

岛津 Nexera LC-40 应用于羌活药材特征图谱的分析

LC-196

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，参考 2015 版《中国药典》特征图谱分析条件对羌活药材的特征图谱进行了分析。实验结果显示：羌活醇色谱峰的理论塔板数为 35695，符合系统适用性要求；空白溶液在羌活 4 个特征峰位置无明显色谱峰，不干扰分析测定；羌活对照提取物溶液连续 6 次进样，各峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.028%~0.042% 和 0.166%~0.184% 之间，仪器精密度良好；待测药材与对照提取物中特征峰的保留时间一致，符合药典规定。

关键词： Nexera LC-40 高效液相色谱仪 羌活 药材 特征图谱

中药羌活为伞形科植物羌活或宽叶羌活的干燥根茎和根。中药羌活性温、味辛苦，归膀胱、肾经，具有解表散寒，祛风除湿，止痛的功效。用于风寒感冒，头痛项强，风湿痹痛，肩背酸痛。此外，羌活和其他多味药材组合的中医方剂对轻型和普通型新型冠状病毒肺炎（Corona Virus Disease 2019, COVID-19）感染者有良好的治疗作用，在国家卫生健康委员会公布的多个版本的《新型冠状病毒感染的肺炎诊疗方案》被推荐。

羌活根茎的化学成分比较复杂，除糖类、氨基酸、有机酸、甾醇类化合物外，主要还包含挥发油、香豆素类化合物等。中药特征图谱是一种多指标的质量控

制模式，它可以比较全面的反映所含化学成分的种类和数量，从而全面、综合地反映和控制中药的质量。目前中药特征图谱的测定方法较多，以色谱法和光谱法为主。其中，高效液相色谱法以其强大的分离能力和快捷的分析速度而成为目前研究中药化学特征图谱的常用方法，并在多版《中国药典》的指纹图谱及特征图谱分析中得到了广泛的应用。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱系统对羌活药材的特征图谱进行分析，该系统稳定性好，重复性高，特征图谱满足药典要求，能够为羌活药材质量控制提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，包括 CBM-40A Lite 系统控制器，DGU-405 脱气机，LC-40B XR 输送泵，SIL-40C XR 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-M40 检测器，LabSolutions Ver. 5.98 色谱工作站。



图 1 岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 色谱柱（250 mm× 4.6 mm I.D., 5 μm）

流动相：A: 0.1% 磷酸水溶液； B: 乙腈

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

检测波长：246 nm

进样体积：10 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 48%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
6.00	Pumps	Pump B Conc.	53
12.00	Pumps	Pump B Conc.	53
20.00	Pumps	Pump B Conc.	80
30.00	Pumps	Pump B Conc.	80
30.01	Pumps	Pump B Conc.	48
35	Controller	Stop	

■ 样品前处理

对照提取物溶液的制备：取羌活对照提取物 10 mg，精密称定，置 5 mL 量瓶中，加甲醇溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

供试品溶液制备：取本品粉末（过三号筛）约 0.4 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 50 mL，称定重量，超声处理 30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

■ 结果与讨论

3.1 特征图谱

按照 1.2 中色谱分析条件，对空白溶剂、羌活对照提取物溶液和供试品溶液分别上机分析，空白溶剂色谱图如图 2，目标物出峰处无干扰。对照提取物和供试品特征图谱见图 3、4 所示。

