

# LC-40 双进样液相色谱仪分析巴戟天配方颗粒特征图谱

LC-442

**摘要：** 本文使用岛津双进样液相色谱仪建立了巴戟天配方颗粒特征图谱的分析方法。该方法使用蒸发光散射检测器和紫外检测器同时测定巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类、寡糖类特征图谱。结果表明，巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类、寡糖类特征图谱分析结果符合标准规定。精密度的试验中，环烯醚萜及蒽醌类各特征峰保留时间 RSD% 为 0.02~1.01%；寡糖类特征图谱各特征峰保留时间 RSD% 为 0.47~0.64%，仪器精密度良好。该方法省时、快速、稳定，可应对巴戟天配方颗粒特征谱图的分析。

**关键词：** 双进样液相色谱仪 巴戟天配方颗粒 特征图谱

## 技术特点：

- ❖ 该系统具有独立双流路，可同时并列 PDA 和 ELSD 两个检测器，实现不同性质物质分析。
- ❖ 一次同时分析巴戟天中糖类和苷类两类物质的特征谱图，节省分析时间。

巴戟天为茜草科植物，其具有补肾阳，强筋骨，祛风湿的功效。中药配方颗粒是中药汤剂的现代化产品。将其制备成中药配方颗粒相比传统中药饮片，可以免去临用前煎煮的麻烦，大大节省时间精力，中药配方颗粒这一新兴中药服药方式的质量标准进行全国规范的统一，对中药市场的长远发展具有深远意义。

国家药品监督管理局国家药品标准 YBZ-PFKL-2021001《巴戟天配方颗粒》中，使用 PDA

检测器测定环烯醚萜及蒽醌类特征图谱，ELSD 检测器测定寡糖类特征图谱。该标准需要使用两套液相色谱仪分别搭配两个检测器进行检测，较为费时。岛津 LC-40 双进样液相色谱仪，可在一套系统上搭配两个检测器，同时完成巴戟天配方颗粒中环烯醚萜及蒽醌类特征图谱和寡糖类特征图谱的检测。该方法省时省力，可高效应对《巴戟天配方颗粒》国家药品标准的特征图谱分析。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 LC-40 双进样液相色谱仪，具体配置为：

输液泵：	LC-40B XR×2	系统控制器：	CBM-40
脱气机：	DGU-405×2	检测器：	SPD-40、ELSD-LT III
自动进样器：	SIL-40C XR	柱温箱：	CTO-40C
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.128		

### 1.2 分析条件

流路 1：环烯醚萜及蒽醌类特征图谱分析条件

色谱柱：	ACQUITY UPLC HSS T3 (100 mm x 2.1 mm I.D., 1.8 μm)		
流动相：	A 相 -0.2% 磷酸水溶液；B 相 - 甲醇		
流速：	0.3 mL/min	柱温：	30°C
波长：	235 nm、280 nm	进样体积：	1 μL
洗脱方式：	梯度洗脱，B 相初始浓度为 1%，洗脱程序见表 1。		

表 1 流路 1 梯度洗脱程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
8.00	泵	B.Conc	1
10.00	泵	B.Conc	7
15.00	泵	B.Conc	10
20.00	泵	B.Conc	48
30.00	泵	B.Conc	75
35.00	泵	B.Conc	90
35.10	泵	B.Conc	1
45.00	控制器	Stop	

流路 2: 寡糖类特征图谱分析条件

色 谱 柱 : ShimNex HE Amide (150 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm,  
岛津 (上海) 实验器材有限公司, P/N: 380-01243-29)

流 动 相 : A 相 - 水; B 相 - 乙腈

流 速 : 1.0 mL/min 柱 温 : 30°C

进 样 体 积 : 10 μL

ELSD 条件 : 增益 Wide, 漂移管温度 40°C, 雾化器压力 350 kPa

洗 脱 方 式 : 梯度洗脱, B 相初始浓度为 78%, 洗脱程序见表 2。

表 2 流路 2 梯度洗脱程序

时间 (min)	单元	处理命令	值
5.00	泵	B.Conc	78
20.00	泵	B.Conc	60
24.00	泵	B.Conc	60
26.00	泵	B.Conc	78
45.00	控制器	Stop	

