方颗粒是药材饮片的单味提取物，也有可能与传统药材饮片存在差异。

鉴于传统药材饮片组方调剂时，将多味药材的混合物同时煎煮，在煎煮过程中可能产生成分的变化，国家对于中药配方颗粒的临床使用严格限制了使用范围，并确定了六家全国性的中药配方颗粒生产企业。而在法规政策层面：

- 自 2001 年起，《中药配方颗粒管理暂行规定》将中药配方颗粒纳入中药饮片管理范畴，实行批准文号管理。同时规定，为满足临床需要，中药配方颗粒生产企业生产的中药配方颗粒的品种数应不少于 400 个
- 2016 年，对上述规定进行修订后发布了新的《中药配方颗粒管理办法》（征求意见稿），对中药配方颗粒提出了更详细的规定。特别在药品标准上，要求“加强专属性鉴别和多成份、整体质量控制”，进行“特征图谱或指纹图谱”研究
- 此后，国家药典委员会发布了《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》（征求意见稿），为规范中药配方颗粒的质量控制与标准研究提供了指南。该技术要求征求意见稿中强调了多成分的“特征图谱与指纹图谱”，强调了样品的代表性“道地产地或者主产地”、“每个药材产地不少于 3 批，……至少应收集 15 批以上药材样品……”

综上所述，从中药配方颗粒质量控制的难度和数量方面来看，该行业亟需更高效、快速、准确的分析与鉴别技术，以满足日益严苛的检测需求。

中药配方颗粒质量标准现状

2019 年 11 月之前，关于中药配方颗粒质量控制，缺少统一的国家标准。相关标准均为六家试点企业按照原国家药品监督管理局发布的《中药配方颗粒质量标准研究的技术要求》自行研究，并报送国家药品监督管理局批准实行。由于各企业的原料来源、生产工艺、技术水平等均存在差异，因此各个品种的中药配方颗粒质量千差万别，导致临床应用效果也存在明显差异。有鉴于上述问题，中药配方颗粒的标准亟待统一。

在国家食品药品监督管理局的部署下，六家中药配方颗粒试点企业以及行业研究机构分别对 301 个中药配方颗粒品种进行了统一标准的研究，并提交国家药典委员会进行审定。最终于 2019 年 11 月发布了 160 个品种的试点统一标准的拟公示标准，实施为期三个月的公示，公开征求意见和建议。至此，中药配方颗粒质量控制进入一个崭新的时期，摆脱了质量控制标准千差万别的状况。

但按照原国家药品监督管理局的要求，中药配方颗粒生产厂家生产的品种应不少于 400 个，而实际的生产能力往往不至于此。按照试点企业广东一方制药的官网信息，其有能力生产的品种数超过 700 个。因此，目前公布的有关中药配方颗粒的 160 个标准仅占实际生产的中药配方颗粒品种的很少一部分，还有大量中药配方颗粒质量标准亟待统一。

中药配方颗粒的质量控制技术

中药配方颗粒来源于传统中药饮片，成分与传统中药饮片煎煮后的组成相似，故中药配方颗粒的质量控制技术与传统中药饮片的质量控制类似。并且，由于此前缺乏有关中药配方颗粒的独立标准控制体系，因此其质量标准均参考现行《中国药典》一部中采用的中药质量控制技术，例如气相色谱、液相色谱、气质联用、液质联用、电感耦合等离子质谱、光谱等。

尽管可用技术较多，但现行《中国药典》一部中对于质量控制主要以单一或少量主成分含量测定为主，不能体现中药配方颗粒的质量与传统中药饮片质量的一致性。因此，国家食品药品监督管理局和国家药典委员会均在相关标准中要求“加强专属性鉴别和多成份、整体质量控制”，“采用指纹图谱或特征图谱等方法进行整体质量评价”。

采用特征图谱或指纹图谱的主要目的在于“说明生产全过程量值传递和各项指标设定的合理性”，从而保证中药配方颗粒在临床应用中的疗效以及传统中药饮片的一致性。另外，《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》（征求意见稿）规定，制定中药配方颗粒特征图谱/指纹图谱“一般采用色谱法”，考虑到样品量分析大，“也可考虑采用超高效液相色谱法”。

根据已公布的中药配方颗粒标准，在 161 种特征图谱方法中，采用 UHPLC 的方法有 89 种，多于采用常规 HPLC 的方法。但在这些 UHPLC 方法中，单一样品分析时间超过 25 min 的方法占 43%，未能发挥 UHPLC 原有的突出优点——“快速分析”。由此导致采用 UHPLC 方法的用户的时间、人力和物力成本显著增加。

之所以发生这一现象，原因可能在于：

- 用户所用的超高效液相色谱仪性能欠佳，例如耐压能力不足、混合性能差等
- 用户对超高效液相色谱的理解存在偏差，例如用户不了解超高效液相色谱分析在本质上与色谱柱填料大小有关，而与柱内径、流速、长度等并不完全相关

超高效液相色谱 (UHPLC) 在中药配方颗粒分析中的优势

超高效液相色谱分析核心

超高效液相色谱是基于色谱分析的核心 — 色谱柱填料发展起来的液相色谱分离技术，其理论基础是 Van-deemter 方程（见下式）。该方程描述了影响理论塔板高度的因素，即理论塔板高度与三个因素（A：涡流扩散； B/μ ：径向扩散； $C\mu$ ：传质阻力）相关。

$$H = A + B/\mu + C\mu$$

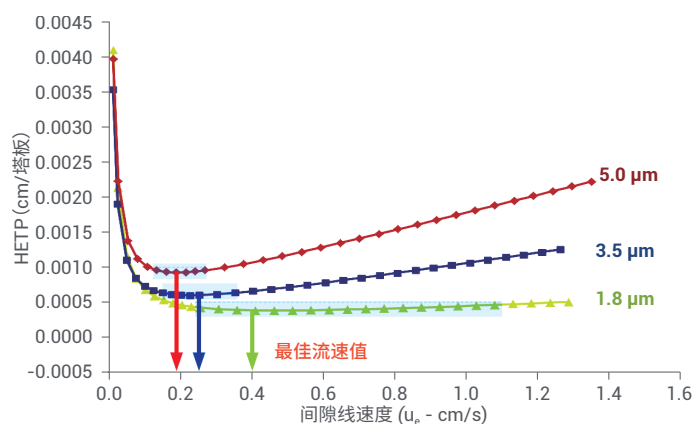


图 1. 不同粒径填料的 Van-deemter 方程曲线

根据此方程绘制不同粒径填料颗粒色谱柱流速与理论塔板高度曲线，如下图 1 所示：

由此可知，超高效液相色谱的以下两个核心特点均建立在色谱柱使用小颗粒填料（亚 2 μm 颗粒）的基础上：

- 高效分离，即由于色谱柱填料粒径减小，明显提高了色谱柱柱效，带来分离度的提升
- 快速分析，即由于色谱柱填料粒径减小，柱效受流速影响较小，可通过提升流速来提高分析效率，同时分离度并不变。换言之，利用超高效液相色谱柱时，可以在宽泛的流速范围内实现分离。当低流速下分析时间较长、效率低下时，可通过提高流速来缩短分析时间并提升分析效率

开发中药配方颗粒质量标准控制方法的关键因素

综上所述，在开发快速高效的中药配方颗粒质量标准控制方法时，需要关注两个关键因素：

色谱柱

目前主流超高效液相色谱柱的填料粒径为 1.8 μm 左右，主要采用反相键合相，包括：C18、C8、苯基等。同时，这些键合相也包含耐酸、耐碱、极性等多种类型。安捷伦超高效液相色谱柱拥有上述全系列超高效液相色谱柱，涉及几乎所有常见中药配方颗粒分析可能用到的键合相。