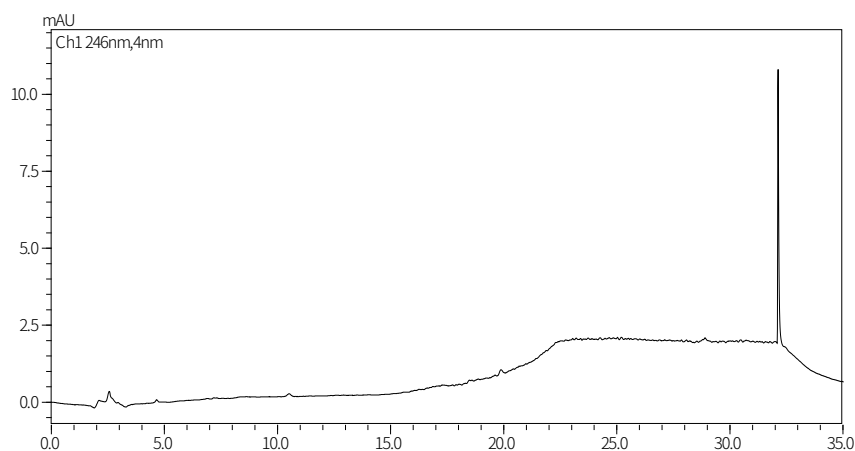


图 2 空白溶剂色谱图

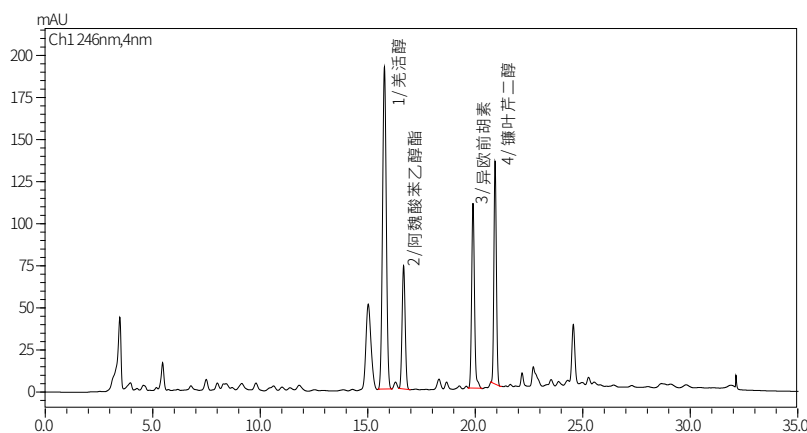


图 3 羌活对照提取物特征图谱

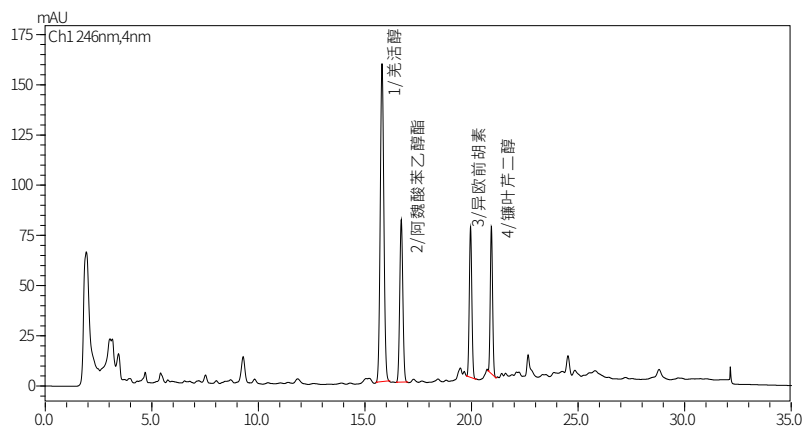


图 4 供试品溶液色谱图

3.2 系统适用性考察结果

羌活对照提取物溶液中 4 个主要特征峰的理论塔板数结果如下表所示：

表 2 系统适用性结果

名称	羌活醇	阿魏酸苯乙醇酯	异欧前胡素	镰叶芹二醇
理论塔板数	35695	56712	99923	135220

2015 版《中国药典》羌活特征图谱中系统适用性项下规定羌活醇的理论塔板数不得低于 18000，本实验结果符合药典规定。

3.3 供试品和对照提取物特征图谱对比结果

取 2 g 均质后的空白样品，添加氟乐灵标准溶液，加标量为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，按照上述前处理方法处理后上机，平行处理 3 份，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 3。

表 3 供试品和对照提取物特征图谱中特征峰的保留时间 (min)

