

使用岛津 Nexera LC-40 XS 进行陈皮配方颗粒特征图谱分析

LC-217

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 XS 高效液相色谱仪，参考国家药典委员会公示的《陈皮配方颗粒》质量标准中的色谱条件，对陈皮配方颗粒特征图谱进行了分析。实验结果显示：在本系统下，橙皮苷色谱峰的理论塔板数大于 15000，符合系统适用性要求；空白溶液在 5 个特征峰位置处无明显色谱峰，不干扰特征图谱分析；供试品溶液连续进样 6 次，各特征峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.010%~0.067% 和 1.718%~1.947% 之间，仪器精密度高；待测样品特征图谱中呈现与参照物特征图谱对应的特征峰，各特征峰的相对保留时间均在规定值的 $\pm 10\%$ 之内，峰 1、4、5 的相对峰面积均符合标准规定。

关键词： NEXERA LC-40 XS 高效液相色谱仪 陈皮 配方颗粒 特征图谱

陈皮为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮。陈皮性温，味苦、辛，具有理气健脾、燥湿化痰的功效，主要用于治疗脘腹胀满、食少吐泻、咳嗽痰多。

中药配方颗粒也称“单味中药浓缩颗粒”、“中药新型颗粒饮片”、“免煎饮片”等，是以符合炮制规范的中药饮片为原料，经现代工艺提取、浓缩、干燥、制剂精制而成的纯中药产品系列。2019 年 11 月 8 日，

国家药典委员会发布了《关于中药配方颗粒品种试点统一标准的公示》，160 个中药配方颗粒品种拥有了试点统一标准，为中药配方颗粒的质量控制提供了依据。

本实验采用 Nexera LC-40 XS 高效液相色谱仪对标准中的陈皮配方颗粒进行了特征图谱分析，该系统稳定性好，重复性高，特征图谱满足药典委员会公示的陈皮配方颗粒质量标准的要求，能够为陈皮配方颗粒的质量控制提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 XS 液相色谱仪，包括 LC-40 系统控制器，LC-40D XS 输送泵，LC-40C XS 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-40 紫外检测器，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。



图 1 Nexera LC-40 XS 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶柱（100 mm× 2.1mm I.D., 2.2 μm）

流动相：A：0.5% 冰醋酸溶液；B：乙腈

流速：0.4 mL/min

柱温：25°C

检测波长：283 nm

进样体积：1 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 13%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
15	Pumps	Pump B Conc.	20
25	Pumps	Pump B Conc.	34
44	Pumps	Pump B Conc.	42
45	Pumps	Pump B Conc.	95
50	Pumps	Pump B Conc.	95
50.1	Pumps	Pump B Conc.	13
55	Controller	Stop	

■ 样品前处理

对照药材参照物溶液的制备：取陈皮对照药材 1.0 g，置具塞锥形瓶中，加甲醇 100 mL，密塞，超声处理（功率 600 W，频率 40 kHz）60 分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

对照品参照物溶液的制备：取柚皮芸香苷、橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 100 μg 的混合溶液，即得。

供试品溶液的制备：取陈皮配方颗粒适量，研细，取约 0.2 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（功率 600 W，频率 40 kHz）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 色谱图

按照 1.2 中色谱分析条件，对空白溶剂、对照药材参照物溶液、对照品参照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。对照品参照物、对照药材参照物和供试品色谱图见图 3-5，其中峰 1 为柚皮芸香苷、峰 2（S）为橙皮苷。