例如，采用耐酸性流动相的 SB-C18 超高效液相色谱柱，可以增加酸性流动相体系色谱柱的耐用性和方法的稳定性。下图是国家药典委员会公布的金银花中药配方颗粒的标准图谱。其采用 Zorbax SB-C18 (250 \times 4.6 mm, 5 μm) HPLC 色谱柱获得，分析时间为 60 min，如果加上冲洗及再平衡时间，预计单个样品的分析时间需要 80 min。这无形中给药厂的大规模生产造成了障碍。安捷伦采用相同固定相的超高效液相色谱柱，开发出一种用于金银花中药配方颗粒的快速分析方法。该方法使单个样品分析时间缩短至 10 min，将样品通量从原来每天的 24 个提升至 144 个。

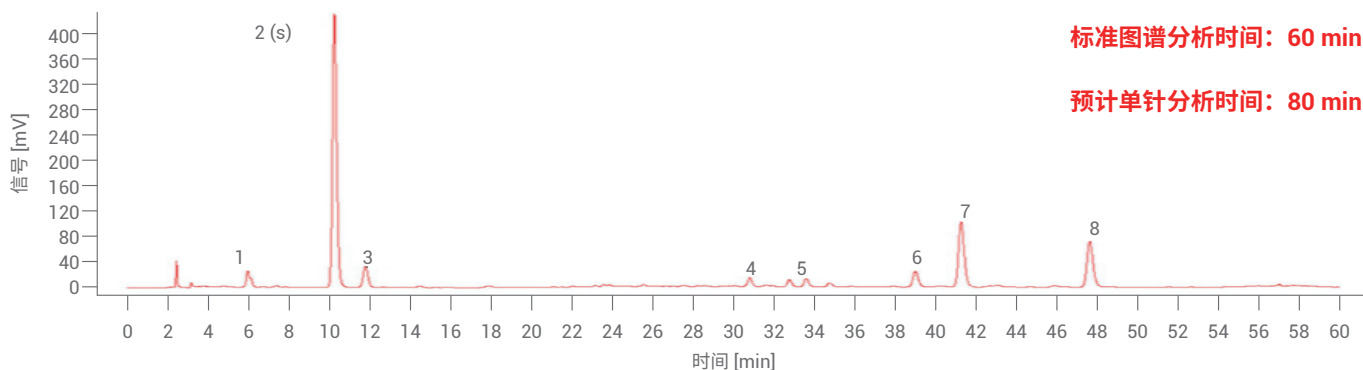


图 2. 国家药典委员会公布的金银花中药配方颗粒的标准图谱

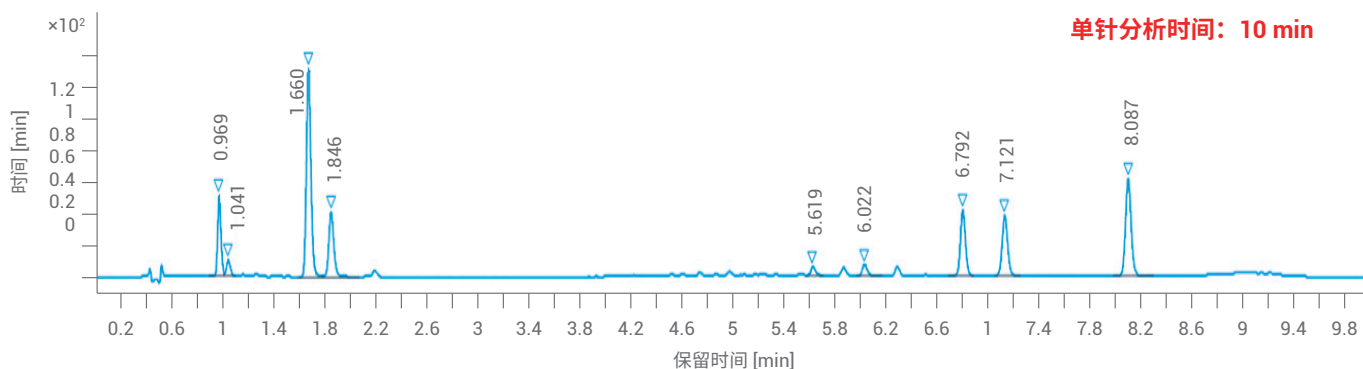


图 3. 安捷伦金银花中药配方颗粒快速分析方法所得图谱

仪器

超高效液相色谱法能够在非常宽泛的流速范围内实现高效分离，其原因在于超高效液相色谱柱填料颗粒在宽泛的流速范围内柱效几乎保持不变；同时，由于超高效色谱柱填料颗粒可以装在多种内径规格的柱管中，适用的标准流速范围从低流速 0.2 mL/min 到高流速 1.0 mL/min，甚至可以采用更高的流速。因此在超高效色谱分析中，要求仪器既要满足超高效液相“快速分析”时高流速、高压力的要求（即仪器的流速范围与耐压能力要保持一致），又要满足在低流速、极端比例分析条件下的混合性能，从而保证分析方法的稳定性和耐用性。

安捷伦超高效液相色谱系统：

- 采用获得专利的泵设计，在 0–2 mL/min 的流速范围内，耐压高达 1300 bar
- 采用独特的混合器技术 (Inlet Weaver/Jet Weaver)，可在 1%–99% 的范围内实现优异的混合准确性和重现性，同时可以有效降低基线漂移和噪音
- 采用获得专利的 ISET 模拟技术，可实现 HPLC 方法到 UHPLC 方法的无缝转换

安捷伦超高效液相色谱对已公布中药配方颗粒标准的重现及提升

安捷伦超高效液相色谱的特点

安捷伦具有性能优异的超高效液相色谱系统，涵盖所有中药配方颗粒可使用的超高效液相色谱柱类型。其中包括 1260 Infinity II UHPLC、1290 Infinity II UHPLC 和自动化阀方案系统（如方法开发系统、多方法应用系统以及交替柱再生系统），有助于提升实验室的分析效率。

1260 Infinity II 超高效液相色谱系统：

硬件、软件完全兼容所有现行的法规分析方法，包括现行《中国药典》、已公布的中药配方颗粒标准公示稿的方法。对于法规中的 HPLC 方法，用户无需调整色谱参数即可上机检测。同时，该类型仪器耐压高达 600–800 bar，结合安捷伦创新的 Poroshell 120 类型超高效液相色谱柱，在较低的压力下即可实现部分超高效分析能力。

1290 Infinity II 超高效液相色谱系统：

全新的硬件设计，极低的延迟体积，平衡的扩散体积，全新的高灵敏度检测系统。该系统的主要特点如下：

- 流速与压力的能力均衡：在 0–2 mL/min 的流速范围内，耐压高达 1300 bar，可完全发挥使用亚 2 μm 颗粒超高效液相色谱柱的能力，即“高效的分离”和“快速的分析”
- 流量准确性的保证：在超高效液相色谱上，超高的压力对流动相的压缩会带来流动相流量输出与设置值之间的差异。安捷伦研究了不同压力、不同流动相组成的压缩性，在整个分析过程中通过实时检测压缩性的变换来自动调整流动相的补偿值，从而保证方法的重现性
- 混合性能的优化：中药配方颗粒采用的提取方式一般是水提取，因此其通常含有部分亲水性成分。在反相色谱上要增加这部分成分的保留与分离，必须使用极端高水相和缓梯度才能有效进行分离。安捷伦创新的入口及出口混合器，能够在比例 1%–99% 范围内有效混合流动相，准确度是同类型仪器中最优的。保证所开发的方法具有最佳的稳定性和耐用性
- 仪器间方法转移的保证：1290 Infinity II 具备专利的智能模拟技术 (ISET)，此技术可模拟常规液相色谱延迟体积和混合行为，从而可以在 1290 Infinity II 上重现常规液相色谱方法；另外，也可以使用此技术验证超高效方法转换为常规方法后的重复性，从而保证研发效率，保证研发与质量控制之间方法的无缝转移

