

高效液相色谱法测定川芎配方颗粒特征图谱

王惠玉, 张佳佳

(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川芎配方颗粒的特征图谱。色谱条件: C₁₈ 4.6×250mm, 5 μ m, 流速为 1.0mL/min, 柱温为 25°C, 进样量为 10 μ L, 检测波长为 300nm。实验结果: 阿魏酸的理论塔板数为 166874, 满足《川芎配方颗粒》中规定的阿魏酸峰的理论塔板数不低于 4000 的要求; 供试品溶液的特征峰个数与《川芎配方颗粒》中规定的特征峰个数一致, 特征峰的相对保留时间均在规定值的 \pm 10%范围之内。因此, Wooking K2025 高效液相色谱仪可用于川芎配方颗粒特征图谱的测定。

关键词: 川芎; 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。

川芎配方颗粒为伞形科川芎的干燥根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量标准指标加工制成的配方颗粒, 为淡黄色至黄棕色的颗粒; 气微香, 味微苦、辛, 适宜瘀血阻滞各种病症; 可治头风头痛、风湿痹痛等症。川芎配方颗粒试样经 70%甲醇超声提取后, 采用梯度洗脱, 用紫外检测器检测。川芎配方颗粒应呈现 10 个特征峰。

1 试剂与材料

水: 符合 GB/T6682 的一级水;

甲醇: 色谱级;

磷酸: 色谱级;

乙腈: 色谱级;

阿魏酸对照品: 纯度为 99.4%;

0.1%磷酸溶液：取磷酸 1mL，加水定容至 1L；

对照品参照物溶液：取阿魏酸对照品适量，精密称定，加 70%甲醇制成每 1mL 含 50 μ g 的溶液；

0.22 μ 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，1000mL，棕色带刻度；

具塞锥形瓶：50mL，棕色。

3 测定步骤

3.1 供试品溶液的制备

取本品适量，研细，取 0.5g，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：C₁₈ 4.6 \times 250mm，5 μ m 或者相当的色谱柱；

b) 流动相 A：乙腈，流动相 B：0.1%磷酸溶液，按下表进行梯度洗脱：

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	8	92
5	8	92
25	20	80
45	40	60
50	80	20
65	80	20

c) 柱温：25 $^{\circ}$ C；

d) 进样量：10 μ L；

e) 流速：1.0mL/min；

f) 波长：300nm。

4 实验结果

依据色谱条件（4.2），分别将对照品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。

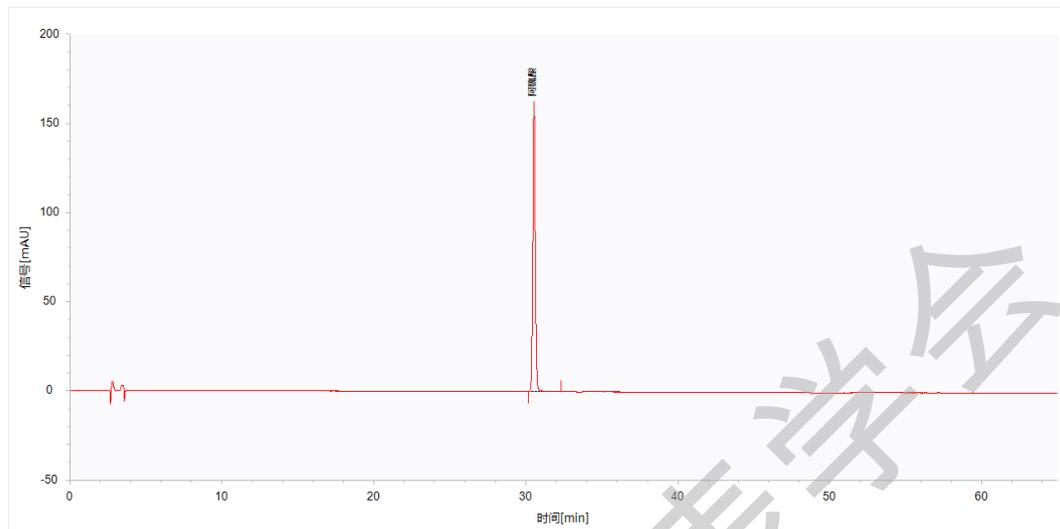


图 1 对照品参照物溶液的色谱图

表 1 对照品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
阿魏酸	30.575	1872.393	162.713	166874	-	1.04