### 1.3 对照品溶液配制

对照品溶液配制参照国家药品监督管理局发布的《巴戟天配方颗粒》国家药品标准配制。

环烯醚萜及蒽醌类对照品溶液配制: 取水晶兰苷、去乙酰车叶草苷酸、甲基异茜草素 -1- 甲醚对照品适量, 精密称定, 加 80% 甲醇制成 75 μg/mL 的水晶兰苷、100 μg/mL 的去乙酰车叶草苷酸、100 μg/mL 的甲基异茜草素 -1- 甲醚混合对照品溶液, 即得。

寡糖类对照品溶液配制: 分别取蔗糖、1- 蔗果三糖、耐斯糖、巴戟天寡糖 5 聚糖对照品适量, 精密称定, 加 80% 乙腈制成 500 μg/mL 的混合对照品溶液, 即得。

### 1.4 供试品前处理方法

供试品溶液配制参照国家药品监督管理局发布的《巴戟天配方颗粒》国家药品标准配制。

环烯醚萜及蒽醌类供试品溶液配制: 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 30% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，超声处理 60 min，放冷，再称定重量，用 30% 甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤，取续滤液，即得。

寡糖类供试品溶液配制：取本品适量，研细，取约 0.2 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 15 mL，密塞，超声处理 30 min，放冷，摇匀，过滤，取续滤液，即得。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 特征图谱分析

取 1.3 和 1.4 中的对照品溶液和供试品溶液，按 1.2 分析条件进行分析，实测特征图谱与《巴戟天配方颗粒》国家药品标准对照特征图谱对比如图 1~4 所示，结果见表 3~4。结果表明，巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类、寡糖类特征图谱分析结果符合标准规定。

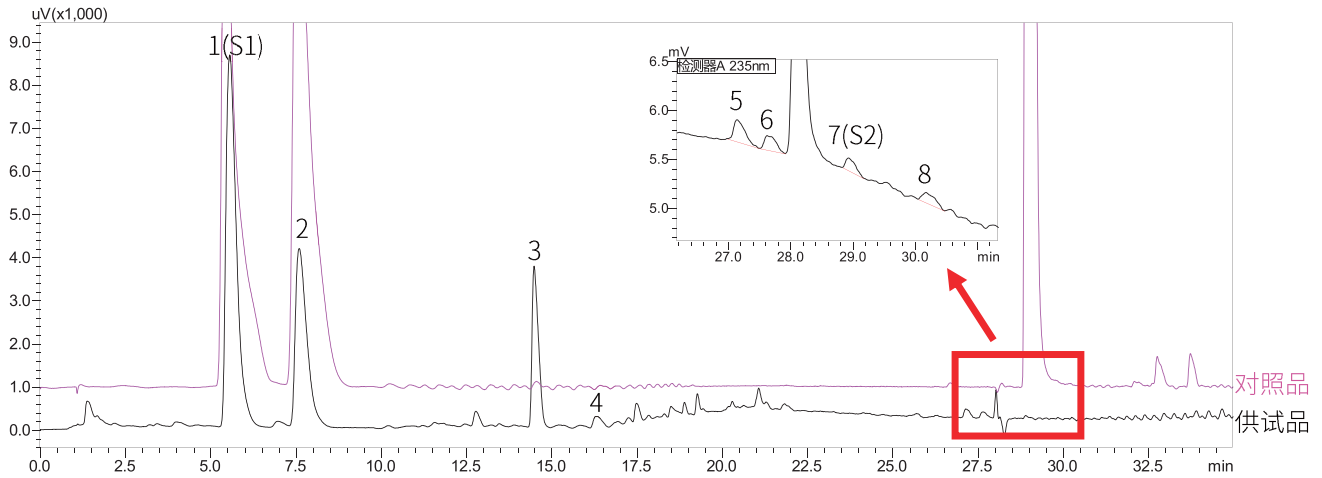


图 1 巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类特征色谱图  
(峰 1(S1): 水晶兰苷; 峰 2: 去乙酰车叶草苷酸; 峰 7(S2): 甲基异茜草素 -1- 甲醚)