安捷伦超高效液相分析中药配方颗粒应用实例

金银花配方颗粒 (Jinyinhua Peifangkeli)

— 金银花配方颗粒标准方法公示稿 (HPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法（中国药典 2015 年版通则 0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为 250 mm，内径为 4.6 mm，粒径为 5 μm）；以乙腈为流动相 A，0.4% 磷酸溶液为流动相 B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟 1.0 mL；柱温为 35 °C；检测波长为 350 nm。理论板数按木犀草苷峰计算应不低于 2000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-15	10	90
15-20	10→15	90→85
20-50	15→20	85→80
50-55	20→30	80→70
55-60	30→10	70→90

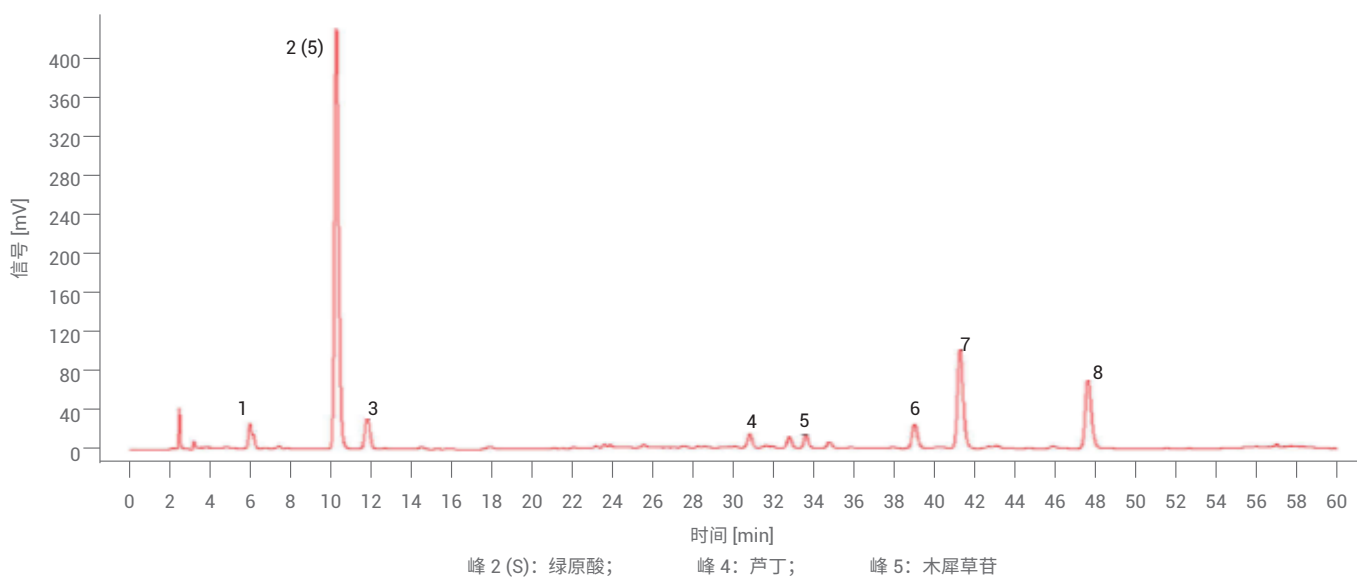


图 4. 金银花配方颗粒标准方法与谱图

— 金银花配方颗粒方法 (安捷伦 UHPLC 方法)

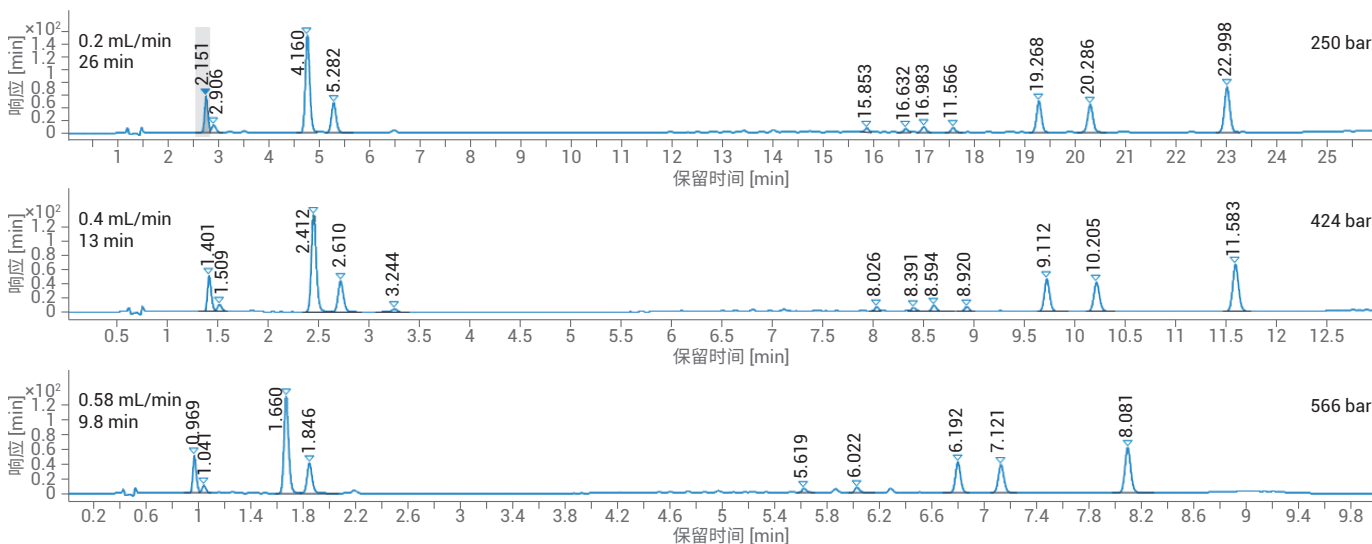


图 5. 金银花配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 1. UHPLC (0.2 mL/min, 1 倍流速) 方法的金银花配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5	6	7	8
第一针	2.751	4.76	5.282	15.853	16.983	19.268	20.286	22.988
RRT-1	0.58	1.00	1.11	3.33	3.57	4.05	4.26	4.83
第二针	2.743	4.751	5.277	15.857	16.99	19.28	20.297	23.007
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.34	3.58	4.06	4.27	4.84
第三针	2.747	4.758	5.281	15.843	16.975	19.253	20.269	22.989
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.33	3.57	4.05	4.26	4.83
标准 RRT	0.58±10%		1.15±10%			3.80±10%	4.02±10%	4.64±10%
	0.522-0.638		1.035-1.265			3.42-4.18	3.618-4.422	4.175-5.104

表 2. UHPLC (0.2 mL/min, 1 倍流速) 方法的金银花配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5	6	7	8
第一针	1.401	2.429	2.695	8.016	8.585	9.709	10.198	11.576
RRT-1	0.58	1.00	1.11	3.30	3.53	4.00	4.20	4.77
第二针	1.407	2.437	2.703	8.019	8.592	9.715	10.207	11.587
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.29	3.53	3.99	4.19	4.75
第三针	1.407	2.442	2.710	8.026	8.594	9.712	10.205	11.583
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.29	3.52	3.98	4.18	4.74
标准 RRT	0.58±10%		1.15±10%			3.80±10%	4.02±10%	4.64±10%
	0.522-0.638		1.035-1.265			3.42-4.18	3.618-4.422	4.175-5.104