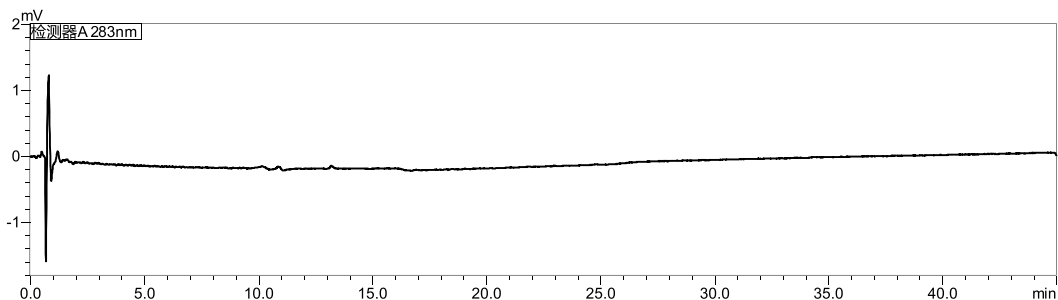


图 2 空白溶剂色谱图

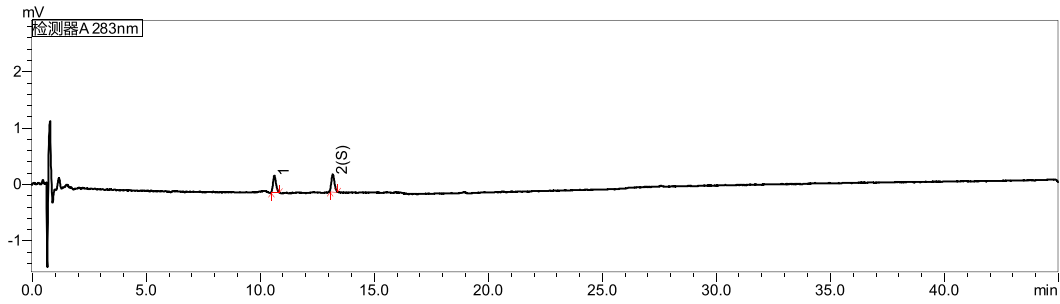


图 3 对照品参照物溶液色谱图

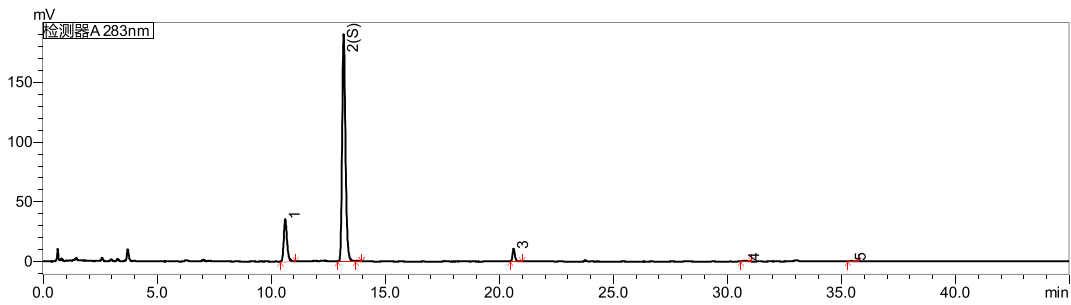


图 4 对照药材参照物溶液色谱图

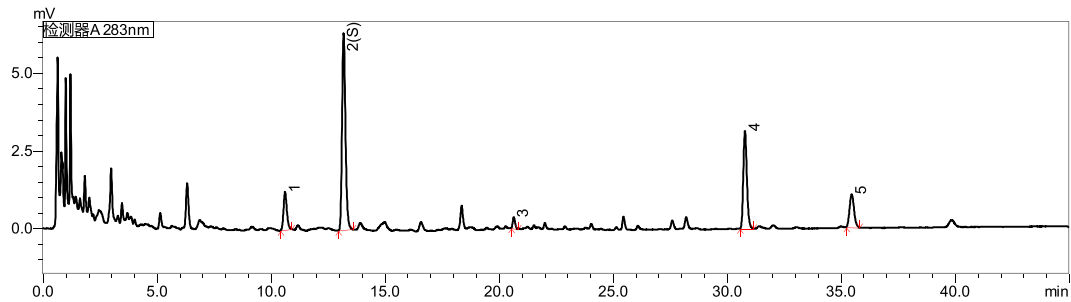


图 5 供试品溶液色谱图

3.2 系统适用性考察结果

对照品参照物溶液、对照药材参照物及供试品溶液中橙皮苷特征峰的系统适用性结果如下表所示：

表 2 系统适用性结果

名称	对照药材参照物溶液	对照品参照物溶液	供试品溶液
理论塔板数	38,552	42,553	36,532

各样品溶液中橙皮苷的理论塔板数均不低于 15000，本实验结果符合标准规定。

3.3 供试品和对照特征图谱对比结果

参考《陈皮配方颗粒》特征图谱项的对照特征图谱可知，供试品和对照药材参照物色谱图中呈现了 5 个特征峰，5 个特征图谱的保留时间结果如表 3 所示。以橙皮苷参照物相对应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间和相对峰面积，结果如表 4 所示。

表 3 供试品和对照药材参照物色谱图中特征峰的保留时间 (min)

名称	峰 1	峰 2 (S)	峰 3	峰 4	峰 5
对照药材参照物	10.634	13.195	20.645	30.774	35.457
供试品	10.628	13.195	20.656	30.796	35.473

表 4 供试品特征图谱结果 (min)

名称	峰 1	峰 3	峰 4	峰 5
实测值	---	1.57	2.33	2.69
相对保留时间	规定值	---	1.60	2.42
	偏差	---	-1.88%	-3.72%
	标准允许偏差	---	±10%	±10%
相对峰面积	实测值	0.19	---	0.53
	规定值	0.03~0.92	---	0.03~0.58

