

巴戟天配方颗粒特征图谱分析——高效液相色谱法

背景:

中药配方颗粒是采用符合炮制规范的传统中药饮片作为原料,经现代制药技术提取、浓缩、干燥、制粒、包装精制而成的纯中药产品。配方颗粒保证了原中药饮片的全部特征,因为不需要煎煮、服用量少、携带保存方便等优点,在中国、韩国、日本甚至在欧美等国家和地区迅速发展开来。



巴戟天配方颗粒性味辛、甘、微温,具有强筋骨、祛风湿的功效。临床中常用于腰膝酸软、尿频遗尿等症。

对于腰膝酸软或疼痛,常与杜仲、续断等药物配伍使用;巴戟天还用于肝肾不足、筋骨痿软、行步艰难或久患风湿而肝肾虚损,常与肉苁蓉、杜仲、萆薢等配伍使用;对于风湿病,常与枸杞、淫羊藿、当归等药物配伍使用。

实验部分:

巴戟天配方颗粒特征图谱分析 高效液相色谱法

【仪器与试剂】

仪器与设备: 悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪(配蒸发光散射检测器); K2025 ATD

模数转换器；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）。

试剂与材料：符合 GB/T6682 的一级水；甲醇(色谱级)；乙腈(色谱纯)；耐斯糖对照品（纯度为 98.0%）；市售巴戟天配方颗粒；0.22 μm 有机相滤膜。

【样品处理】

对照品参照物溶液的制备：取耐斯糖对照品适量，精密称定，加 80%乙腈制成每 1mL 含 0.5mg 的溶液，作为对照品参照物溶液。

供试品溶液的制备：取巴戟天配方颗粒适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%乙醇 15mL，密塞，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30min，取出，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，作为供试品溶液。

【色谱条件】

- 色谱柱: 中性酰胺基键合硅胶色谱柱, 4.6×250mm, 5μm
- 流动相 A: 乙腈; 流动相 B: 水, 梯度洗脱程序表如下:

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.0	77	23
8.5	77	23
33.5	60	40
40.0	60	40
43.5	77	23
50.0	77	23

- 柱温: 35℃
- 进样量: 10μL
- 流速: 1.0 mL/min
- 蒸发光散射检测器: 漂移管温度: 60℃, 气体流量: 3.0mL/min

【结果与讨论】:

1. 对照品参照物溶液色谱图如图 1 所示, 耐斯糖峰的理论塔板数为 41054, 满足《巴戟天配方颗粒》中耐斯糖峰理论塔板数应不低于 2000 的要求。

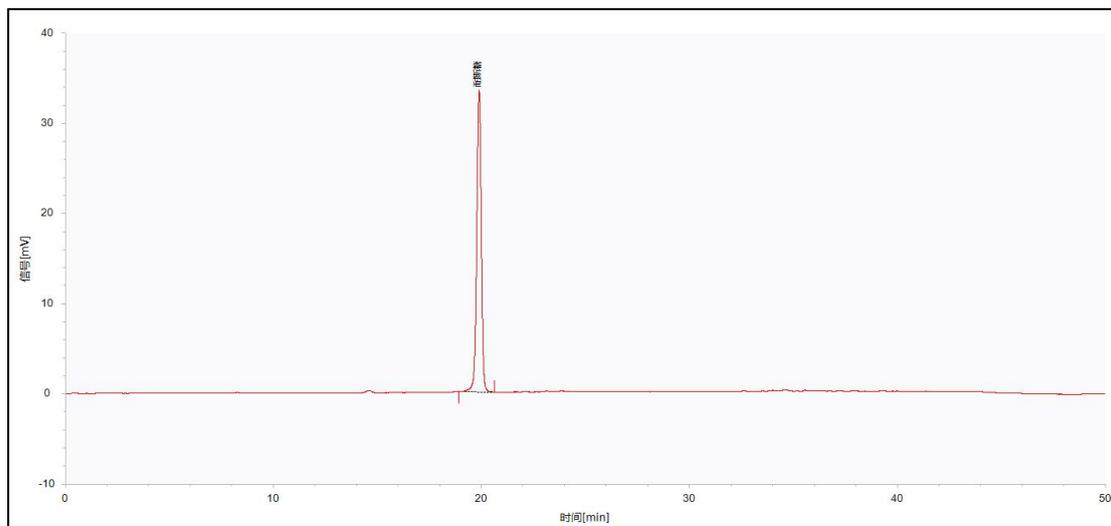


图 1 对照品参照物溶液色谱图

2. 供试品溶液色谱图如图 2 所示, 供试品溶液特征图谱中呈现 9 个特征峰, 与对照药材参照物色谱图中 9 个特征峰的保留时间相对应。

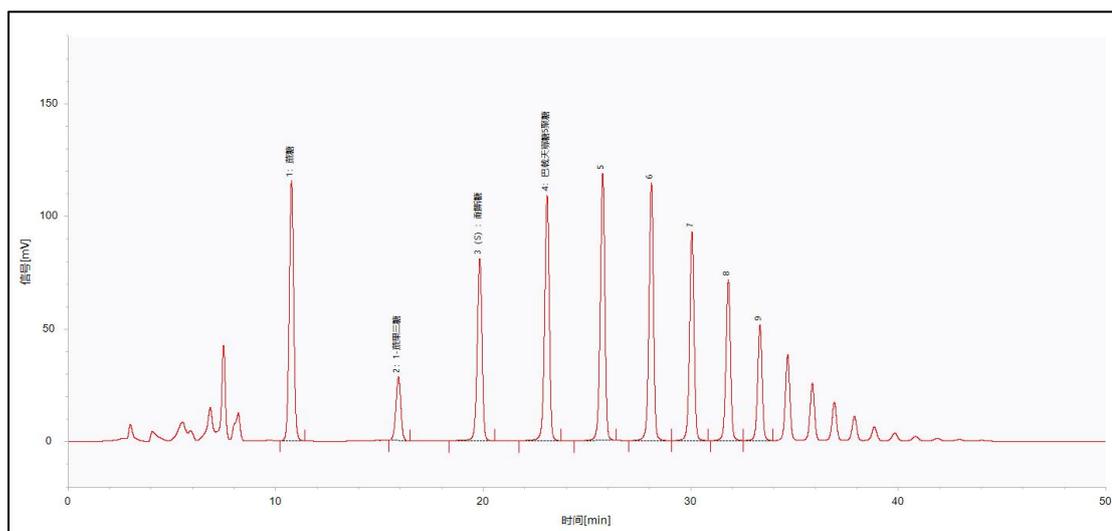


图 2 供试品溶液色谱图

(峰 1: 蔗糖; 峰 2: 1-蔗果三糖; 峰 3: 耐斯糖(S); 峰 4: 巴戟天寡糖; 峰 5: 聚糖)

3. 以耐斯糖参照物峰为 S 峰, 计算各特征峰与 S 峰的相对保留时间, 结果见表 1, 峰 1、峰 2 和峰 4 其相对保留时间在规定值的 $\pm 5\%$ 范围之内, 峰 5、峰 6、峰 7、峰 8 和峰 9 其相对保留时间在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内, 均满足《巴戟天配方颗粒》标准中对特征峰相对保留时间的要求。

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 (%)	理论塔板数	分离度	对称 /拖尾因子
1: 蔗糖	10.788	0.54 (0.54)	0.00	12147	-	0.99
2: 1-蔗糖三糖	15.937	0.80 (0.77)	3.90	21719	12.50	0.96
3 (S): 耐斯糖	19.857	-	-	36022	9.22	0.93
4: 巴戟天寡糖	23.103	1.16 (1.19)	-2.52	52207	7.89	0.91
5 聚糖	25.782	1.30 (1.34)	-2.99	66981	6.67	0.92
6	28.128	1.42 (1.47)	-3.40	84969	5.98	0.92
7	30.082	1.51 (1.58)	-4.43	95489	5.04	0.94
8	31.833	1.60 (1.68)	-4.76	105373	4.48	0.96
9	33.362	1.68 (1.76)	-4.55	115817	3.90	0.94

【结论】

实验结果表明, 使用悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪测定巴戟天配方颗粒的特征图谱, 供试品溶液的特征峰个数与《巴戟天配方颗粒》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偏差范围之内; 耐斯糖峰的理论塔板数为 41054, 满足《巴戟天配方颗粒》中耐斯糖峰理论塔板数应不低于 2000 的要求; 因此, 悟空 Wooking K2025 高效液相色谱仪完全可以满足巴戟天配方颗粒特征图谱测定的需求。