表 3. UHPLC (CHP 流速) 方法的金银花配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5	6	7	8
第一针	0.971	1.673	1.852	5.616	6.015	6.790	7.119	8.087
RRT-1	0.58	1.00	1.11	3.36	3.60	4.06	4.26	4.83
第二针	0.971	1.671	1.849	5.616	6.016	6.787	7.115	8.063
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.36	3.60	4.06	4.26	4.83
第三针	0.969	1.669	1.846	5.619	6.022	6.792	7.121	8.087
RRT-2	0.58	1.00	1.11	3.37	3.61	4.07	4.27	4.85
标准 RRT	0.58±10%		1.15±10%			3.80±10%	4.02±10%	4.64±10%
	0.522-0.638		1.035-1.265			3.42-4.18	3.618-4.422	4.175-5.104

前胡配方颗粒 (Qianhu Peifangkeli)

— 前胡配方颗粒标准方法公示稿 (HPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 250 mm, 内径为 4.6 mm, 粒径为 5 μm); 以甲醇为流动相 A, 以水为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 柱温为 30 °C; 检测波长为 321 nm。理论板数按白花前胡素峰计算应不低于 3000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-20	15→45	85→55
20-65	45→95	55→5
65-70	95	5

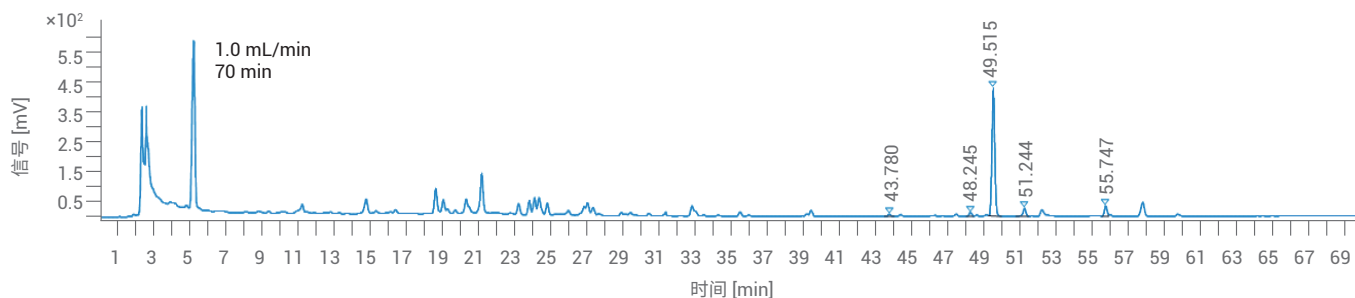


图 6. 前胡配方颗粒标准方法与谱图

— 前胡配方颗粒方法 (安捷伦 UHPLC 方法)

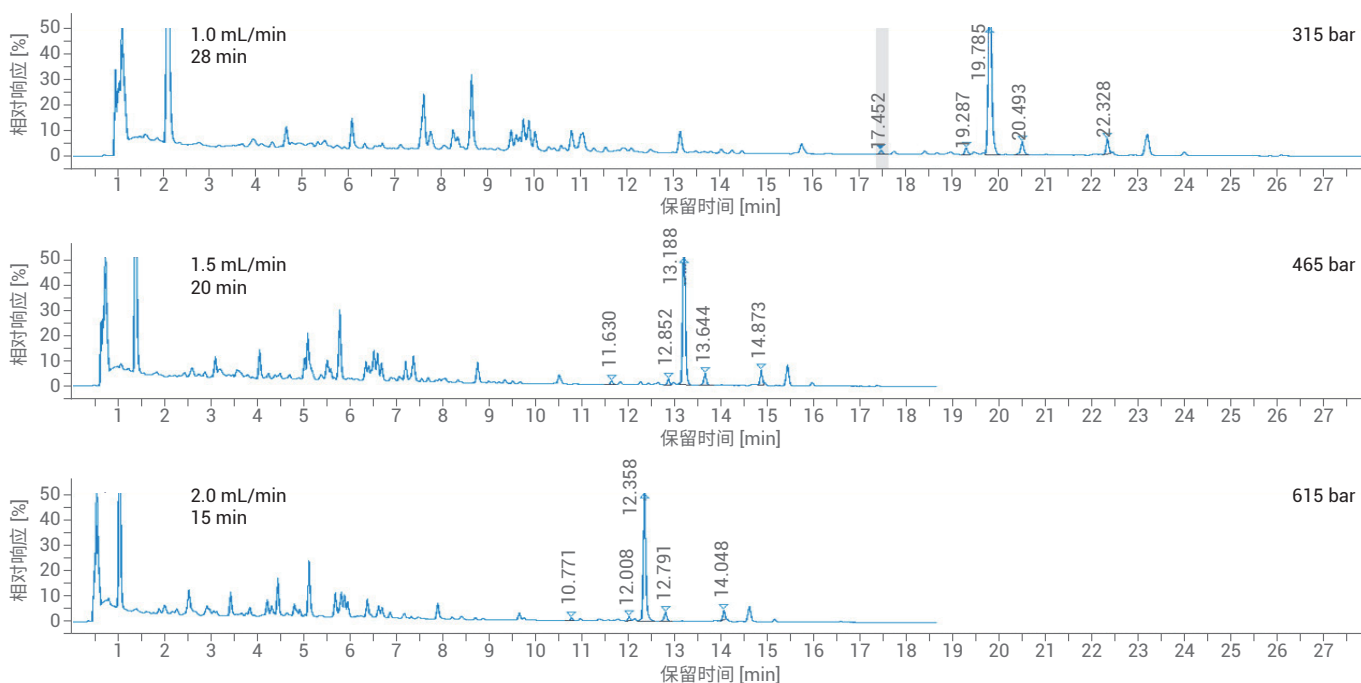


图 7. 前胡配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 4. UHPLC (1.0 mL/min) 方法的前胡配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5
第一针	17.452	19.237	19.795	20.493	22.328
RRT-1	0.882	0.972	1.000	1.035	1.128
第二针	17.449	19.233	19.790	20.487	22.326
RRT-2	0.882	0.972	1.000	1.035	1.128
第三针	17.443	19.281	19.788	20.485	22.323
RRT-2	0.881	0.974	1.000	1.035	1.128
标准 RRT	0.81±10%	0.976±10%		1.034±10%	1.119±10%
	0.729-0.891	0.878-1.073		0.931-1.137	1.007-1.231

表 5. UHPLC (1.5 mL/min) 方法的前胡配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5
第一针	10.771	12.008	12.338	12.791	14.048
RRT-1	0.873	0.973	1.000	1.037	1.139
标准 RRT	0.81±10%	0.976±10%		1.034±10%	1.119±10%
	0.729-0.891	0.878-1.073		0.931-1.137	1.007-1.231

表 6. UHPLC (2.0 mL/min) 方法的前胡配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5
第一针	11.630	12.852	13.188	13.644	14.873
RRT-1	0.882	0.975	1.000	1.035	1.128
标准 RRT	0.81±10%	0.976±10%		1.034±10%	1.119±10%
	0.729-0.891	0.878-1.073		0.931-1.137	1.007-1.231

大青叶配方颗粒 (Daqingye Peifangke)

— 大青叶配方颗粒标准方法公示稿 (HPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 250 mm, 内径为 4.6 mm, 粒径为 5 μm); 以甲醇为流动相 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; 柱温为 30 °C; 检测波长为 260 nm。理论板数按紫丁香苷峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-20	0→2	100→98
20-40	2→20	98→80
40-80	20→45	80→55
80-100	45→70	55→30

