

高效液相色谱法用于千年健配方颗粒中蔗糖的含量测定

LC-344

摘要： 本文建立了使用岛津高效液相色谱仪快速测定千年健配方颗粒中蔗糖的含量测定分析方法。本方法参考广东省中药配方颗粒质量标准《千年健配方颗粒》（编号粤 PFKL20210251）含量测定项下色谱条件，以蒸发光散射检测器，采用 Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 色谱柱在 10 min 内完成千年健配方颗粒中蔗糖的含量测定。在本色谱系统下，蔗糖的理论塔板数大于 3000，满足系统适用性要求；蔗糖对照品溶液连续进样 6 针，保留时间和峰面积的 RSD 分别为 0.07% 和 1.06%，仪器精密度良好；平行 6 次加标回收率试验，蔗糖的回收率为 98.15%，方法准确性良好。采用 ELSD-LT III 蒸发光散射检测器，蔗糖的定量限达 0.004 μg 。在采用蒸发光散射检测器的条件下，本实验结果完全满足千年健配方颗粒中蔗糖含量的测定要求，ELSD-LT III 蒸发光散射检测器可为蔗糖或其他类似化合物检测的提供另一种选择。

关键词： 千年健 配方颗粒 蔗糖 蒸发光散射

千年健配方颗粒为天南星科植物千年健 *Homalomena occulta* (Lour.) Schott 的干燥根茎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。千年健苦、辛、温。归肝、肾经。用于风寒湿痹，腰膝冷痛，拘挛麻木，筋骨痿软。

千年健的主要化学成分为挥发油和倍半萜类化合物，此外还有酚酸类、生物碱、脂肪酸、糖类。依据中药配方颗粒为水提物的特点，广东省中

药配方颗粒质量标准《千年健配方颗粒》（编号粤 PFKL20210251）将蔗糖作为含量测定指标，并采用电雾式检测器作为液相检测器。蔗糖紫外吸收较弱，常采用示差折光检测器（RID）或蒸发光散射检测器（ELSD）进行检测。岛津 ELSD-LT III 蒸发光散射检测器具有灵敏度高、线性范围广的特点，本文以 ELSD-LT III 蒸发光散射检测器代替电雾式检测器进行蔗糖含量测定，为相关检验人员或方法开发人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera XS 液相色谱仪系统。具体配置为：

系统控制器：CBM-40

自动进样器：SIL-40C XS

输液泵：LC-40D XS × 2

检测器：ELSD-LT III

柱温箱：CTO-40C

色谱工作站：LabSolutions Ver. 5.109

1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 (100 mm×3.0 mm I.D., 3 μm)

P/N: 227-31046-03, 岛津（上海）实验器材有限公司

流动相：乙腈 -0.005 mol/L 甲酸铵溶液 (89 : 11)

流速：0.7 mL/min

柱温：20°C

进样体积：对照品溶液 0.2 μL 、1 μL ，供试品溶液 1 μL

ELSD 条件：Gain = Wide, T = 40°C, Filter = 4 s, P = 350 kPa

■ 标准工作溶液的制备及样品前处理

对照品溶液的配制：取蔗糖对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1 mL 含 0.2 mg 的溶液，即得。

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约 0.1 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入水 25 mL，称定重量，超声处理 15 分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

■ 结果与讨论

3.1 系统适用性试验

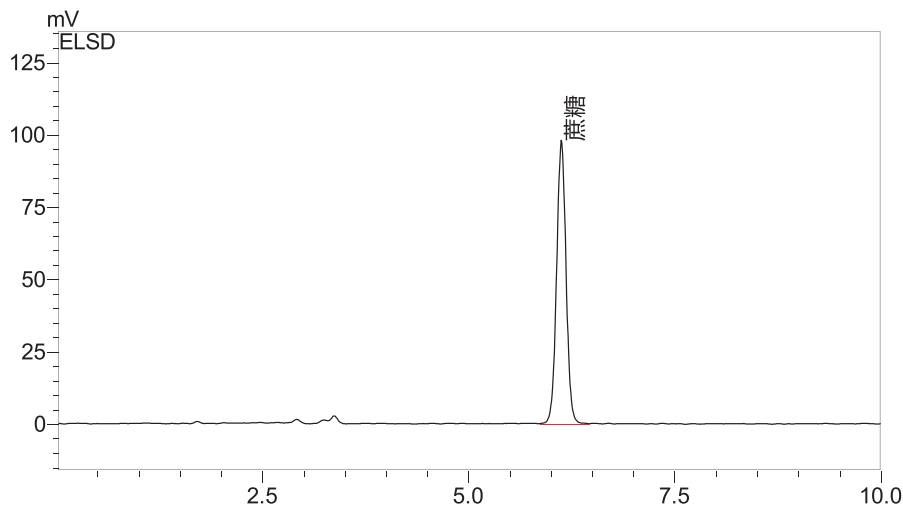


图 1 对照品溶液色谱图 (0.2 mg/mL, 进样 0.2 μ L)

在本色谱系统下，蔗糖对照品溶液的理论塔板数为 10543，满足理论塔板数需不低于 3000 的系统适用性要求。

3.2 校准曲线

将上述蔗糖对照品溶液按 1.2 中的分析条件进行测定。以进样量 (μ g) 对数为横坐标，峰面积对数为纵坐标，两点对数法进行线性回归分析，回归方程为 $Y=X^{1.70009} \times \text{EXP}(19.0299)$ 。

