

【一】品种说明

【来源】本品为伞形科植物白芷 *Angelica dahurica*(Fisch. ex Hoffm.)Benth.et Hook.f. 的干燥根经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

【制法】取白芷饮片 3000 g,加水煎煮,滤过,滤液浓缩成清膏(干浸膏出膏率为 20%~33%),加入辅料适量,干燥(或干燥,粉碎),再加入辅料适量,混匀,制粒,制成 1000 g,即得。

【性状】本品为浅黄色至棕黄色的颗粒;气芳香,味辛,微苦。

【二】特征图谱

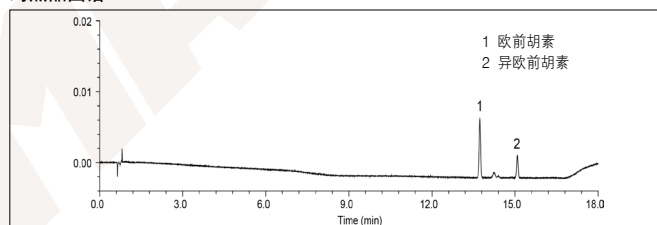
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取白芷对照药材 0.6 g,置具塞锥形瓶中,加水 20 mL,加热回流 20 分钟,放冷,离心,取上清液 10 mL,加甲醇 10 mL,摇匀,滤过,取续滤液,作为对照药材参照物溶液;另取欧前胡素对照品、异欧前胡素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每 1 mL 含欧前胡素 10 μ g、异欧前胡素 2 μ g 的混合溶液,作为对照品参照物溶液。
	供试品溶液 取本品适量,研细,取约 0.2 g,置具塞锥形瓶中,加甲醇 20 mL,超声处理 20 分钟,放冷,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2、分析条件

色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 乙腈		B: 0.1% 乙酸溶液
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~5.5	15 → 28	85 → 72
	5.5~7.0	28 → 40	72 → 60
	7.0~9.5	40	60
	9.5~15.5	40 → 65	60 → 35
	15.5~18	65 → 15	35 → 85
流速	0.35 mL/min		
进样量	1 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	300 nm		
仪器	Waters H-class UPLC		

对照品图谱

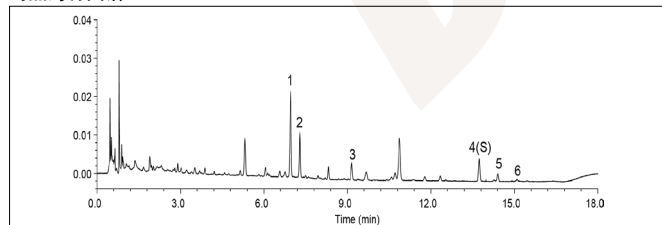


峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	13.733	30520	313098	—
2	15.085	11245	436505	13.81

* 理论板数按欧前胡素峰计算应不低于 3000。

3、实验图谱

对照药材图谱



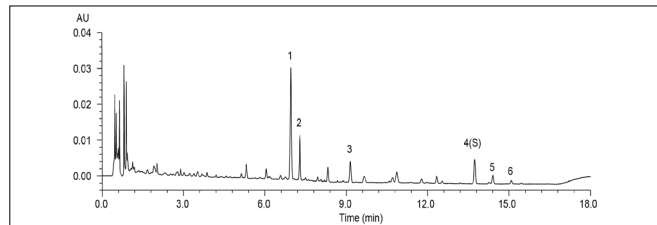
峰 1: 水合氧化前胡素; 峰 2: 白当归素; 峰 3: 佛手柑内酯; 峰 4(S): 欧前胡素; 峰 5: 珊瑚菜素; 峰 6: 异欧前胡素

色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m

峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	6.955	65369	122890	—
2	7.288	29030	182060	4.40
3	9.154	14484	168504	23.04
4(S)	13.736	21346	342991	48.38
5	14.409	6469	377881	7.24
6	15.090	1862	228133	7.48