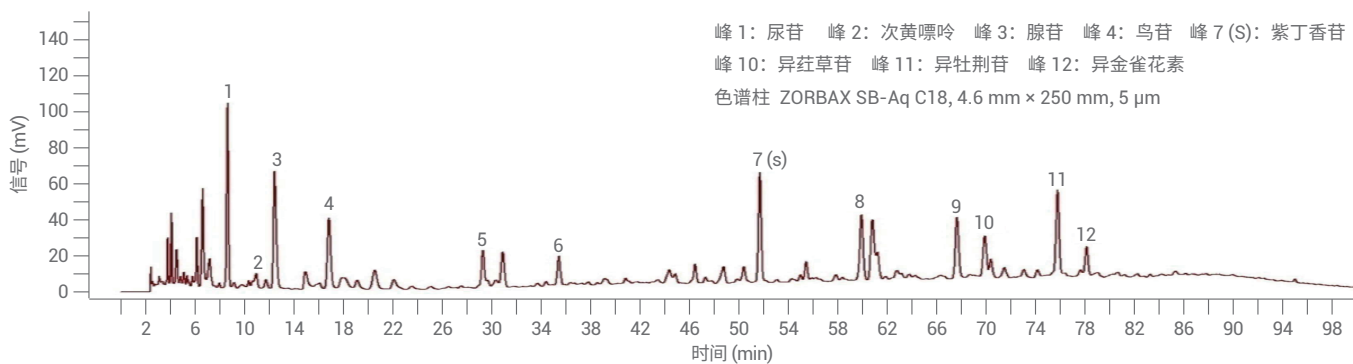


图 8. 大青叶配方颗粒标准方法与谱图

一 大青叶配方颗粒方法（安捷伦 UHPLC 方法）

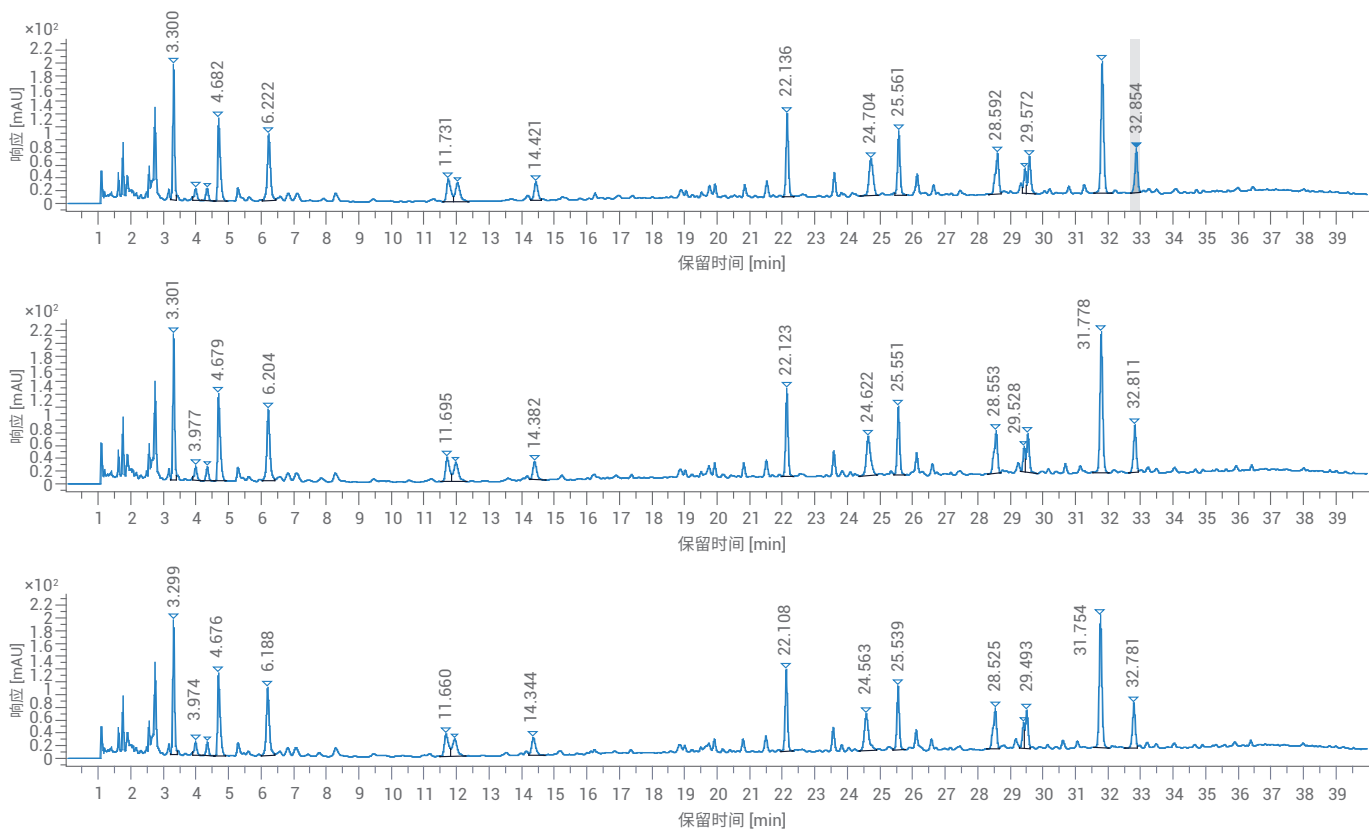


图 9. 大青叶配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 7. UHPLC (0.4 mL/min) 方法的大青叶配方颗粒分析结果

峰号	1	2	3	4	5	6	7	8	8-1	9	10	11	12
第一针	3.300	3.977	4.685	6.222	11.731	14.421	22.136	24.704	25.561	28.592	29.572	31.808	32.681
RRT-1	0.149	0.180	0.212	0.281	0.530	0.651	1.000	1.116	1.155	1.292	1.336	1.437	1.476
第二针	3.301	3.977	4.679	6.204	11.695	14.382	22.123	24.622	25.551	28.553	29.528	31.778	32.881
RRT-2	0.149	0.180	0.211	0.280	0.529	0.650	1.000	1.113	1.155	1.291	1.335	1.436	1.486
第三针	3.299	3.974	4.676	6.188	11.660	14.344	22.108	24.563	25.539	28.525	29.493	31.754	32.781
RRT-2	0.149	0.180	0.212	0.280	0.527	0.649	1.000	1.111	1.155	1.290	1.334	1.436	1.483
标准 RRT					0.567±10%			1.159±10%	1.159±10%	1.308±10%	1.352±10%	1.465±10%	1.511±10%
					0.510-0.627			1.04-1.27	1.04-1.27	1.18-1.44	1.22-1.49	1.32-1.61	1.36-1.66

金钱草配方颗粒 (Jinqiancao Peifangkeli)

— 金钱草配方颗粒标准方法公示稿 (UHPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 100 mm, 内径为 2.1 mm, 粒径为 1.6 μm); 以乙腈为流动相 A, 以 0.2% 磷酸溶液为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.20 mL; 柱温为 30 °C; 检测波长为 364 nm。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-15	12→15	88→85
15-30	15→35	85→65
30.1-35	12	88