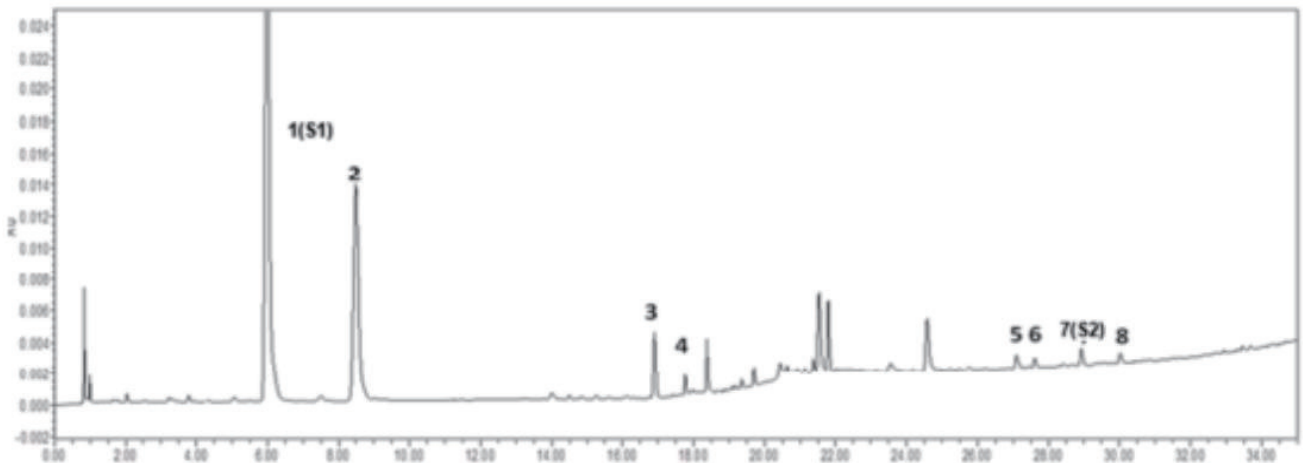


图 2 《巴戟天配方颗粒》国家药品标准环烯醚萜及蒽醌类对照特征图谱

表 3 巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类供试品溶液特征图谱结果

特征峰 No.	保留时间 (min)	相对保留时间 (实际测定)	相对保留时间 (标准规定)
1(S1)	5.618	-	-
2	7.617	1.356	1.42 (1.278~1.562)
3	14.532	2.587	2.82 (2.538~3.102)
4	16.315	2.904	2.96 (2.664~3.256)
5	27.227	0.941	0.94 (0.846~1.034)
6	27.821	0.961	0.95 (0.855~1.045)
7(S2)	28.939	-	-
8	30.252	1.045	1.04 (0.936~1.144)