3.3 精密度

对 0.2 mg/mL 的对照品溶液连续测定 6 次，考察仪器精密度，结果显示，保留时间 RSD 为 0.07%，峰面积 RSD 为 1.06%。

3.4 样品测定

取千年健配方颗粒样品按照 2. 项下处理，平行测定 2 次，将峰面积带入校准曲线，根据供试品制备方法换算得到每 1 g 千年健配方颗粒中含蔗糖 ($\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_{12}$) 13.0 mg。

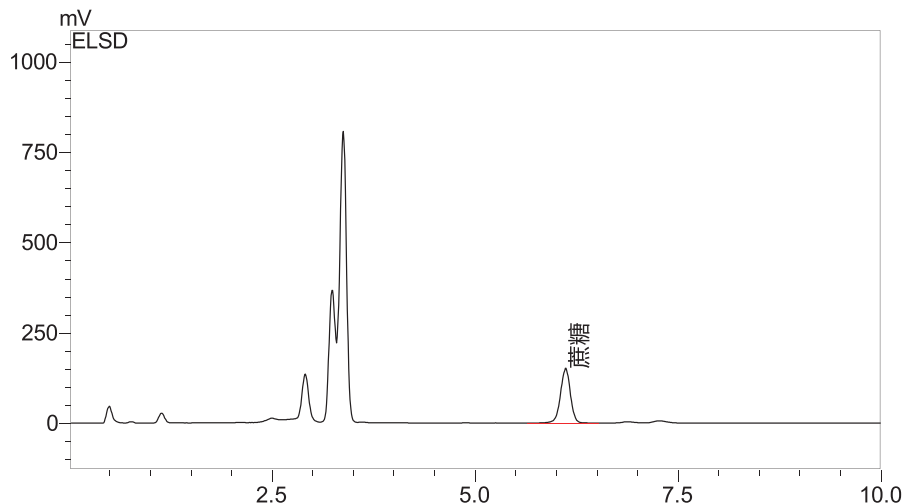


图 2 千年健配方颗粒样品色谱图

3.5 回收率

取上述配方颗粒样品 6 份，分别加入蔗糖对照品溶液，加标量均为 2.000 μg ，上机进行测定。回收率具体结果见表 1。

表 1 蔗糖回收率测试结果 (n=6)

#	称样量 (g)	含量 (μg)	加标量 (μg)	测得值 (μg)	回收率 (%)	平均值 \pm RSD (%)
1	0.1098	1.427	2.000	3.350	97.74	98.15 \pm 1.04
2	0.1078	1.401	2.000	3.375	99.22	
3	0.1075	1.398	2.000	3.300	97.13	
4	0.1064	1.383	2.000	3.350	99.02	
5	0.1088	1.414	2.000	3.375	98.85	
6	0.1080	1.404	2.000	3.300	96.94	

3.6 灵敏度

取蔗糖对照品溶液适量，用 50% 甲醇稀释得到不同浓度的溶液，进样分析。以信噪比 S/N 约为 10 时定义为定量限，定量限为 0.004 μg 。

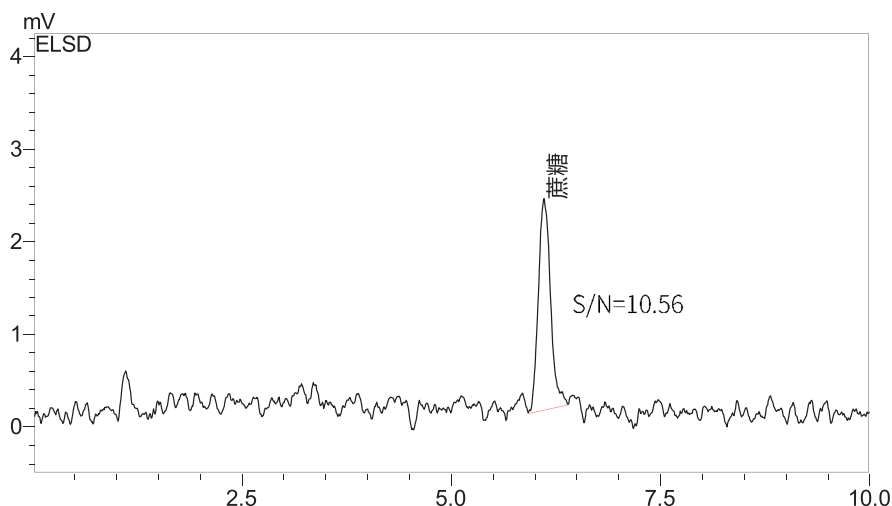


图 3 对照品溶液色谱图 (0.004 mg/mL, 进样 1 μL)

■ 结论

本文建立了使用岛津 Nexera XS 液相色谱仪连接 ELSD-LT III 蒸发光散射检测器建立了 10 分钟内快速测定千年健配方颗粒中蔗糖的含量测定方法。该方法重复性好、准确度和灵敏度高，实验结果满足《千年健配方颗粒》(编号粤 PFKL20210251) 中蔗糖含量的测定要求，ELSD-LT III 蒸发光散射检测器可为蔗糖或其他类似化合物检测的提供另一种分析选择。

岛津应用云