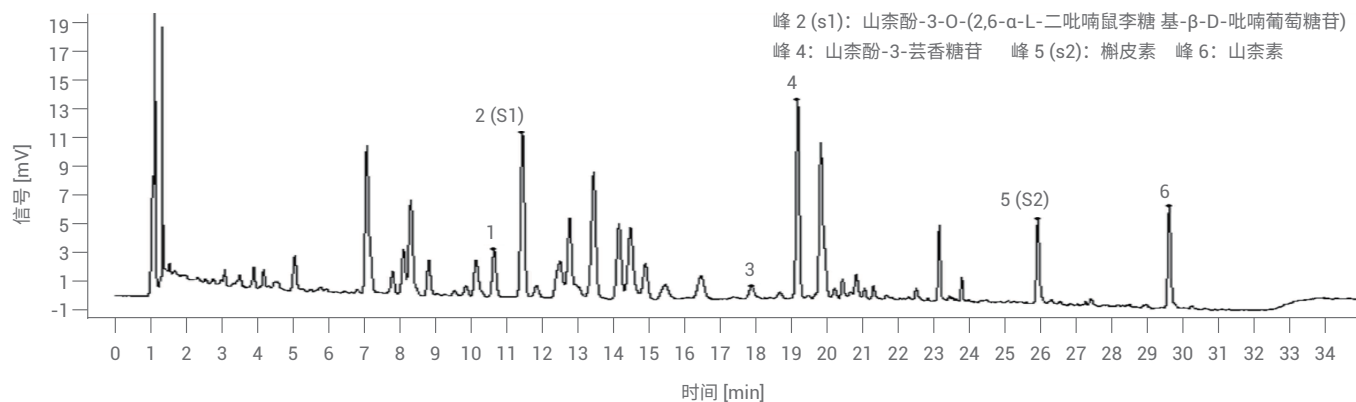


图 10. 金钱草配方颗粒标准方法与谱图

— 金钱草配方颗粒方法 (安捷伦 UHPLC 方法)

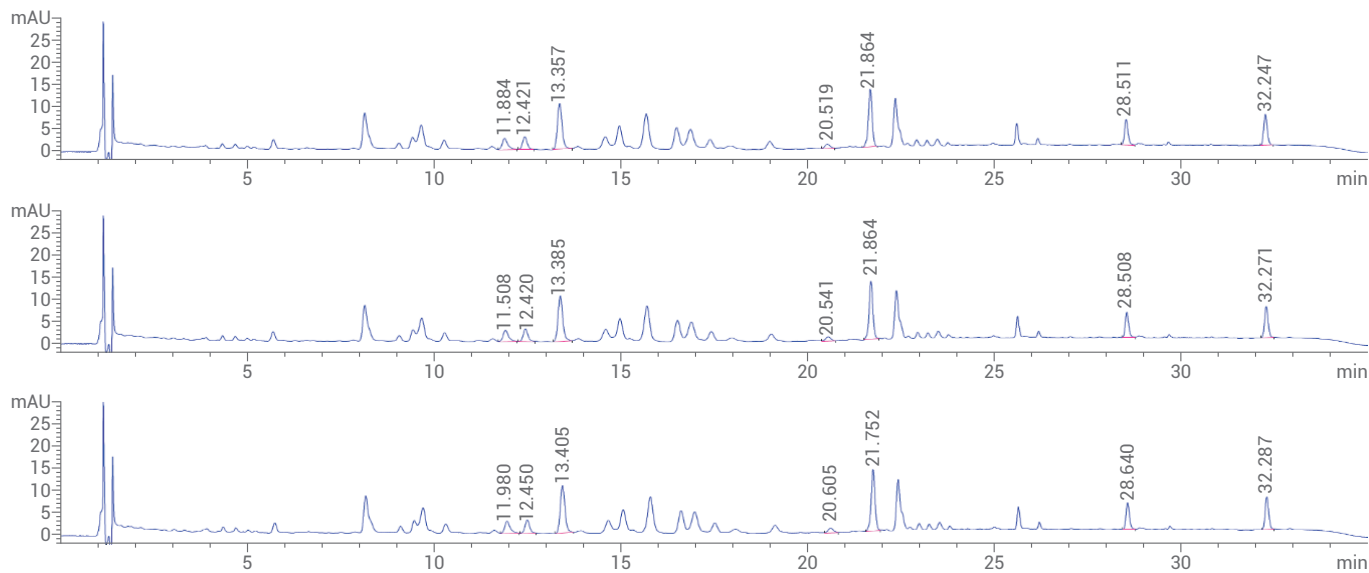


图 11. 金钱草配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 8. UHPLC 方法的金钱草配方颗粒分析结果

色谱柱 1	峰 1 保留时间	峰 2 保留时间	峰 3 保留时间	峰 4 保留时间	峰 5 保留时间	峰 6 保留时间	峰 7 保留时间
第一针	11.884	12.423	13.367	20.513	21.664	28.511	32.247
第二针	11.903	12.443	13.385	20.541	21.696	28.528	32.271
第三针	11.948	12.49	13.446	20.605	21.752	28.549	32.287
平均值	11.912	12.452	13.399	20.553	21.704	28.529	32.268
RRT	0.42	0.44	0.47	0.72	0.76		
RRT±10%	0.41±10%	0.43±10%	0.46±10%	0.71±10%	0.75±10%		
	(0.369-0.451)	(0.387-0.473)	(0.414-0.506)	(0.639-0.781)	(0.675-0.825)		

色谱柱 1	峰 1 峰面积	峰 2 峰面积	峰 3 峰面积	峰 4 峰面积	峰 5 峰面积	峰 6 峰面积	峰 7 峰面积
第一针	25.3	24.6	90.6	8.8	91.9	36.3	46.4
第二针	25.5	25.3	91.1	9.5	92.5	36.7	46.9
第三针	25.4	25.8	90.9	9.4	92.1	36.2	46.1
平均值	25.4	25.2	90.9	9.2	92.2	36.4	46.5
相对峰面积	0.698	0.693	2.496	0.254	2.532	1.000	1.277
相对峰面积范围	0.116-1.524	0.480-6.430	0.962-8.558	0.112-3.129	1.148-8.099	1.000	0.642-1.915

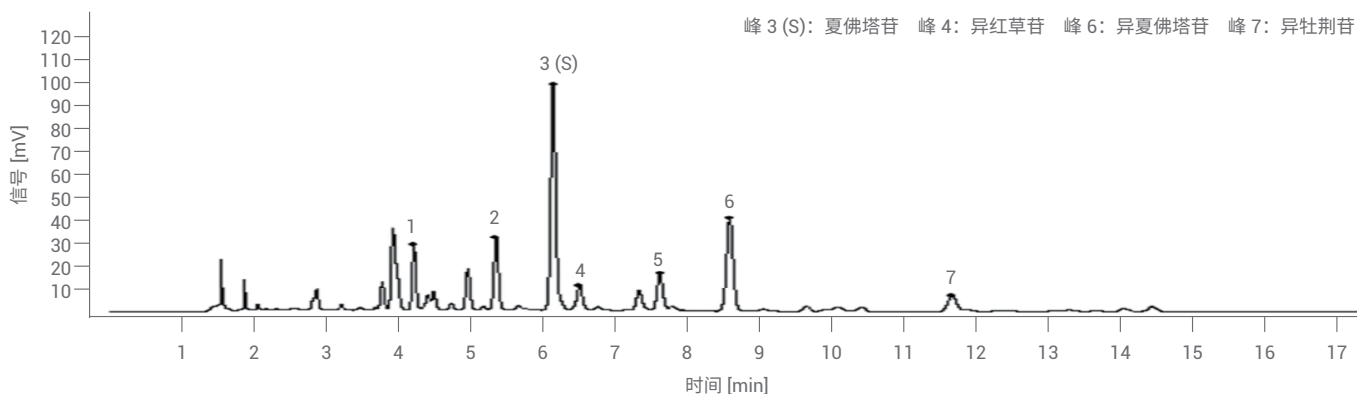
广金钱草配方颗粒 (Guangjinqiancao Peifangkeli)

— 广金钱草配方颗粒标准方法公示稿 (UHPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 150 mm, 内径为 2.1 mm, 粒径为 1.6 μm); 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; 流速为每分钟 0.20 mL; 柱温为 30 °C; 检测波长为 340 nm。理论板数按夏佛塔苷峰计算应不低于 10000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-10	15	85
10-11	15→16	85→84
11-15	16	84