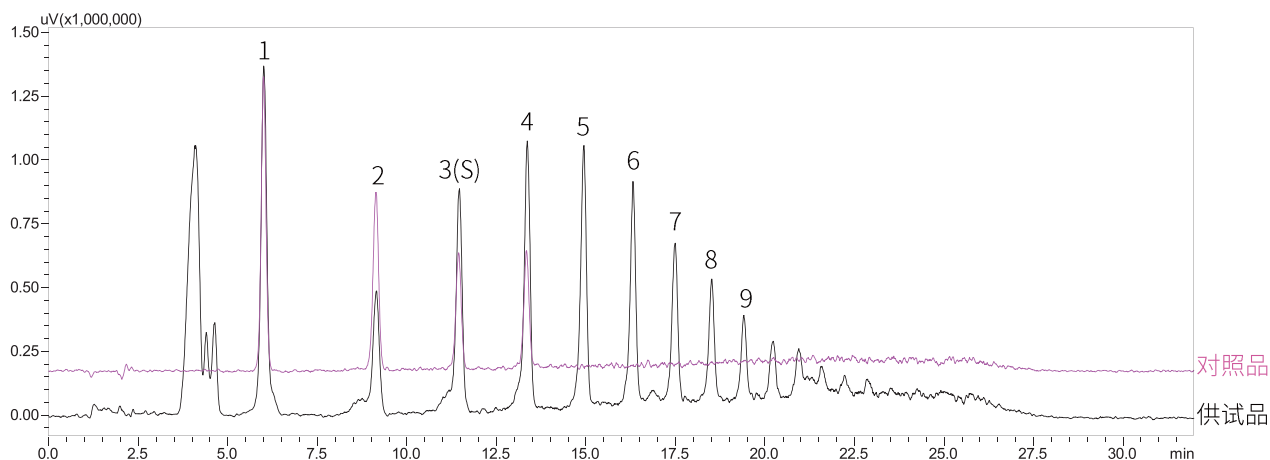


图 3 巴戟天配方颗粒寡糖类特征色谱图  
(峰 1: 蔗糖; 峰 2: 1- 蔗果三糖; 峰 3(S): 耐斯糖; 峰 4: 巴戟天寡 5 聚糖)

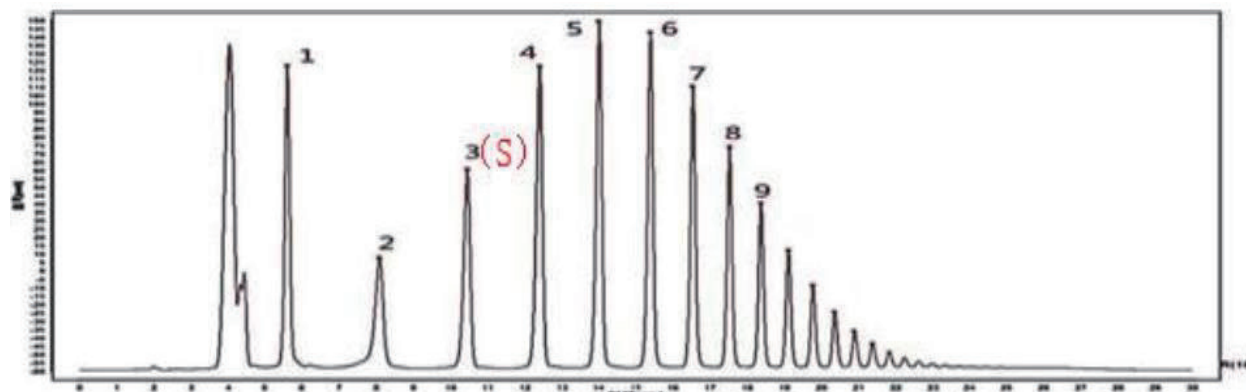


图 4 《巴戟天配方颗粒》国家药品标准寡糖类对照特征图谱

表 4 巴戟天配方颗粒寡糖类供试品溶液特征图谱结果

特征峰 No.	保留时间 (min)	相对保留时间 (实际测定)	相对保留时间 (标准规定)
1	6.105	0.524	0.54 (0.513~0.567)
2	9.298	0.798	0.77 (0.731~0.808)
3(S)	11.644	-	-
4	13.563	1.165	1.19 (1.130~1.249)
5	15.147	1.301	1.34 (1.206~1.474)
6	16.542	1.421	1.47 (1.323~1.617)
7	17.723	1.522	1.58 (1.422~1.738)
8	18.757	1.611	1.68 (1.512~1.848)
9	19.672	1.689	1.76 (1.584~1.936)

## 2.2 精密度

取 1.4 制得的供试品溶液，按 1.2 中的分析条件，重复进样 6 次，计算重复性。结果表明，环烯醚萜及蒽醌类特征图谱中的 8 个特征峰保留时间 RSD% 为 0.02~1.01%；寡糖类特征图谱中的 9 个特征峰保留时间 RSD% 为 0.47~0.64%，仪器精密度良好。

表 5 精密度试验结果 (n=6)

类型	特征峰 No.	保留时间 (RSD%)	类型	特征峰 No.	保留时间 (RSD%)
环烯醚萜及蒽醌类	1(S1)	1.01	寡糖类	1	0.63
	2	0.52		2	0.64
	3	0.12		3(S)	0.61
	4	0.11		4	0.58
	5	0.03		5	0.53
	6	0.04		6	0.51
	7(S2)	0.02		7	0.48
	8	0.09		8	0.47
				9	0.47

