

## 高效液相色谱仪测定金银花配方颗粒



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。这种药不论是从有效成分、性味还是功效上都保持了传统中药饮片的全部特征，并且还具有不需要煎煮直接冲服，独立包装携带方便以及适合工业化生产等许多优点。



为加强中药配方颗粒的管理，规范中药配方颗粒的质量控制与标准研究，国家药监局和国家药典委组织制定了《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 种中药配方颗粒的标准公示。



金银花配方颗粒为忍冬科植物忍冬的干燥花蕾或带初开的花经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的浅黄色至黄棕色的配方颗粒，气微香，味苦，具有清热解毒之功效，主要用于外感风热或温病发热，中暑，热毒血痢，痈肿疔疮，喉痹及多种感染性疾病的治疗。

本次实验选择金银花配方颗粒样品，使用悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪对其进行检测，实验结果符合标准，仪器可用于中药配方颗粒特征图谱的表征。

## 实验部分

## 金银花配方颗粒特征图谱分析 —— 高效液相色谱法

### 仪器与试剂

1、**仪器与设备**：悟空 K2025 高效液相色谱仪；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)。



悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪

2、**试剂与材料**：符合 GB/T6682 的一级水；甲醇(色谱级)；乙腈(色谱纯)；磷酸(色谱纯)；绿原酸对照品(纯度为 99.73%)；芦丁对照品(纯度为 99.51%)；木犀草苷对照品(纯度为 98.58%)；0.22  $\mu\text{m}$  有机相滤膜。

### 02 样品前处理

参照物溶液的制备：取绿原酸对照品、木犀草苷对照品、芦丁对照品，置棕色容量瓶中，加 50%甲醇制成每 1mL 各含 40 $\mu\text{g}$  的混合溶液(10 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存)；

供试品溶液的制备：取本品适量，研细，取 0.4g，置具塞锥形瓶中，加入 50%甲醇 50mL，超声处理(功率 250W，频率 35kHz) 45min，取出放冷，过滤即得。

### 03 色谱条件

①色谱柱: C18 4.6×250mm，5μm 或者相当色谱柱

②流动相 A：乙腈；流动相 B：0.4%磷酸溶液，梯度洗脱程序表如下：

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	10	90
15	10	90
20	15	85
50	20	80
55	30	70
60	10	90

③柱温：35℃

④进样量：10μL(参照物溶液)、15μL(供试品溶液)

⑤流速：1.0mL/min

⑥波长：350nm

### 04 结果与讨论

1、参照物溶液的色谱图如图 1 所示：

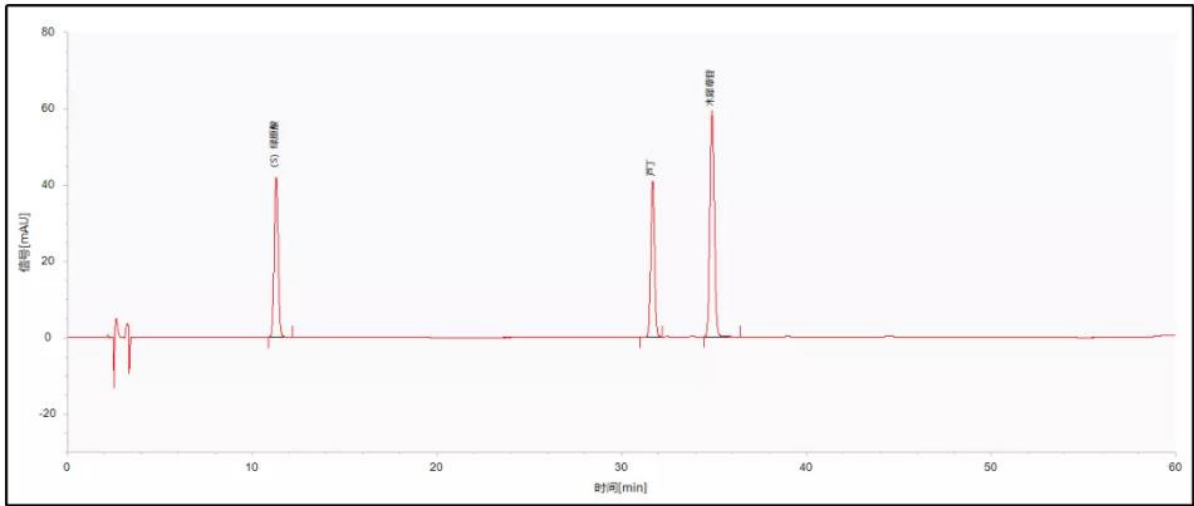


图 1 参照物溶液色谱图

2、供试品溶液的色谱图如图 2 所示，供试品色谱中呈现 8 个特征峰，与对照药材参照物色谱中的 8 个特征峰的保留时间相对应，其中峰 2、峰 4、峰 5 分别与相应的对照品参照物峰的保留时间相对应。