— 广金钱草配方颗粒方法（安捷伦 UHPLC 方法）

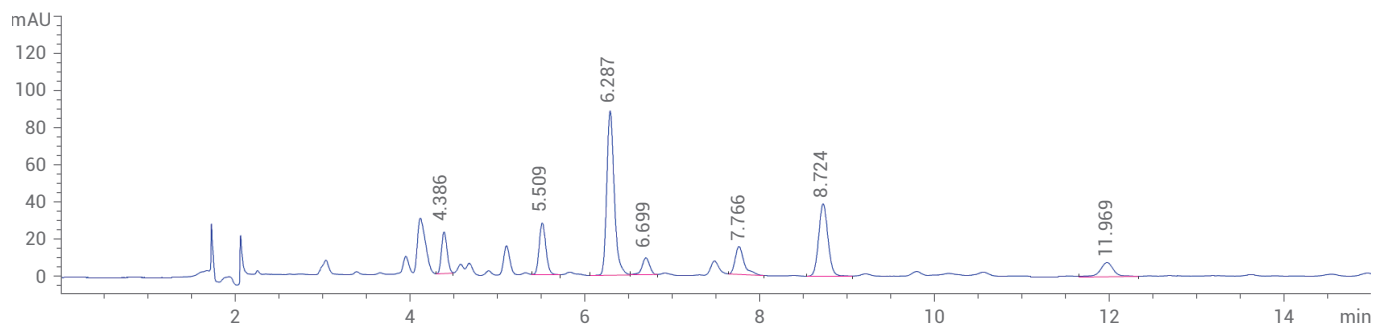


图 13. 广金钱草配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 9. UHPLC 方法的广金钱草配方颗粒分析结果

色谱柱 1	峰 1 保留时间	峰 2 保留时间	峰 3 保留时间	峰 4 保留时间	峰 5 保留时间	峰 6 保留时间	峰 7 保留时间
第一针	4.871	6.212	7.166	7.587	9.003	10.199	13.556
第二针	4.856	6.187	7.129	7.540	8.937	10.114	13.461
第三针	4.863	6.200	7.147	7.567	8.983	10.170	13.522
平均值	4.863	6.200	7.147	7.565	8.974	10.161	13.513
RRT	0.680	0.867	1.000	1.058	1.256	1.422	1.891
RRT±10%	0.68±10%	0.87±10%		1.06±10%	1.25±10%	1.41±10%	1.92±10%
	(0.612-0.748)	(0.783-0.957)		(0.954-1.166)	(1.125-1.375)	(1.269-1.551)	(1.728-2.112)

色谱柱 1	峰 1 峰面积	峰 2 峰面积	峰 3 峰面积	峰 4 峰面积	峰 5 峰面积	峰 6 峰面积	峰 7 峰面积
第一针	98.066	138.960	519.084	61.571	115.455	279.561	62.709
第二针	93.375	132.972	493.095	57.291	104.279	270.496	51.176
第三针	92.939	133.265	496.272	56.827	108.679	270.269	60.948
平均值	94.793	135.066	502.817	58.563	109.471	273.442	58.278
相对峰面积						0.544	
相对峰面积范围						0.366-0.823	

墨旱莲配方颗粒 (Mohanlian Peifangkeli)

— 墨旱莲配方颗粒标准方法公示稿 (UHPLC 方法)

【特征图谱】 照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 100 mm, 内径为 2.1 mm, 粒径为 1.8 μm); 以乙腈为流动相 A, 以三乙胺磷酸缓冲液 (含 0.8% 三乙胺, 0.53% 磷酸) 为流动相 B, 按下表中的规定进行梯度洗脱; 流速为每分钟 0.3 mL; 柱温为 30 °C; 检测波长为 330 nm。理论板数按萹苣菊内酯峰计算应不低于 6000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-3	11→16	89→84
3-9	16	84
9-20	16→20	84→80
20-34	20	80
34-40	20→80	80→20
40-41	80→11	20→89
41-50	11	89

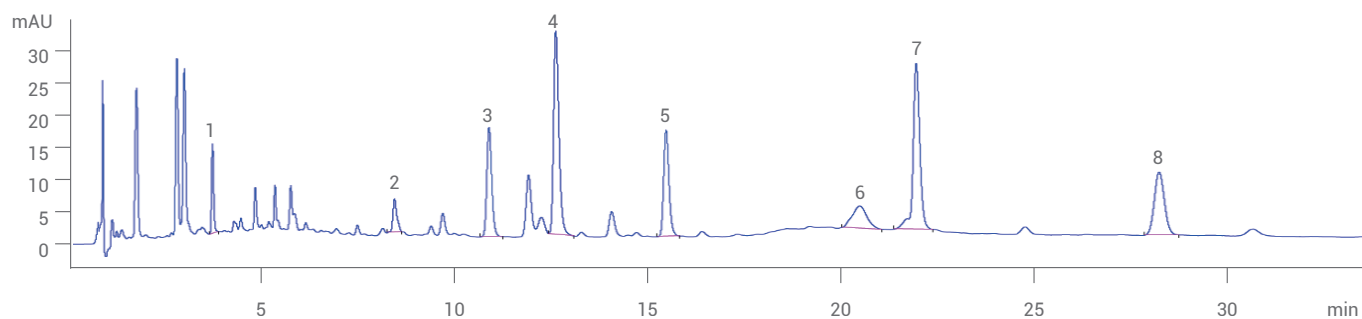


图 14. 墨旱莲配方颗粒标准方法与谱图

— 墨旱莲配方颗粒方法 (安捷伦 UHPLC 方法)

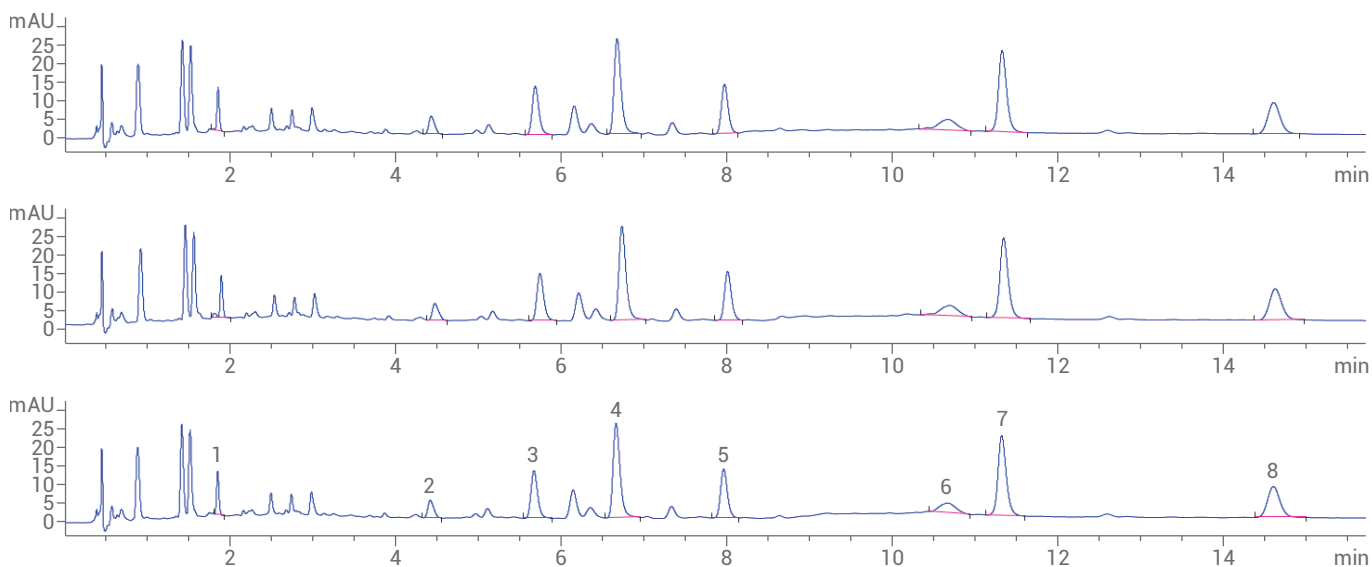


图 15. 墨旱莲配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 10. UHPLC 方法的墨旱莲配方颗粒分析结果

