

# 炒王不留行配方颗粒特征图谱的测定高效液相色谱法

张佳佳, 王惠玉

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 250104)

**摘要:** 本文使用悟空 K2025 高效液相色谱仪测定炒王不留行配方颗粒的特征图谱。色谱条件:  $C_{18}$  4.6×250mm, 5 $\mu$ m, 流速为 1.0mL/min, 柱温为 30°C, 进样量为 10 $\mu$ L, 检测波长为 270nm。实验结果: 王不留行黄酮苷的理论塔板数为 50694, 满足《炒王不留行配方颗粒》中王不留行黄酮苷峰理论塔板数应不低于 3000 的要求; 供试品溶液的特征峰个数与《炒王不留行配方颗粒》中规定的特征峰个数一致, 满足《炒王不留行配方颗粒》中特征峰相对保留时间均在规定值的 $\pm$ 10%范围之内的要求。因此, Wooking K2025 高效液相色谱仪可以实现对炒王不留行配方颗粒特征图谱的测定。

**关键词:** 炒王不留行; 高效液相色谱

中药配方颗粒是由单味中药饮片按传统标准炮制后经提取浓缩制成的、供中医临床配方用的颗粒。中药配方颗粒是以传统中药饮片为原料, 经过提取、分离、浓缩、干燥、制粒、包装等生产工艺, 加工制成的一种统一规格、统一剂量、统一质量标准的新型配方用药。

中药配方颗粒的有效成分、性味、归经、主治、功效和传统中药饮片完全一致, 保持了传统中药饮片的全部特征, 既能保证中医传统的君、臣、佐、使和辨证论治、灵活加减的特点, 优于中成药, 又免去了病人传统煎煮的麻烦, 同时还可灵活地单味颗粒冲服, 卫生有效。

2021 年 1 月 26 日, 国家药监局发布《中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求》, 先后有两批共计 196 种中药配方颗粒标准出炉。

炒王不留行配方颗粒为石竹科植物麦蓝菜的干燥成熟种子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, 为灰黄色至灰棕色的颗粒; 气微, 味苦; 具有活血通经, 消肿止痛, 催生下乳的功效; 主治月经不调, 乳汁缺乏, 难产, 痈肿疔毒等症, 是临床常用下乳的重要药。炒王不留行配方颗粒试样经 70%甲醇溶液超声提取后, 采用梯度洗脱, 用紫外检测器测定。炒王不留行配方颗粒应呈现 12 个特征峰。

## 1 试剂与材料

水: 符合 GB/T6682 的一级水;

甲醇: 色谱级;

乙腈：色谱级；

磷酸：色谱级；

王不留行黄酮苷对照品：纯度为 99.88%；

0.22 $\mu\text{m}$  有机相滤膜。

## 2 仪器与设备

高效液相色谱仪：K2025 P2 二元高压输液泵、K2025 AS 自动进样器、K2025 CO 柱温箱、K2025 UVD 紫外-可见光检测器、Wookinglab 色谱工作站；

分析天平：精确到 0.0001g；

涡旋振荡器；

超声波清洗机；

容量瓶：10mL，棕色带刻度；

具塞锥形瓶：100mL，棕色。

## 3 测定步骤

### 3.1 溶液的制备

参照物溶液的制备：取王不留行黄酮苷对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1mL 含王不留行黄酮苷 0.1mg 的溶液，作为参照物溶液；

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约 1.0g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 50mL，密塞，称定重量，超声处理（功率 600w，频率 40kHz）30min，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