由表 1 中数据可知，阿魏酸的理论塔板数为 166874，满足《川芎配方颗粒》中规定的阿魏酸峰的理论塔板数不低于 4000 的要求。

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

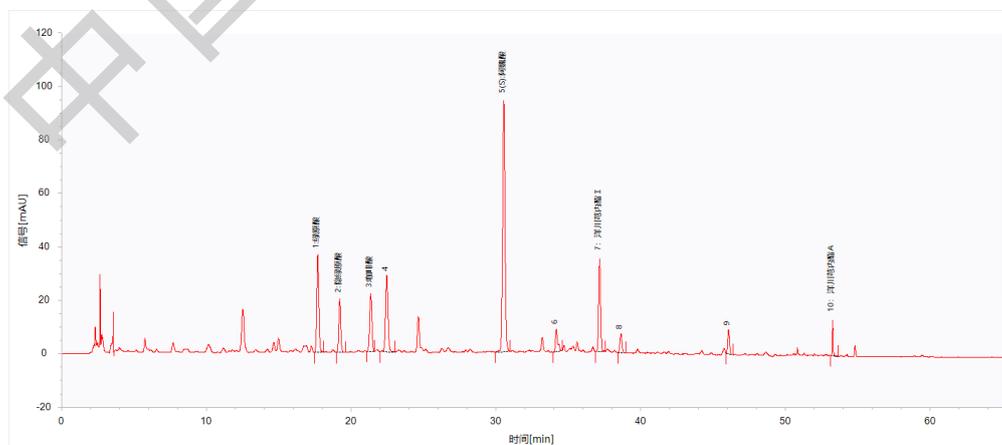


图 2 供试品溶液的色谱图

表 2 供试品溶液色谱图积分结果

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:绿原酸	17.717	363.212	36.420	74022	-	1.07
2:隐绿原酸	19.242	188.500	19.851	95643	5.99	1.01
3:咖啡酸	21.383	234.216	21.459	88350	7.98	1.01
4	22.483	341.531	28.564	84517	3.69	1.06
5(S):阿魏酸	30.567	1091.744	93.979	163765	26.45	1.07
6	34.192	91.799	8.378	353859	13.63	1.83
7:洋川芎内酯 I	37.183	332.728	34.585	341335	12.35	1.02
8	38.658	68.700	7.003	354003	5.74	1.03
9	46.092	77.477	8.910	632635	30.24	1.01
10:洋川芎内酯 A	53.275	58.848	13.239	3619526	41.80	1.13

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:绿原酸	17.717	0.580	0.576	0.63
2:隐绿原酸	19.242	0.630	0.626	0.56
3:咖啡酸	21.383	0.700	0.678	3.18
4	22.483	0.736	0.731	0.62
5(S):阿魏酸	30.567	-	-	-
6	34.192	1.119	1.134	-1.36
7:洋川芎内酯 I	37.183	1.216	1.256	-3.15
8	38.658	1.265	1.306	-3.16
9	46.092	1.508	1.528	-1.32
10:洋川芎内酯 A	53.275	1.743	1.776	-1.86

由表 2 和表 3 中数据可知，川芎配方颗粒供试品溶液的特征峰个数为 10 个，与《川芎配方颗粒》中规定的特征峰个数一致；各特征峰与阿魏酸峰的相对保留时间分别为 0.580（峰 1）、0.630（峰 2）、0.700（峰 3）、0.736（峰 4）、1.119（峰 6）、1.216（峰 7）、1.265（峰 8）、1.508（峰 9）、1.743（峰 10），均在规定值的±10%范围之内。

5 结论

本文使用 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定川芎配方颗粒的特征图谱。实验结果：阿魏酸的理论塔板数为 166874，满足《川芎配方颗粒》中规定的阿魏酸峰的理论塔板数不低于 4000 的要求；供试品溶液的特征峰个数与《川芎配方颗粒》中规定的特征峰个数一致，特征峰的相对保留时间均在规定值的±10%范围之内。因此，Wooking K2025 高效液相色谱仪可用于川芎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

中国仪器仪表表学