

岛津 Nexera LC-40 应用于复方丹参滴丸指纹图谱的分析

LC-184

摘要：本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，建立了复方丹参滴丸指纹图谱的测定方法。采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算供试品色谱图和国家药典委员会规定的复方丹参滴丸标准指纹图谱的相似度，8 个特征峰相似度在 0.969 以上，满足药典中不低于 0.90 的规定。供试品溶液连续 6 针进样，8 个目标峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.18%~0.67% 和 0.11%~1.3% 之间，仪器精密度良好。LC-40 全新功能 FlowPilot 可抑制色谱柱寿命降低，降低系统超压风险。该方法可为复方丹参滴丸的质量控制提供帮助。

关键词：Nexera LC-40 高效液相色谱仪 复方丹参滴丸 指纹图谱

复方丹参滴丸，中医方剂名，主要成分是丹参、三七、冰片。方中丹参味苦、性微寒，长于活血祛瘀、通经止痛，为方中之主药。三七活血祛瘀、通络止痛，为本方之辅药；冰片辛香走窜、芳香开窍、引药入心、通脉止痛，为本方之佐药。全方具有活血化瘀，理气止痛功效。本品在临床上广泛用于冠心病、心绞痛的预防、治疗、急救。

指纹图谱分析手段是中药分析领域进行宏观监测的有效措施，在国际范围内被认为是控制中药或天然药物质量最有效的手段之一。它可以全面的反应化合

物所含的化学成分种类、数量以及相互之间比例关系，从而有效表征其内在质量。2015 版中国药典规定，复方丹参滴丸供试品色谱图中，应呈现八个与对照指纹图谱相对应的特征峰。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱系统对复方丹参滴丸指纹图谱进行研究，该方法分析时间短，精密度高，指纹图谱相似度满足药典中不低于 0.90 的规定，能够满足中国药典规定复方丹参滴丸质量控制检测要求。

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. 5.97 色谱工作站。



图 1 Nexera Bio 生物惰性液相色谱系统硬件示意图

1.2 分析条件

色 谱 柱：复方丹参滴丸测定专用色谱柱（2.1 mm I.D.×100 mm L.，1.8 μm）

流 动 相：A: 0.02% 磷酸水溶液； B: 80% 乙腈溶液（含 0.02% 磷酸）

流 速：0.4 mL/min

柱 温：40℃

检测波长：280 nm

进样体积：2 μL

洗脱方式：梯度洗脱，B 相起始浓度为 9%，时间程序如表 1 所示。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
1.60	Pumps	Pump B Conc.	9
7.30	Pumps	Pump B Conc.	26
8.00	Pumps	Pump B Conc.	39
8.40	Pumps	Pump B Conc.	9
10.00	Controller	Stop	

■ 样品前处理

对照品溶液制备：参照 2015 版中国药典一部复方丹参滴丸项下制备。

供试品溶液制备：参照 2015 版中国药典一部复方丹参滴丸项下制备。

■ 结果与讨论

3.1 复方丹参滴丸谱图

按照 1.2 中色谱分析条件，对复方丹参滴丸和丹参素钠对照品溶液分别进行上机分析，空白溶剂色谱图如图 2，目标物出峰处无干扰。丹参素钠和复方丹参滴丸色谱图见图 3、4 所示，其中供试品色谱图中丹参素峰保留时间为 1.071 min，与对照品出峰时间一致。其余 7 个主峰与药典规定一致。