### 3.2 色谱条件

a) 色谱柱：C<sub>18</sub> 4.6 $\times$ 250mm，5 $\mu\text{m}$  或者相当的色谱柱；

b) 以乙腈为流动相 A，以 0.1%磷酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱：

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	5	95
35	20	80
60	60	40

c) 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；

d) 进样量：10 $\mu\text{L}$ ；

e) 流速：1.0mL/min；

f) 波长：270nm。

## 4 实验结果

依据色谱条件（4.2），分别将参照物溶液与供试品溶液注入液相色谱仪进行测定。参照物溶液的色谱图如图 1 所示，色谱图积分结果见表 1。

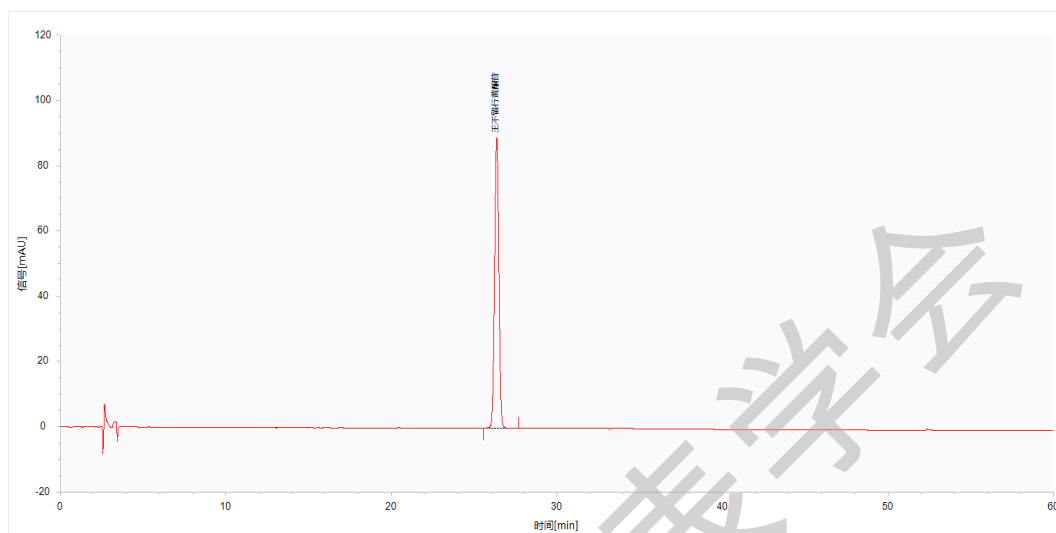


图 1 参照物溶液的色谱图

表 1 参照物溶液色谱图积分结果

目标物	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	峰高 (mAU)	理论塔板数	分离度	对称/拖尾因子
王不留行黄酮苷	26.392	1585.061	89.102	50694	-	1.00

