



超高效液相色谱

在 **中药配方颗粒** 中应用合集

APPLICATION OF ULTRA HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY
IN CHINESE MEDICINE FORMULA GRANULES

目录

01 企业介绍

02 关于中药配方颗粒的政策及标准

03 中药配方颗粒应用图集

3.1 独活	04
3.2 杜仲	05
3.3 升麻	06
3.4 天麻	07
3.5 泽兰	08
3.6 制何首乌	09
3.7 瓜蒌	10
3.8 炒苍耳子	11
3.9 麸炒枳壳	12

04 超高效液相色谱仪

4.1 超高效液相色谱仪的仪器特点	13
4.2 对比高效液相色谱仪的优势 ——从三七总皂苷了解开拓者	15
4.3 超高效液相色谱仪的特殊应用	16

第一篇 企业介绍

皖仪科技

安徽皖仪科技股份有限公司是一家以国际化视野、按国际化标准运营的全球分析仪器专业供应商,主导产品涵盖色谱、光谱、质谱类及医用分析仪器。

皖仪科技按照国际化标准组建世界级产品研发平台,构建高品质、高标准、持续创新、全球同步的产品研发体系,建立了博士后科研工作站、院士工作站、国家企业技术中心等科研平台,被评为国家级专新特精“小巨人”企业和国家知识产权优势企业,并于2020年7月在上交所科创板成功上市。

公司坚持“客户导向、以人为本、诚实正直、严谨开放”的核心价值观,整合全球领先的制造资源,器件采购全球化,生产制造社会化,为客户提供国际品质的产品。皖仪科技以国际化的视野进行管理和运营,在集成产品开发(IPD)、集成供应链(ISC)、人力资源管理、财务管理和质量控制等方面进行深刻变革,建立了基于IT的管理体系,积极适应国际竞争。

皖仪科技秉承“品质皖仪 服务皖仪”的企业精神,致力于打造一个在分析仪器和生命健康领域具有较强国际竞争力的企业,成为富有社会责任感、受人尊敬的中国企业典范!

安徽皖仪科技股份有限公司
应用开发中心
2022年3月



第二篇 关于中药 配方颗粒的政策及标准

引言

近年来,超高效液相色谱仪在中药研究领域的应用越来越普遍,2021年国家药监局相继颁布了196个中药配方颗粒国家标准,其中将近90%的品种都采用了超高效液相色谱仪进行分析。中药的组分复杂且分离困难等问题都可以通过超高效液相色谱仪来逐渐解决。

下附<中药配方颗粒质量控制与标准制定技术要求>摘录:

(八) 特征图谱或指纹图谱

由于中药配方颗粒已经不具备中药饮片性状鉴别的特征,应建立以对照药材为随行对照的特征图谱或指纹图谱。特征图谱可采用色谱峰保留时间、峰面积比值等进行结果评价。指纹图谱可采用中药指纹图谱相似度评价软件对供试品图谱的整体信息(包括其色谱峰的峰数、峰位及峰高或峰面积的比值等)进行分析,得到相似度值进行结果评价。主要成份在特征或指纹图谱中应尽可能得到指认。

应重点考察主要工艺过程中图谱的变化。在对中药材产地、采收期、基原调查基础上建立作为初始原料的中药材特征图谱或指纹图谱。中药材、中药饮片、中间体、中药配方颗粒特征图谱或指纹图谱应具相关性,并具有明确的量质传递规律。

中药配方颗粒特征图谱或指纹图谱的测定一般采用色谱法,如采用高效液相色谱法,根据中药配方颗粒品种多批次、检验量大的特点,亦可考虑采用超高效液相色谱法。

第三篇

中药配方颗粒应用图集

3.1 独活

《本草汇言》有记载：独活，善行血分，祛风行湿散寒之药也。凡病风之证，如头项不能俯仰，腰膝不能屈伸，或痹痛难行，麻木不用，皆风与寒之所致，暑与湿之所伤也；必用独活之苦辛而温，活动气血，祛散寒邪，故《本草》言能散脚气，化奔豚，疗疝瘕，消痈肿，治贼风百节攻痛，定少阴寒郁头疼，意在此矣。

