

【一】品种说明

【来源】本品为伞形科植物重齿毛当归 *Angelica pubescens* Maxim. f. *biserrata* Shanet Yuan 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】取独活饮片 1700 g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为 35%~45%），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】本品为黄棕色至棕色颗粒；有特异香气，味苦、辛、微麻舌。

【二】特征图谱

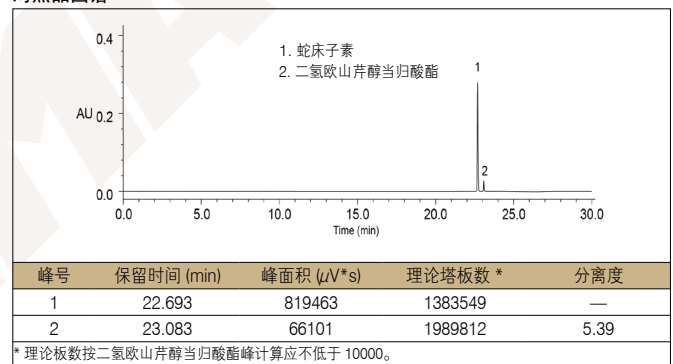
1、样品制备

制备方法	参照物溶液 取独活对照药材 0.4 g，置具塞锥形瓶中，加水 30 mL，回流提取 30 分钟，放冷，离心，取上清液蒸干，加 70% 甲醇 20 mL，超声处理 20 分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。分别取蛇床子素、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含蛇床子素 20 μ g、含二氢欧山芹醇当归酸酯 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，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 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。

2、分析条件

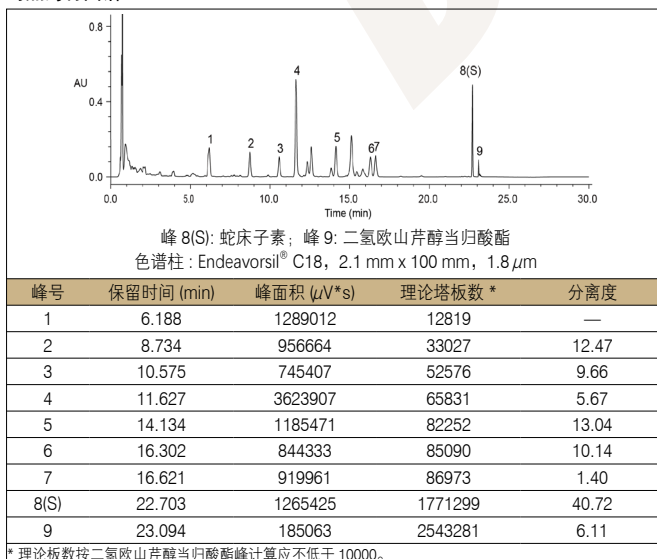
色谱柱	Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003)		
流动相	A: 甲醇	B: 水	
	时间 / 分钟	A/%	B/%
	0~2	30 → 35	70 → 65
	2~10	35 → 45	65 → 55
	10~18	45 → 51	55 → 49
	18~23	51 → 90	49 → 10
	23~25	90	10
流速	0.3 mL/min		
进样量	5 μ L		
柱温	35 $^{\circ}$ C		
检测波长	330 nm		
仪器	Waters ACQUITY H-Class UPLC		