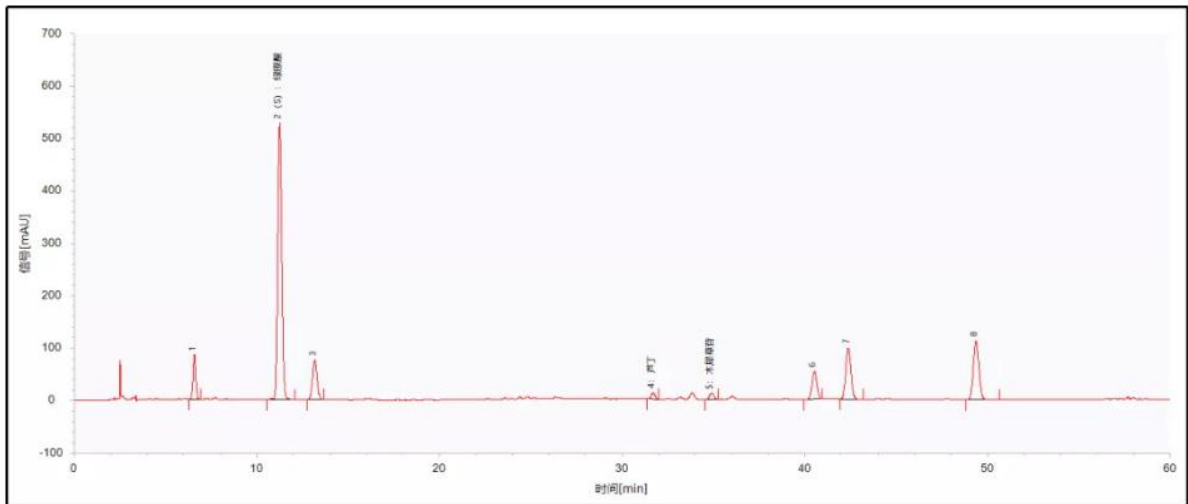


图 2 供试品溶液色谱图

(峰 2(S)：绿原酸；峰 4：芦丁；峰 5：木犀草苷)

3、供试品溶液色谱图积分表见表 1，以绿原酸参照物峰相应的峰为 S 峰，计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间，各特征峰的相对保留时间均在规定值的  $\pm 10\%$  范围之内。

表 1 供试品溶液色谱峰积分表

目标物	保留时间 (min)	相对保留时间 测定值(规定值)	偏差 (%)	峰面积 (mAU.s)	理论塔板数	分离度	对称 /拖尾因子
1	6.617	0.59 (0.58)	1.72	887.361	9617	-	0.94
2(S): 绿原酸	11.275	1.00 (-)	-	8172.334	12276	13.77	1.11
3	13.200	1.17 (1.15)	1.74	1338.309	12514	4.38	1.05
4: 芦丁	31.717	2.81 (-)	-	171.230	114950	43.78	0.96
5: 木犀草苷	34.925	3.10 (-)	-	197.185	107862	8.03	1.03
6	40.550	3.60 (3.80)	-5.26	980.285	108325	12.26	1.04
7	42.400	3.76 (4.02)	-6.47	1975.180	101646	3.61	1.05
8	49.392	4.38 (4.64)	-5.60	2367.086	123817	12.79	1.06

## 05 结论

实验结果表明，使用悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定金银花配方颗粒，供试品溶液的特征峰个数与《金银花配方颗粒》标准中规定的特征峰个数一致，且相对保留时间均在规定值的  $\pm 10\%$  范围之内；其中木犀草苷峰的理论塔板数为 107862，完全满足标准中规定其理论塔板数不低于 2000 的要求。因此，悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪可用于中药配方颗粒特征图谱的表征。