

使用岛津 LC-2030 进行合欢皮配方颗粒特征图谱分析

LC-201

摘要： 本文采用岛津 Prominence-i LC-2030 一体式高效液相色谱仪，参考国家药典委员会公示的《合欢皮配方颗粒》质量标准中的色谱条件，对合欢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，(-)-丁香树脂酚-4-O- β -D-呋喃芹糖基-(1 \rightarrow 2)- β -D-吡喃葡萄糖苷色谱峰的理论塔板数大于 50000，符合系统适用性要求；空白溶液在 4 个特征峰位置处无明显色谱峰，不干扰特征图谱分析；对照药材参照物溶液连续进样 6 次，各特征峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.016%~0.132% 和 0.120%~0.816% 之间，仪器精密度良好；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 2、3 的相对峰面积均符合标准规定。

关键词： LC-2030 高效液相色谱仪 合欢皮 配方颗粒 特征图谱

中药合欢皮为豆科植物合欢 *Albizia julibrissin* Durazz. 的树皮，夏、秋二季剥取，晒干。合欢皮性味甘，平，归心、肝、肺经。合欢皮中的化学成分比较复杂，主要含皂苷、黄酮类化合物、鞣质、多种木脂素、糖苷等，具有解郁安神，活血消肿的功效。用于心神不安，忧郁失眠，肺痈，疮肿，跌扑伤痛。

中药配方颗粒又称免煎中药饮片，是采用符合炮制规范的传统中药饮片为原料，经现代制药技术提取浓缩制成的、供中医临床配方用的颗粒。它保证了原中药饮片的全部特征，同时又具有免煎、速溶、携带

方便等优点。因此，近些年来中药配方颗粒一直保持着高速增长的态势。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 Prominence-i LC-2030 一体式高效液相色谱仪对标准中的合欢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合欢皮配方颗粒质量标准的要求，能够为合欢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 LC-2030 液相色谱仪，包括 LC-2030 系统控制器，LC-2030 输送泵，LC-2030 自动进样器，LC-2030 柱温箱，LC-2030 紫外检测器，LabSolutions Ver. 6.86 网络化色谱工作站。



LC-2030 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

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

流动相：A：0.05% 磷酸水溶液；B：乙腈

流速：0.7 mL/min

柱温：40°C

检测波长：204 nm

进样体积：5 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 12%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
40.00	Pumps	Pump B Conc.	40
42.00	Pumps	Pump B Conc.	90
48.00	Pumps	Pump B Conc.	90
48.10	Pumps	Pump B Conc.	12
55.00	Controller	Stop	

■ 样品前处理

对照药材参照物溶液的制备：取合欢皮对照药材 0.5 g，置具塞锥形瓶中，加 50% 甲醇 20 mL，密塞，浸泡 1 小时，超声处理（功率 250 W，频率 40 kHz）30 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 (-) - 丁香树脂酚 -4-O-β-D- 呋喃芹糖基 - (1 → 2) -β-D- 吡喃葡萄糖苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 25 μg 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 50% 甲醇 20 mL，称定重量，超声处理（功率 250 W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50% 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 1，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 2-4。