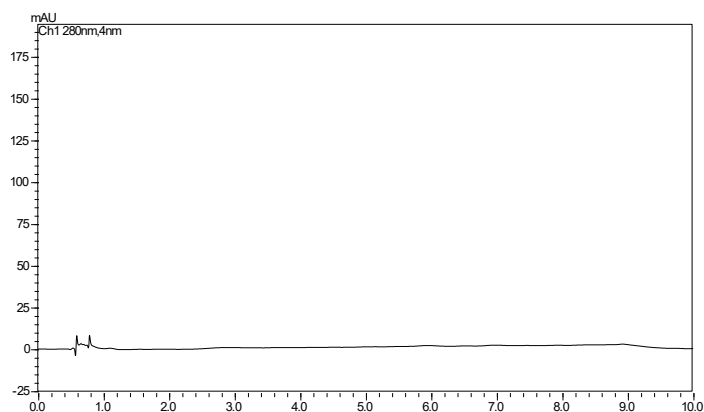


图 2 空白溶剂色谱峰

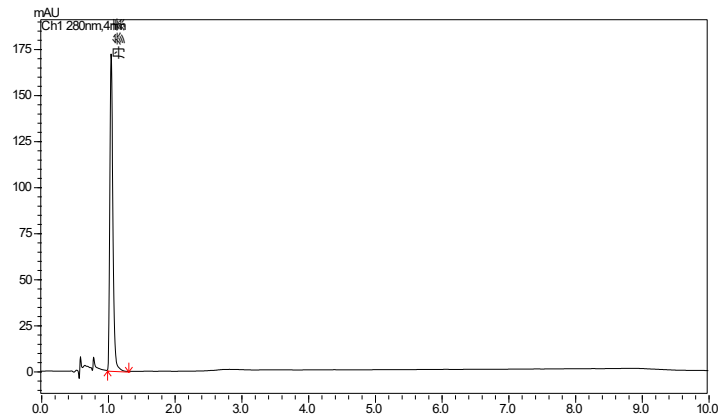


图3 参照丹参素钠色谱峰

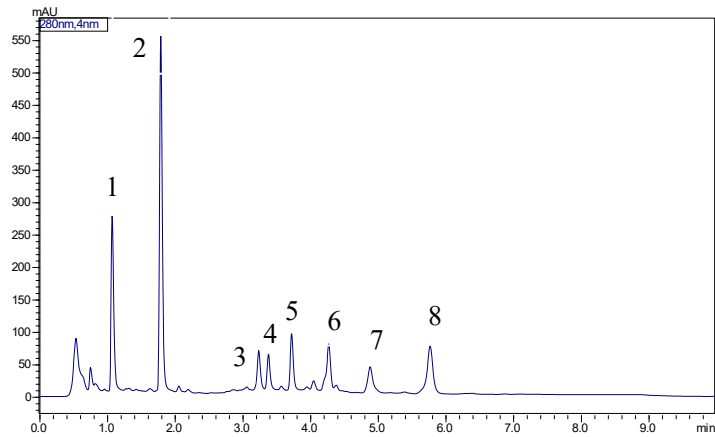


图4 复方丹参滴丸指纹图谱

3.2 供试品和对照提取物相似度评价

采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统，将市售复方丹参滴丸指纹图谱与国家药典委员会公布的复方丹参滴丸标准指纹图谱进行相似度比较，结果见图5。结果表明，方丹参滴丸指纹图谱与国家药典委员会公布的复方丹参滴丸标准指纹图谱相似度为0.969，满足药典中不低于0.90的规定。

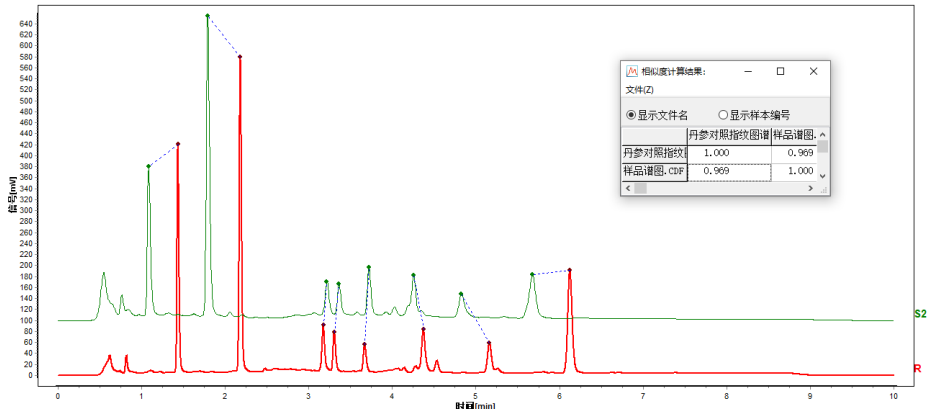


图5 供试品色谱图和标准指纹图谱相似度比较 (R: 标准指纹图谱 S2: 供试品色谱图)

3.3 精密度实验

将方法 2 中配制的复方丹参滴丸溶液连续进样 6 次，考察仪器精密度。8 个主峰的保留时间和面积 RSD 值分别在 0.18%~0.67% 和 0.11%~1.3% 之间，表明仪器精密度良好，具体数据详见表 2。

表 2 复方丹参滴丸溶液重复性结果 (n=6)

峰号	RSD%	
	保留时间	峰面积
1	0.26	0.69
2	0.22	0.11
3	0.33	0.96
4	0.35	1.1
5	0.18	1.3
6	0.27	0.47
7	0.51	0.53
8	0.67	0.59

3.4 FlowPilot 功能介绍

LC-40 高效液相色谱系统采用智能系统启动设计，可根据柱温箱的温度自动设定系统启动时流动相流量，与传统液相色谱启动系统时流速直接达到预设值相比，LC-40 高效液相色谱系统的智能设计可以让流速随着柱温的升高缓慢增加，直至柱温到达预设值才将流速增加到预设值，这样降低开始送液时柱压剧增损坏色谱柱的风险，抑制色谱柱寿命降低，降低系统超压风险。普通液相及 LC-40 液相系统启动时柱温及系统压力变化过程见图 6。

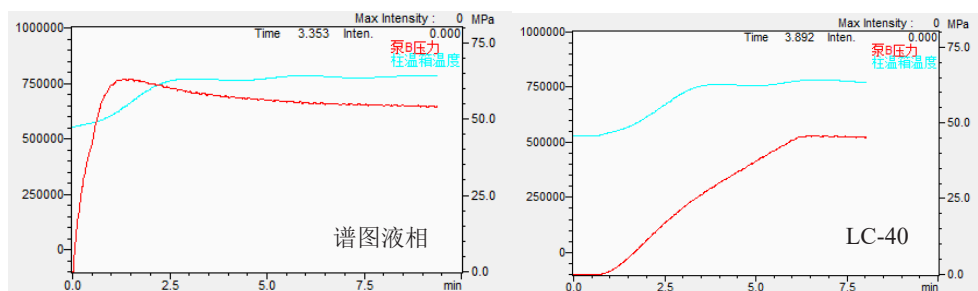


图 6 普通液相及 LC-40 液相系统启动时柱温及系统压力变化过程

结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱系统，建立了复方丹参滴丸指纹图谱的测定方法。该方法按照药典规定测定条件，供试品色谱图中 8 个主色谱峰分离效果良好。采用中药色谱指纹图谱相似度评价系统计算供试品色谱图和国家药典委员会规定的复方丹参滴丸标准指纹图谱的相似度，8 个特征峰相似度在 0.969 以上，满足药典中不低于 0.90 的规定。供试品溶液连续 6 针进样，8 个目标峰保留时间和峰面积的 RSD 分别在 0.18%~0.67% 和 0.11%~1.3% 之间，表明仪器精密度良好。LC-40 全新功能 FlowPilot 抑制色谱柱寿命降低，降低系统超压风险。因此，该方法可为复方丹参滴丸质量控制提供帮助。