* 理论板数按欧前胡素峰计算应不低于 3000。

供试品图谱



峰 1: 水合氧化前胡素; 峰 2: 白当归素; 峰 3: 佛手柑内酯; 峰 4(S): 欧前胡素; 峰 5: 珊瑚菜素; 峰 6: 异欧前胡素

色谱柱: Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m

峰号	保留时间 (min)	相对保留时间	相对保留时间规定值 \pm 10% 的范围	规定值 \pm 10% 的范围	峰面积 (μ V*s)	相对峰面积	相对峰面积规定值	理论塔板数 *	分离度
1	6.958	0.51	0.49	0.44~0.54	94859	3.777	\geq 0.713	120211	—
2	7.289	0.53	0.52	0.47~0.57	31764	—	—	183591	4.40
3	9.150	0.67	0.67	0.60~0.74	19634	0.782	\geq 0.338	174572	22.83
4(S)	13.738	—	1.00	—	25116	—	1.000	316901	47.16
5	14.409	1.05	1.05	0.95~1.16	8194	0.326	\geq 0.220	349477	6.94
6	15.084	—	—	—	3073	—	—	367579	7.58

* 理论板数按欧前胡素峰计算应不低于 3000。

4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测白芷配方颗粒的特征峰, 供试品色谱中呈现 6 个特征峰, 并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 2 个峰分别与相应对照品参照物峰的保留时间相对应。与欧前胡素参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算峰 1、峰 2、峰 3、峰 5 与 S 峰的相对保留时间分别为 0.51(峰 1)、0.53(峰 2)、0.67(峰 3)、1.05(峰 5), 在规定值的 \pm 10% 范围之内; 计算峰 1、峰 3、峰 5 与 S 峰的相对峰面积分别为 3.777(峰 1) 不低于 0.713、0.782(峰 3) 不低于 0.338、0.326(峰 5) 不低于 0.220, 在规定的范围内。

【三】含量测定

1、样品制备

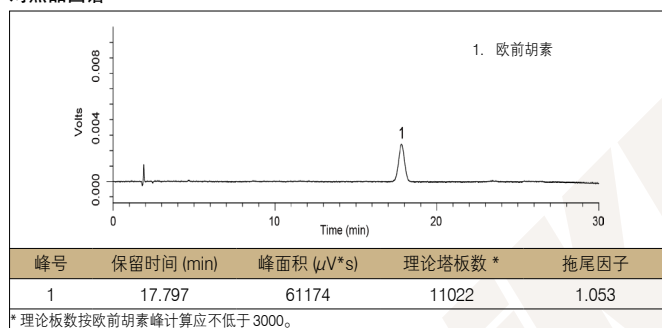
制备方法	对照品溶液 取欧前胡素对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1 mL含5 μ g的溶液,即得。
	供试品溶液 取本品适量,研细,取约0.2 g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入稀乙醇20 mL,称定重量,超声处理30分钟,放冷,再称定重量,用稀乙醇补足减失的重量,摇匀,滤过,取续滤液,即得。

2、分析条件

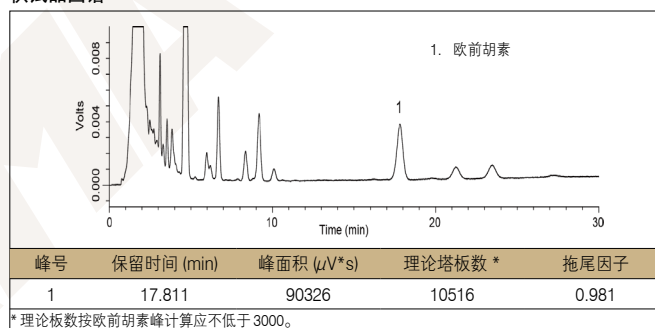
色谱柱	Diamonsil [®] Plus C18, 4.6 mm x 150 mm, 5 μ m (Cat# 99401)
流动相	甲醇:水 = 55:45
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μ L
柱温	25 $^{\circ}$ C
检测波长	300 nm
仪器	岛津 LC-20A

3、实验图谱

对照品图谱



供试品图谱



4、实验结果

经测定本品每1 g含欧前胡素($C_{16}H_{14}O_4$)的量为0.74 mg,在方法规定的范围内(0.25 mg~1.20 mg)。