对照品图谱

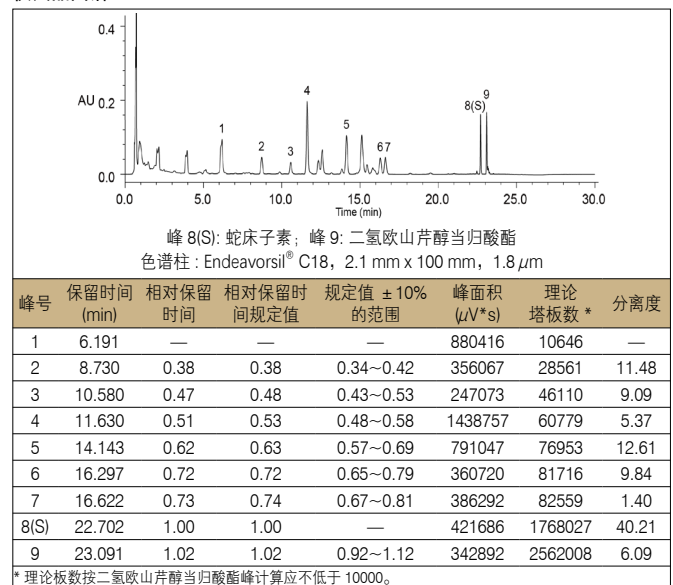


3、实验图谱

对照药材图谱



供试品图谱



4、实验结果

使用色谱柱 Endeavorsil® C18, 2.1 mm x 100 mm, 1.8 μ m (Cat# 87003) 检测独活配方颗粒的特征峰，供试品色谱中呈现 9 个特征峰，并与对照药材参照物色谱中的 9 个特征峰保留时间相对应，其中峰 8、峰 9 分别与蛇床子素对照品、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品参照峰保留时间相对应，与蛇床子素参照物峰相应的峰为 S 峰，计算峰 2、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6、峰 7、峰 9 与 S 峰的相对保留时间分别为 0.38(峰 2)、0.47(峰 3)、0.51(峰 4)、0.62(峰 5)、0.72(峰 6)、0.73(峰 7)、1.02(峰 9)，均在规定值的 \pm 10% 范围之内，符合方法要求。

【三】含量测定

1、样品制备

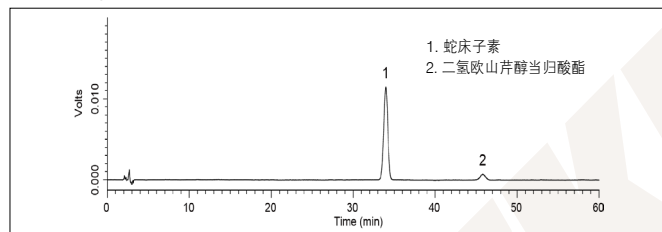
制备方法	对照品溶液 分别取蛇床子素、二氢欧山芹醇当归酸酯对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含蛇床子素 20 μ g、含二氢欧山芹醇当归酸酯 2 μ g 的混合溶液，即得。
	供试品溶液 取本品适量，研细，取约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 20 mL，密塞，称定重量，超声处理 20 分钟，放冷，再称定重量，用 70% 甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2、分析条件

色谱柱	Platisil® ODS, 4.6 mm x 250 mm, 5 μ m (Cat# 99503)
流动相	乙腈:水 = 49:51
流速	1.0 mL/min
进样量	10 μ L
柱温	35 $^{\circ}$ C
检测波长	330 nm
仪器	岛津 LC-20A

3、实验图谱

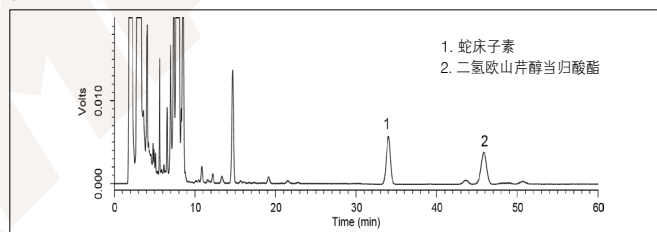
对照品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	33.971	395360	21513	—
2	45.809	32627	22404	11.01

* 理论板数按二氢欧山芹醇当归酸酯峰计算应不低于 6000。

供试品图谱



峰号	保留时间 (min)	峰面积 (μ V*s)	理论塔板数 *	分离度
1	33.987	202027	21714	—
2	45.832	181950	20825	10.80

* 理论板数按二氢欧山芹醇当归酸酯峰计算应不低于 6000。

4、实验结果

经测定本品每 1 g 含蛇床子素 ($C_{15}H_{16}O_3$) 量为 1.0 mg，在方法规定的范围内 (0.6 mg~1.8 mg)；含二氢欧山芹醇当归酸酯 ($C_{19}H_{20}O_5$) 量为 1.1 mg，不在方法规定的范围内 (0.15 mg~0.66 mg)。