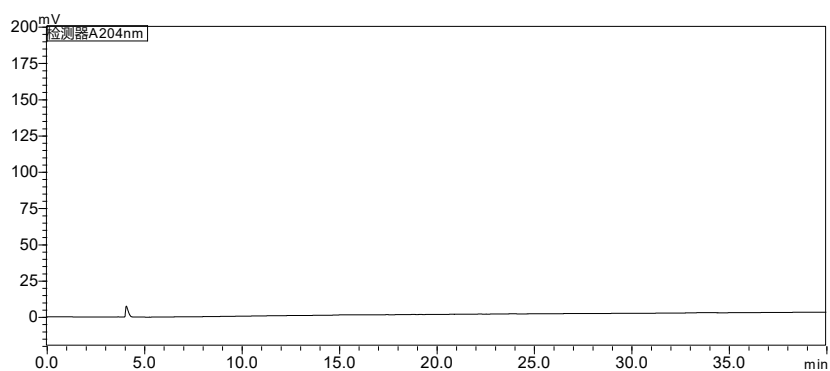


图 1 空白溶剂色谱图

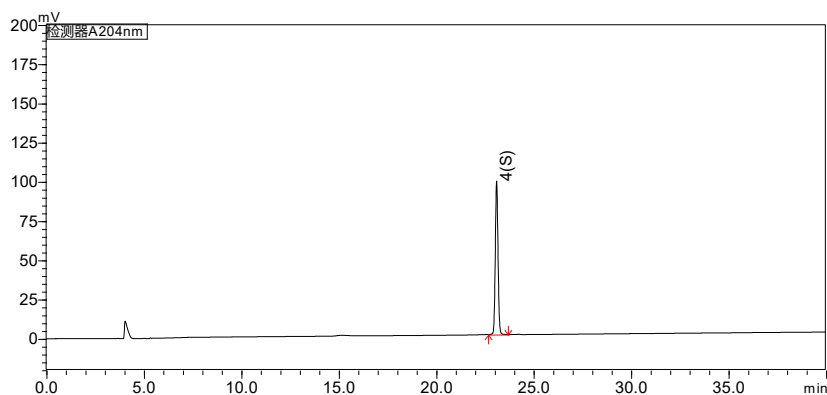


图2 对照品参照物溶液色谱图

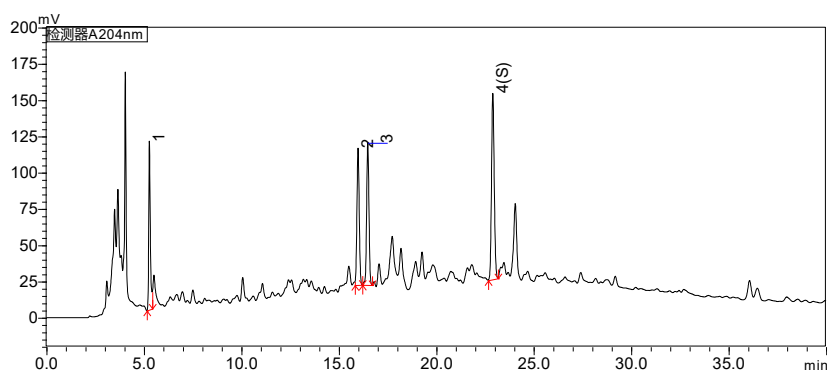


图3 对照药材参照物溶液色谱图

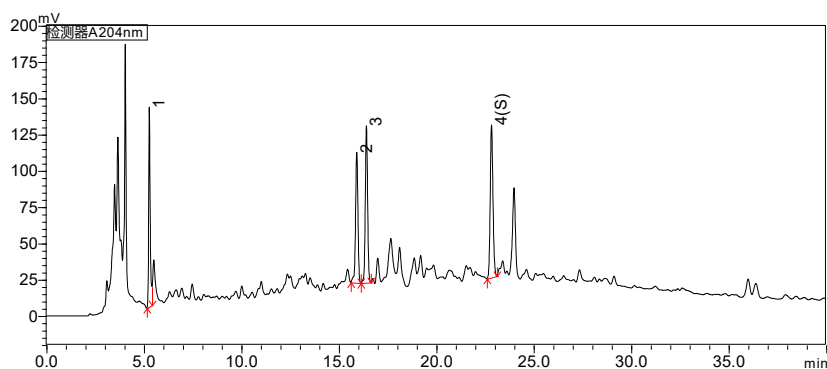


图4 供试品溶液色谱图

注：S为(-)-丁香树脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)-β-D-吡喃葡萄糖苷

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(-)-丁香树脂酚-4-O-β-D-呋喃芹糖基-(1→2)-β-D-吡喃葡萄糖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	121566	120049	118367