与对照药材参照物色谱中 5 个特征峰的保留时间相对应, 各特征峰与 S 峰的相对保留时间和相对峰面积均符合质量标准规定。

3.4 精密度实验

取供试品溶液连续进样 6 次, 考察仪器精密度。5 个特征峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.010%~0.067% 和 1.718%~1.947% 之间, 表明仪器精密度良好, 详见图 6 和表 5。

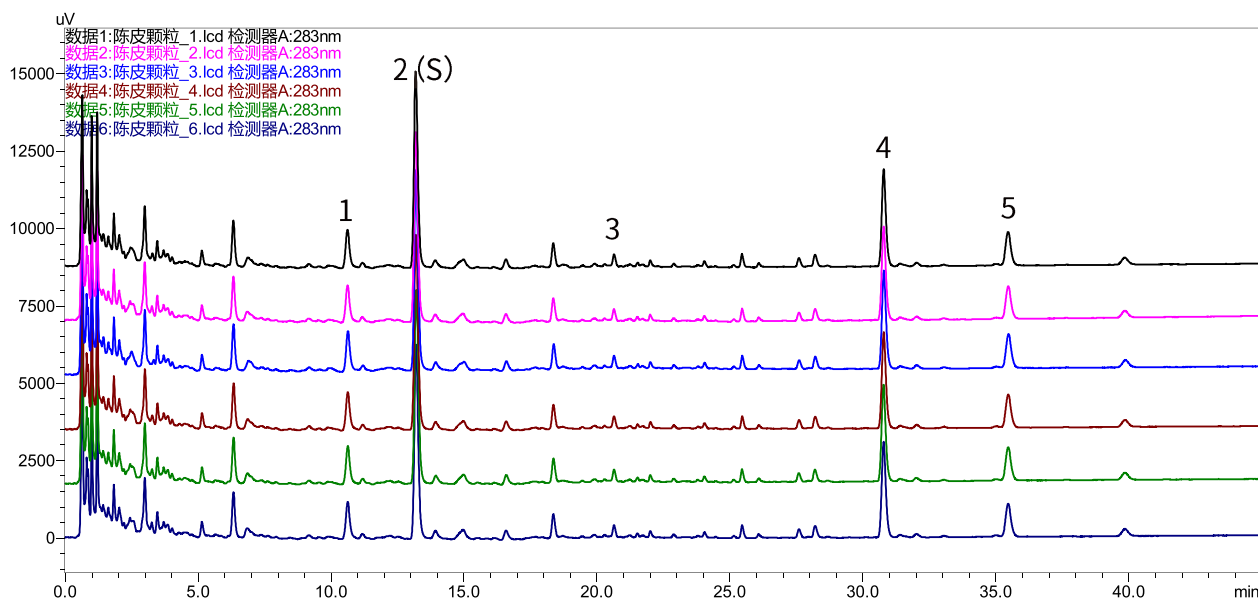


图 6 供试品溶液精密度测试色谱图 (n=6)

表 5 供试品溶液精密度测试结果 (n=6)

峰号	峰 1		峰 2 (S)		峰 3		峰 4		峰 4	
	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	保留时间 (min)	峰面积
1	10.628	12227	13.195	65401	20.656	2608	30.796	34413	35.473	14593
2	10.631	12385	13.197	63013	20.65	2548	30.794	33064	35.48	13920
3	10.645	12843	13.208	66427	20.655	2653	30.801	34764	35.489	14723
4	10.64	12286	13.207	65060	20.654	2627	30.797	33909	35.479	14404
5	10.642	12267	13.219	65100	20.655	2603	30.788	34146	35.477	14499
6	10.637	12609	13.208	64695	20.655	2526	30.793	33784	35.476	14424
RSD(%)	0.062	1.947	0.067	1.719	0.010	1.855	0.014	1.718	0.016	1.905

■ 结论

本文采用岛津 NEXERA LC-40 XS 高效液相色谱仪，对陈皮配方颗粒的特征图谱进行了分析。实验结果显示：在本色谱系统下，橙皮苷参照物色谱峰的理论塔板数为 42,553，符合系统适用性要求；空白溶液在 5 个特征峰位置无明显色谱峰，不干扰分析测定；供试品溶液连续 6 次进样，各特征峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.010%~0.067% 和 1.718%~1.947% 之间，仪器精密度良好；对陈皮配方颗粒供试品溶液进行测定，供试品色谱图中 5 个特征峰保留时间与对照药材参照物色谱中 5 个特征峰的保留时间相对应，各特征峰与 S 峰的相对保留时间和相对峰面积均符合质量标准规定。本系统满足陈皮配方颗粒的特征图谱分析要求。

岛津应用云