名称	羌活醇	阿魏酸苯乙醇酯	异欧前胡素	镰叶芹二醇
	保留时间 (min)	保留时间 (min)	保留时间 (min)	保留时间 (min)
对照提取物	15.773	16.665	19.895	20.922
供试品	15.798	16.701	19.954	20.932

上述结果表明：供试品中 4 个主要特征峰于对照提取物中的 4 个主要特征峰保留时间一致，符合药典规定。

3.4 精密度实验

Nexera LC-40 液相色谱系统采用更加节约空间的二元输液泵一体化设计，最大耐压 70 MPa，可轻松实现延时短且精度高的高压梯度，流量精确度的误差在 0.06%。本实验中将羌活对照提取物溶液连续进样 6 次，考察仪器精密度。4 个特征峰的保留时间和峰面积 RSD 值分别在 0.028%~0.042% 和 0.166%~0.184% 之间，表明仪器精密度良好，详见图 5 和表 3。

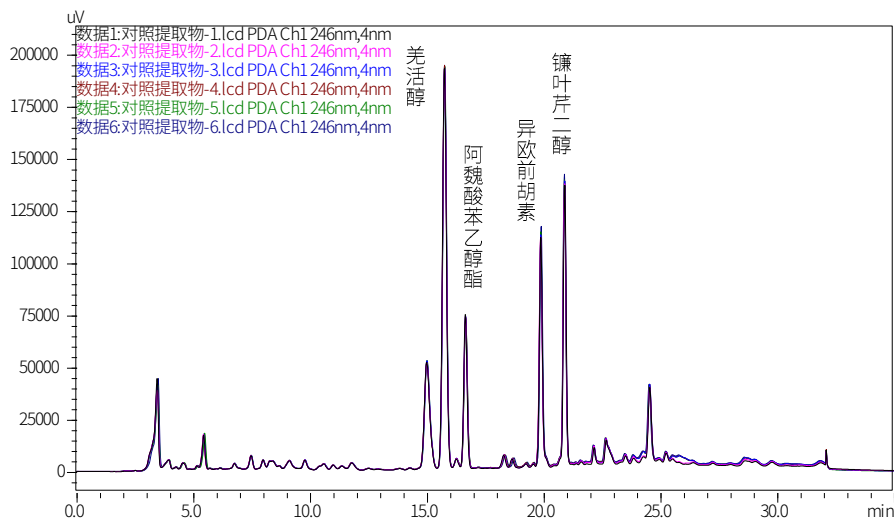


图 5 羌活对照提取物溶液精密度测试色谱图 (n=6)

表 3 羌活对照提取物溶液精密度测试结果 (n=6)

峰号	羌活醇		阿魏酸苯乙醇酯		异欧前胡素		镰叶芹二醇	
	保留时间 (min)	峰面积	保留时间 (min)	峰面积	保留时间 (min)	峰面积	保留时间 (min)	峰面积
1	15.773	2325294	16.665	735386	19.895	1014734	20.922	1060924
2	15.777	2322545	16.671	735580	19.887	1013061	20.914	1059256
3	15.781	2329261	16.674	736861	19.895	1016297	20.917	1061873
4	15.777	2331371	16.678	738041	19.891	1017856	20.912	1062376
5	15.786	2328457	16.682	736161	19.896	1016213	20.910	1061490
6	15.777	2333182	16.682	738240	19.911	1017931	20.905	1064669
RSD(%)	0.028	0.168	0.040	0.166	0.042	0.184	0.028	0.168

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，对羌活药材的特征图谱进行了分析。实验结果显示：羌活醇色谱峰的理论塔板数为 35695，符合系统适用性要求；空白溶液在羌活 4 个特征峰位置无明显色谱峰，不干扰分析测定；羌活对照提取物溶液连续 6 次进样，各峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.028%~0.042% 和 0.166%~0.184% 之间，仪器精密度良好；待测药材与对照提取物中特征峰的保留时间一致，符合药典规定。

岛津应用云

