

木蝴蝶配方颗粒的特征图谱 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木蝴蝶配方颗粒的特征图谱。色谱条件: C_{18} 4.6×250mm, 5 μ m, 流速为 0.8mL/min, 柱温为 25°C, 进样量为 5 μ L, 检测波长为 276nm。实验结果: 木蝴蝶苷 B 的理论塔板数为 88079, 满足《木蝴蝶配方颗粒》中规定的不低于 5000 的要求; 供试品溶液的特征峰个数与《木蝴蝶配方颗粒》中规定的特征峰个数一致, 且相对保留时间均在规定值的 \pm 8%以内。因此, Wooking K2025 高效液相色谱仪可以实现木蝴蝶配方颗粒特征图谱的测定。

关键词: 木蝴蝶; 图谱

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、统一质量标准的新配药用。

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。木蝴蝶中药配方颗粒为紫葳科植物木蝴蝶的干燥成熟种子经炮制并按标准汤剂的主要质量指标经加工制成的配方颗粒。本品为浅棕黄色至棕黄色的颗粒; 气微, 味微苦, 用于肺热咳嗽, 喉痹, 音哑, 肝胃气痛, 具有清肺利咽, 疏肝和胃的功效。木蝴蝶配方颗粒试样经 50% 甲醇溶液超声提取后, 采用梯度洗脱, 在 276nm 处用紫外检测器检测。木蝴蝶配方颗粒应呈现 6 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;

醋酸: 色谱级;

木蝴蝶苷 B 对照品: 纯度 \geq 98%;

黄芩苷对照品：纯度为 99.29%；

黄芩素对照品：纯度≥98%；

0.22μm 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：取木蝴蝶苷 B 对照品、黄芩苷对照品和黄芩素对照品适量，精密称定，加 50%甲醇制成每 1mL 各含 0.1mg 的混合溶液，作为对照品参照物溶液；

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取约 0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25mL，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 min，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 4.6×250mm，5μm 或者相当的色谱柱；

b) 以乙腈为流动相 A，以 0.2%醋酸溶液为流动相 B，按下表进行梯度洗脱：

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	12	88
5	17	83
30	28	72
55	90	10
60	100	0

c) 柱温：25°C；

d) 进样量：5μL；

e) 流速：0.8mL/min；

f) 波长：276nm。

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。

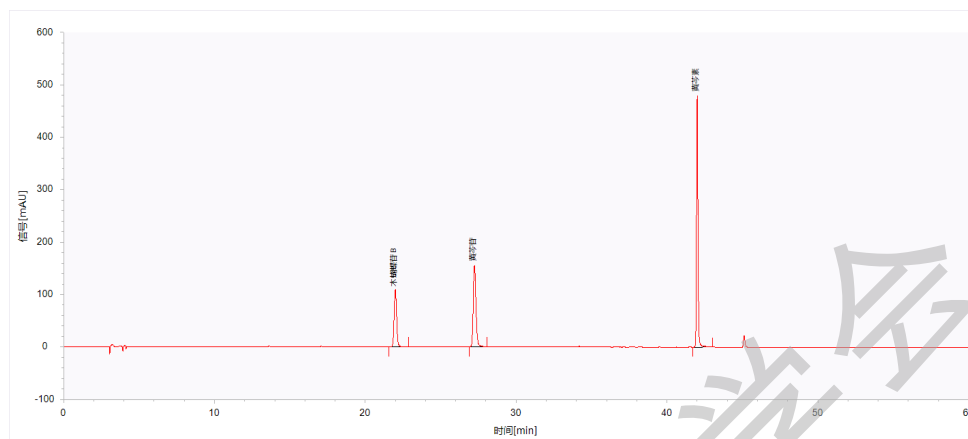


图 1 参照物溶液的色谱图

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
(S) 木蝴蝶苷 B	22.017	1246.602	109.209	88079	-	1.09
黄芩苷	27.258	1942.420	154.767	114402	16.94	1.22
黄芩素	42.025	3238.073	479.282	969814	59.91	1.17

由表 1 中数据可知，木蝴蝶苷 B 的理论塔板数为 88079，满足《木蝴蝶配方颗粒》中规定的不低于 5000 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。

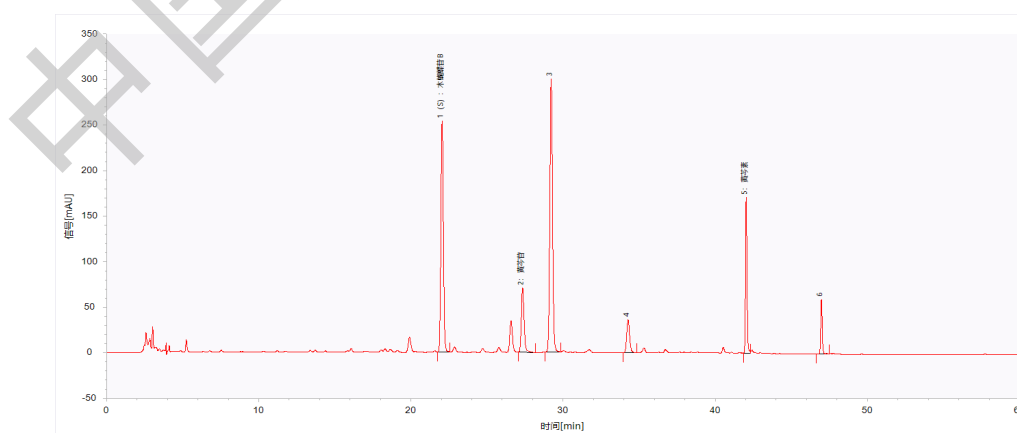


图 2 供试品溶液的色谱图

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 (S): 木蝴蝶苷 B	22.075	2874.583	253.552	88626	-	1.06
2: 黄芩苷	27.358	892.094	70.761	116014	17.11	1.20
3	29.242	3709.902	299.830	132348	5.86	1.04
4	34.292	485.051	36.283	156500	15.12	1.13
5: 黄芩素	42.058	1154.274	170.798	963689	29.99	1.15
6	47.000	423.885	59.950	1088085	28.12	1.12

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 (S): 木蝴蝶苷 B	22.075	-	-	-
2: 黄芩苷	27.358	1.24	1.26	-1.59
3	29.242	1.32	1.34	-1.49
4	34.292	1.55	1.60	-3.13
5: 黄芩素	42.058	1.91	2.06	-7.28
6	47.000	2.13	2.30	-7.39

由表 2 和表 3 中数据可知，木蝴蝶配方颗粒供试品溶液的特征峰个数为 6 个，与《木蝴蝶配方颗粒》中规定的特征峰个数一致；峰 2、峰 3、峰 4、峰 5、峰 6 与 S 峰的相对保留时间分别为 1.24、1.32、1.55、1.91 和 2.13，均在规定值的±8%以内。

5 结论

本文使用 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定木蝴蝶配方颗粒的特征图谱。实验结果：木蝴蝶苷 B 的理论塔板数为 88079，满足《木蝴蝶配方颗粒》中规定的不低于 5000 的要求；供试品溶液的特征峰个数与《木蝴蝶配方颗粒》中规定的特征峰个数一致，且相对保留时间均在规定值的±8%以内。因此，Wooking K2025 高效液相色谱仪可以实现木蝴蝶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