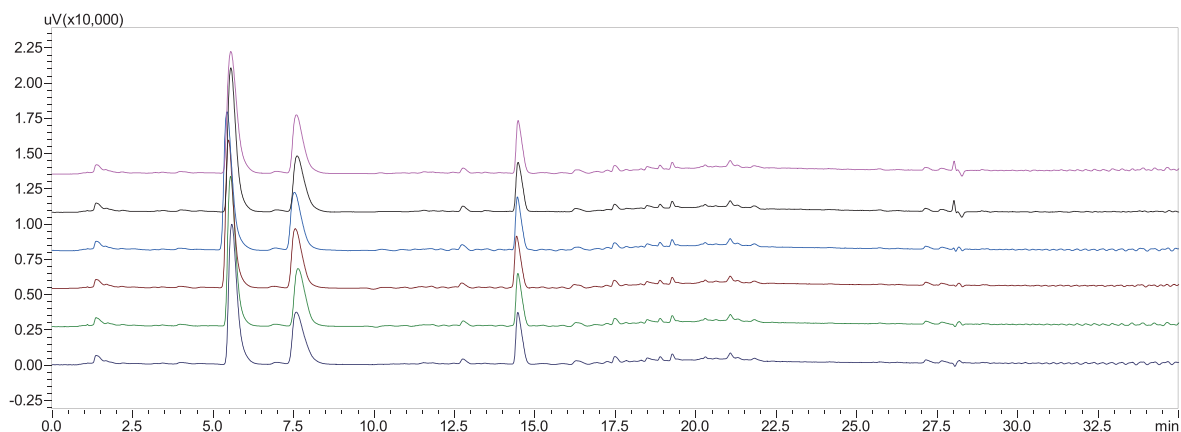


图 5 巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类特征图谱连续 6 针色谱图

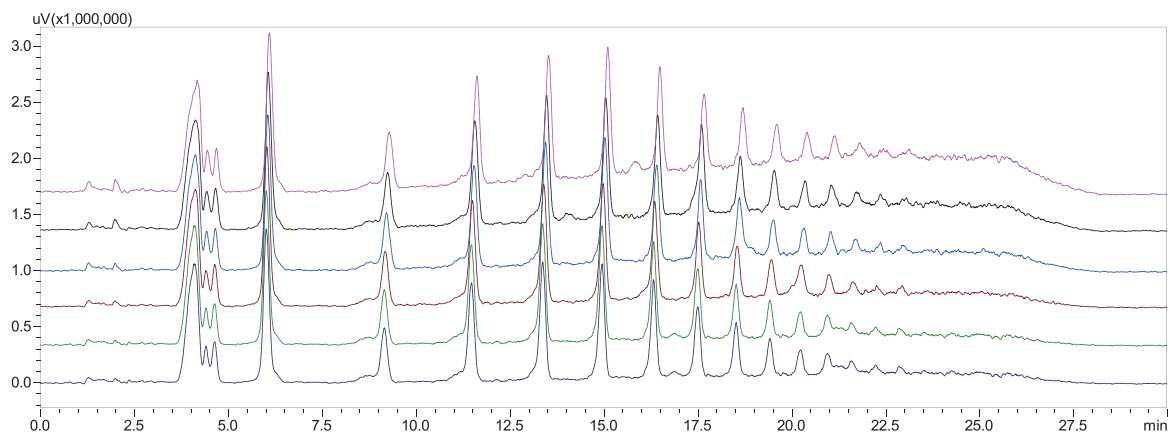


图6 巴戟天配方颗粒寡糖类特征图谱连续6针色谱图

## ■ 结论

本文使用岛津双进样液相色谱仪建立了巴戟天配方颗粒特征图谱分析方法，该方法可使用蒸发光散射检测器和紫外检测器同时测定巴戟天配方颗粒环烯醚萜及蒽醌类、寡糖类的特征图谱。该方法不改变法规方法、分析耗时降低一倍，可以满足《巴戟天配方颗粒》国家药品标准的检测需求，对研究中药配方颗粒多种组分具有积极意义。

岛津应用云