色谱柱 1	峰 1 保留时间	峰 2 保留时间	峰 3 保留时间	峰 4 保留时间	峰 5 保留时间	峰 6 保留时间	峰 7 保留时间	峰 8(s) 保留时间
第一针	1.848	4.401	5.616	6.627	7.956	10.645	11.312	14.591
第二针	1.853	4.403	5.612	6.619	7.966	10.652	11.317	14.595
第三针	1.893	4.402	5.619	6.628	8.004	10.679	11.335	14.613
平均值	1.865	4.402	5.616	6.625	7.975	10.662	11.321	14.600
RRT	0.128	0.302	0.385	0.454		0.730	0.775	1.000
RRT±10%	0.13±10%	0.28±10%	0.37±10%	0.43±10%		0.73±10%	0.79±10%	
	0.117-0.143	0.252-0.308	0.333-0.407	0.387-0.473		0.657-0.803	0.711-0.869	

色谱柱 1	峰 1 峰面积	峰 2 峰面积	峰 3 峰面积	峰 4 峰面积	峰 5 峰面积	峰 6 峰面积	峰 7 峰面积	峰 8(s) 峰面积
第一针	27.3	23.9	73.8	152.3	75.7	44.7	150.8	87.6
第二针	23.7	23.8	73.1	152	74.6	44.5	150.2	86.7
第三针	23.1	23.5	72.3	150.5	74.8	35.9	148.5	86.8
平均值	24.7	23.7	73.1	151.6	75.0	41.7	149.8	87.0
相对峰面积		0.273						
标准相对峰面积 (不低于)		0.26						

甘草配方颗粒 (Gancao Peifangkeli)

— 甘草配方颗粒标准方法公示稿 (UHPLC 方法)

【特征图谱】照高效液相色谱法 (中国药典 2015 年版 通则 0512) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂 (柱长为 100 mm, 内径为 2.1 mm, 粒径为 2.2 μm); 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; 流速为每分钟 0.3 mL; 柱温为 30 °C; 检测波长为 237 nm。理论板数按甘草酸峰计算应不低于 5000。

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0-1	5→27	95→73
1-2	27	73
2-10	27→46	73→54
10-16	46→64	54→36
16-24	64→95	36→5
24-25	95	5

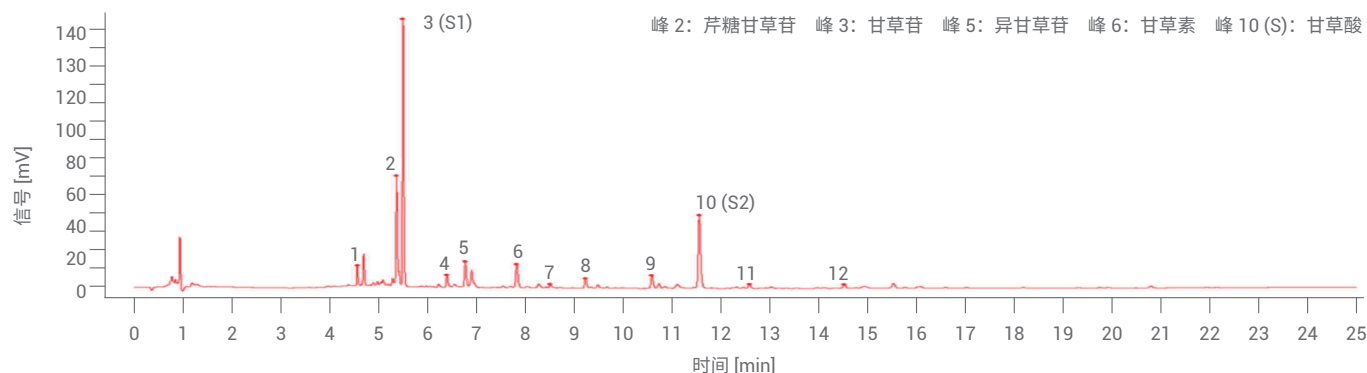


图 16. 甘草配方颗粒标准方法与谱图

— 甘草配方颗粒方法（安捷伦 UHPLC 方法）

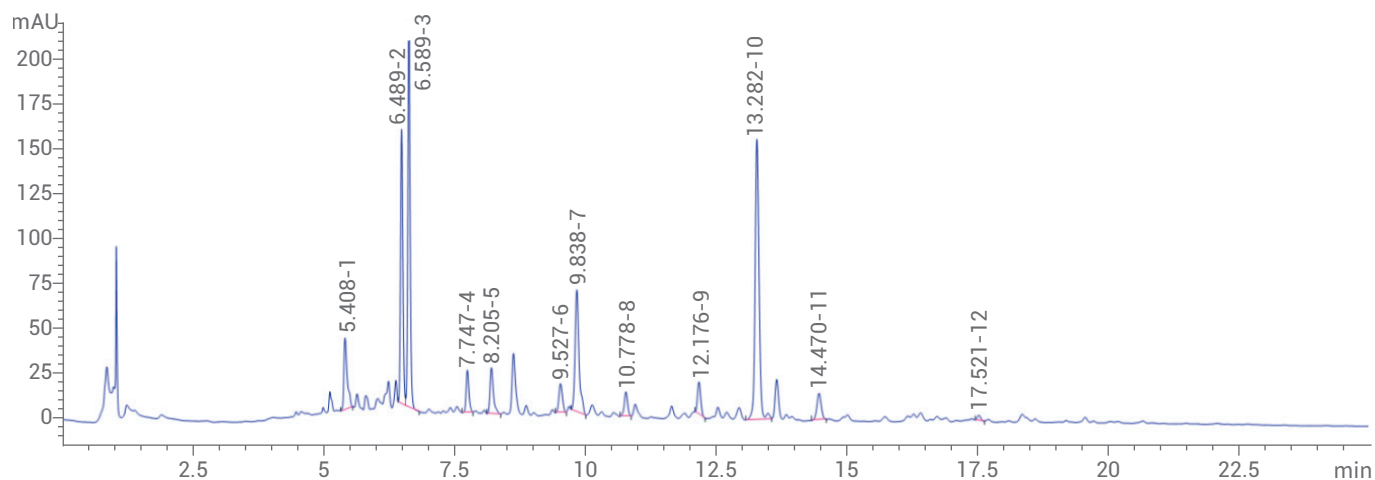


图 17. 甘草配方颗粒安捷伦方法所得谱图

表 11. UHPLC 方法的甘草配方颗粒分析结果

	峰 1	峰 2	峰 3 (S)	峰 4	峰 5	峰 6	峰 7	峰 8	峰 9	峰 10 (S)	峰 11	峰 12
RT	5.41	6.49	6.63	7.75	8.21	9.53	9.84	10.78	12.18	13.28	14.47	17.53
RRT	0.82	0.98		1.17	1.24	1.44	1.48	1.63	0.92		1.09	1.32
RRT±10%	0.83	0.98		1.16	1.23	1.42	1.55	1.68	0.92		1.09	1.26
	0.747-0.913	0.882-1.708		1.044-1.276	1.107-1.353	1.278-1.562	1.395-1.705	1.512-1.848	0.828-1.102		0.981-1.199	1.134-1.386

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

安捷伦视界

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2020
2020年4月17日，中国印刷