各样品溶液中 (-) - 丁香树脂酚 -4-O- β -D- 呋喃芹糖基 - (1 \rightarrow 2) - β -D- 吡喃葡萄糖苷的理论塔板数均不低于 50000, 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《合欢花配方颗粒》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 4 个特征峰, 4 个特征图谱的保留时间结果如表 3 所示, 特征图谱对比图如图 5, 合欢皮中配方颗粒标准中提供的特征图谱见图 6。以 (-) - 丁香树脂酚 -4-O- β -D- 呋喃芹糖基 - (1 \rightarrow 2) - β -D- 吡喃葡萄糖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	峰 3	峰 4 (S)
	保留时间 (min)	保留时间 (min)	保留时间 (min)	保留时间 (min)
对照药材参照物	5.285	15.989	16.489	22.904
供试品	5.281	15.921	16.419	22.836

表 4 供试品特征图谱结果 (min)

名称	峰 1	峰 2	峰 3	
相对保留时间	实测值	0.231	0.697	0.719
	标准值	0.23	0.70	0.72
相对峰面积	偏差	0.43%	0.43%	0.14%
	标准允许偏差	$\pm 10\%$	$\pm 10\%$	$\pm 10\%$
	实测值	0.714	0.747	---
	标准值	≥ 0.26	≥ 0.20	---