由表 1 中数据可知，王不留行黄酮苷的理论塔板数为 50694，满足《炒王不留行配方颗粒》中王不留行黄酮苷峰理论塔板数应不低于 3000 的要求。

供试品溶液的色谱图如图 2 所示，积分结果见表 2，特征峰相对保留时间结果见表 3。

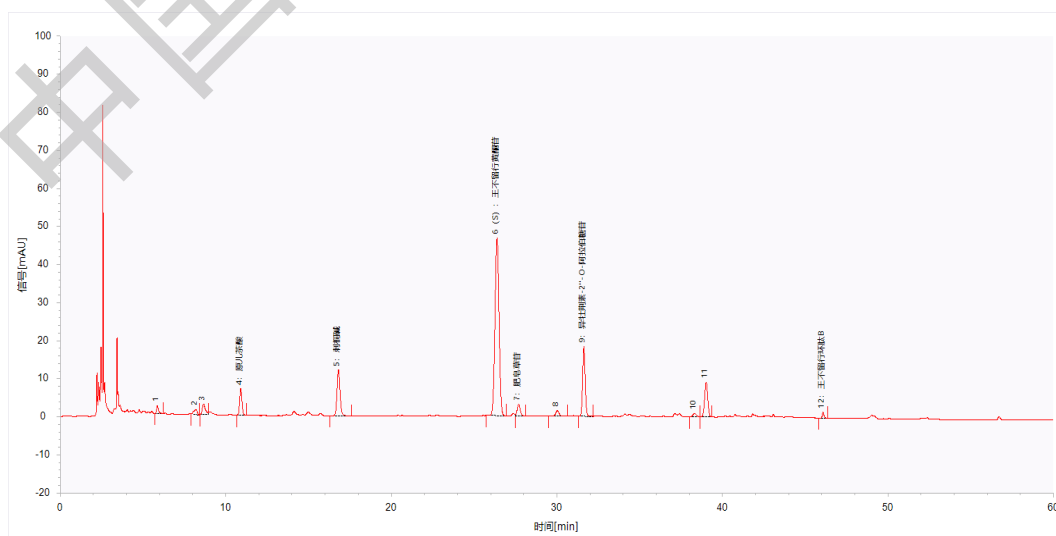


图 2 供试品溶液的色谱图

表 2 供试品溶液色谱图积分结果表

目标物	保留时间 (min)	峰面积 (mAU.s)	峰高 (mAU)	理论塔 板数	分离度	对称/拖尾 因子
1	5.892	17.993	2.098	13812	-	1.49
2	8.225	18.387	1.374	5831	7.39	0.64
3	8.675	37.335	2.776	10697	1.17	1.33
4: 原儿茶酸	10.933	69.261	7.001	28428	7.59	1.05
5: 刺桐碱	16.825	155.685	12.097	42213	20.08	1.15
6 (S): 王不留行 黄酮苷	26.408	792.804	46.688	55328	24.69	1.00
7: 肥皂草苷	27.717	40.244	3.094	111132	3.35	0.70
8	30.050	21.953	1.473	109245	6.70	0.99
9: 异牡荆素-2"-O- 阿拉伯糖苷	31.650	196.738	18.291	205695	4.98	1.10
10	38.350	11.918	0.867	174932	20.75	1.00
11	39.042	119.192	9.107	204595	1.94	1.00
12: 王不留行环肽 B	46.100	10.684	1.577	1191106	27.46	1.16

表 3 特征峰相对保留时间结果表

目标物	保留时 间 (min)	相对保留时间测定 值	相对保留时间规 定值	偏差 (%)
1	5.892	0.223	0.217	2.76
2	8.225	0.311	0.304	2.30
3	8.675	0.328	0.320	2.50
4: 原儿茶酸	10.933	0.414	0.408	1.47
5: 刺桐碱	16.825	0.637	0.645	-1.24
6 (S): 王不留行黄酮苷	26.408	-	-	-
7: 肥皂草苷	27.717	1.050	1.051	-0.10
8	30.050	1.138	1.142	-0.35
9: 异牡荆素-2"-O-阿拉伯糖 苷	31.650	1.199	1.206	-0.58
10	38.350	1.452	1.429	1.61
11	39.042	1.478	1.501	-1.53
12: 王不留行环肽 B	46.100	1.746	1.821	-4.12

由图 2 和表 3 中数据可知, 供试品溶液特征图谱中呈现 12 个特征峰; 以王不留行黄酮苷参照物峰相对应的峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 其相对保留时间均在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内, 满足《炒王不留行配方颗粒》标准的要求。

## 5 结论

本文使用 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定炒王不留行配方颗粒的特征图谱。实验

结果：王不留行黄酮苷的理论塔板数为 50694，满足《炒王不留行配方颗粒》中王不留行黄酮苷峰理论塔板数应不低于 3000 的要求；供试品溶液的特征峰个数与《炒王不留行配方颗粒》中规定的特征峰个数一致，满足《炒王不留行配方颗粒》中特征峰相对保留时间均在规定值的±10%范围内的要求。因此，Wooking K2025 高效液相色谱仪可以实现对炒王不留行配方颗粒特征图谱的测定。

附：

#### 相关产品信息

名称	设备型号	仪器配置
悟空 HPLC	K2025	K2025 P2 二元高压输液泵 K2025 AS 自动进样器 K2025 CO 柱温箱 K2025 UVD 紫外-可见光检测器 Wookinglab 色谱工作站