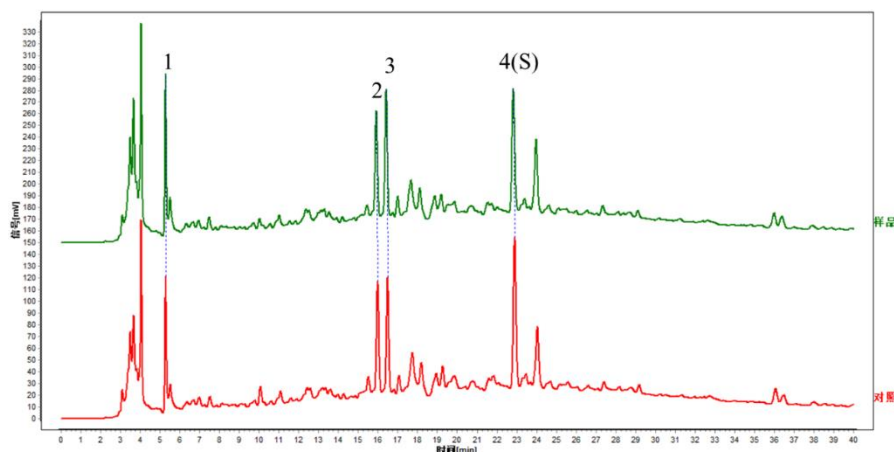


图 5 对照药材参照物和供试品的色谱图对比图

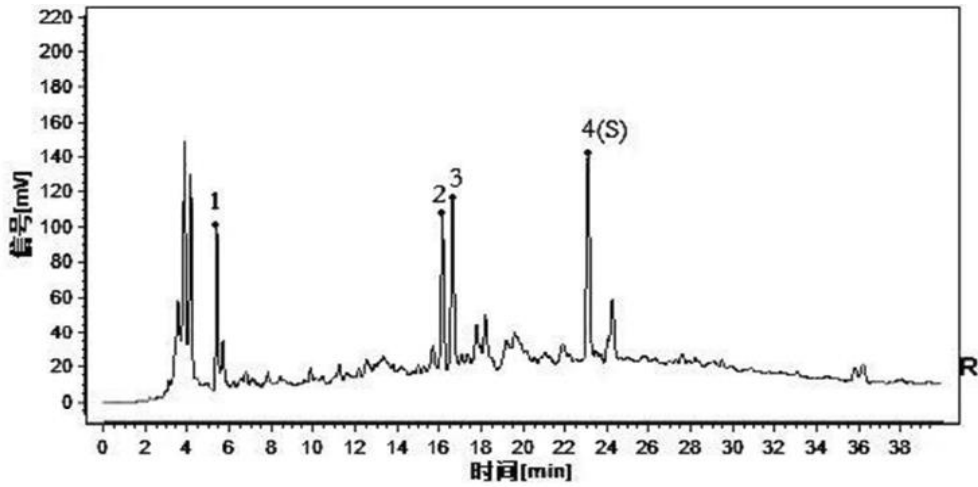


图6 公示稿质量标准中提供的对照图谱

与对照药材参照物色谱中4个特征峰的保留时间相对应的各特征峰与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

取对照药材参照物溶液连续进样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0.016%~0.132%和0.120%~0.816%之间，表明仪器精密度良好，详见图7和表5。

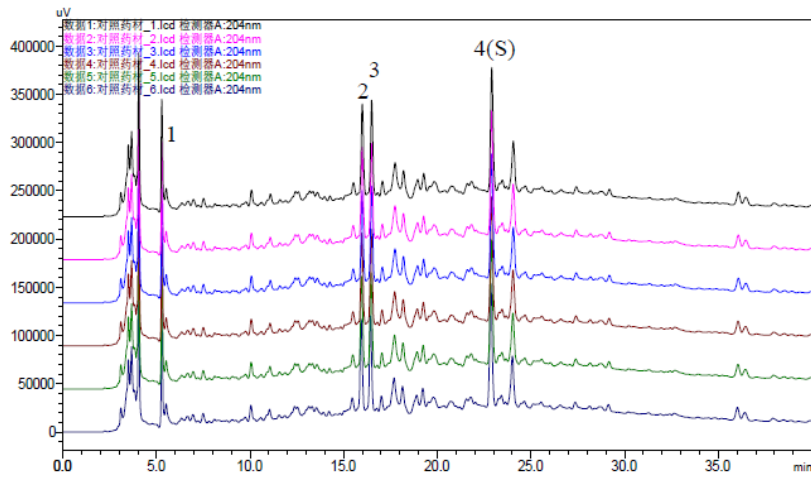


图7 对照药材参照物溶液精密度测试色谱图 (n=6)

表 5 对照药材参照物溶液精密度测试结果 (n=6)

峰号	峰 1		峰 2		峰 3		峰 4 (S)	
	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	5.285	647445	15.989	782869	16.489	811212	22.904	1232093
2	5.285	651725	15.982	795847	16.481	813987	22.901	1232738
3	5.286	651870	15.983	794465	16.483	812438	22.902	1232221
4	5.286	652038	15.967	797049	16.466	811756	22.888	1232240
5	5.285	659958	15.959	796757	16.458	811626	22.879	1232711
6	5.284	657421	15.933	802409	16.432	812054	22.854	1228644
RSD(%)	0.016	0.690	0.132	0.816	0.128	0.120	0.085	0.126

■ 结论

本文采用岛津 Prominence-i LC-2030 一体式高效液相色谱仪及 Shim-pack Scepter C18 色谱柱, 对合欢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, (-) - 丁香树脂酚-4-O- β -D- 呋喃芹糖基 - (1 \rightarrow 2) - β -D- 吡喃葡萄糖苷参照物色谱峰的理论塔板数为 120049, 符合系统适用性要求; 空白溶液在 4 个特征峰位置无明显色谱峰, 不干扰分析测定; 对照药材参照物溶液连续 6 次进样, 各特征峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.016%~0.132% 和 0.120%~0.816% 之间, 仪器精密度良好; 对合欢皮配方颗粒供试品溶液进行测定, 供试品色谱图中 4 个特征峰保留时间与对照药材参照物色谱中 4 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。本系统满足合欢皮配方颗粒的特征图谱分析要求。

岛津应用云