仪器配置：

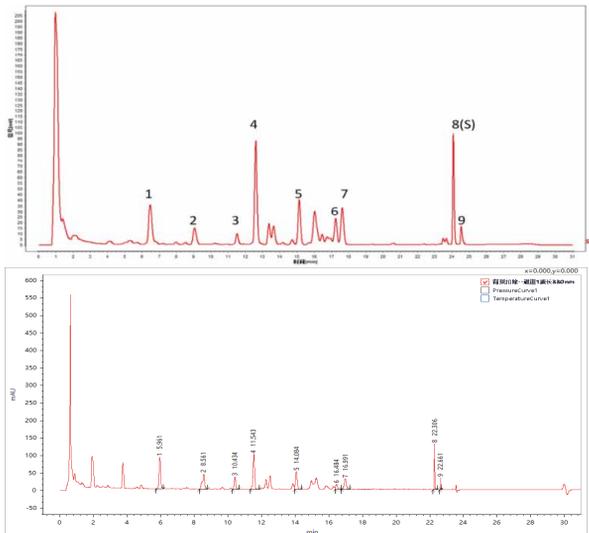
名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
波长	330nm	柱温	35°C
进样量	2μL	流速	0.3mL/min
洗脱条件	时间	A-甲醇	B-纯水
	0-2	30→35	70→65
	2-10	35→45	65→55
	10-18	45→51	55→49
	18-23	51→90	49→10
23-25	90	10	

色谱条件

前处理：

供试品溶液的制备：取本品适量，精密称定，置锥形瓶中，精密加入70%甲醇20mL，称定质量，超声处理20min，放冷，再称定质量，用70%甲醇补足减失的质量，摇匀，0.22 μm滤头滤过，取续滤液，即得。

参考谱图：



药典参考谱图

峰8(S):蛇床子素

峰9:二氢欧山芹醇当归酸酯

供试品测试谱图

峰8(S):蛇床子素

峰9:二氢欧山芹醇当归酸酯

3.2 杜仲

杜仲, 中药材名。本品为杜仲科植物杜仲的树皮。为了保护资源, 一般采用局部剥皮法。在清明至夏至间, 选取生长15~20年以上的植株, 按药材规格大小, 剥下树皮, 刨去粗皮, 晒干。置通风干燥处。功能主治为: 补肝肾, 强筋骨, 安胎。治腰脊酸疼, 足膝痿弱, 小便余沥, 阴下湿痒, 胎漏欲堕, 胎动不安, 高血压。



仪器配置:

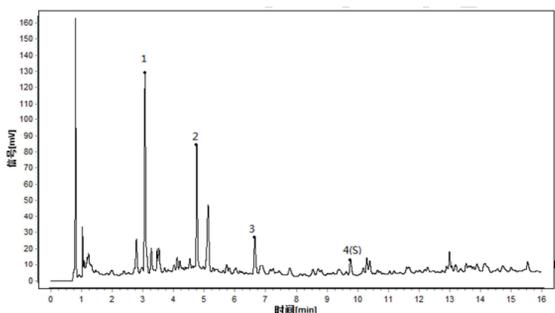
名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7μm		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7μm		
波长	254nm	柱温	40°C
进样量	1μL	流速	0.3mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.2%甲酸水溶液
	0-3	3→10	97→90
	3-6	10	90
	6-15	10→20	90→80
	15-17	20→55	80→45
	17.1-20	3	97

色谱条件

前处理:

取本品适量, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 加 70%甲醇 25ml, 超声处理 (功率250W, 频率 40kHz) 30 分钟, 放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

参考谱图:

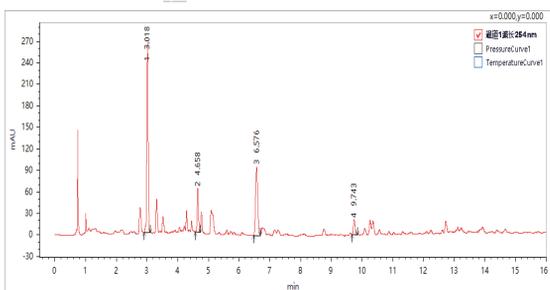


药典参考谱图

峰 1: 京尼平苷酸

峰 2: 绿原酸

峰 4 (S): 松脂醇二葡萄糖苷



供试品测试谱图

峰 1: 京尼平苷酸

峰 2: 绿原酸

峰 4 (S): 松脂醇二葡萄糖苷

3.3 升麻

升麻，中药名。别名：龙眼根、周麻、窟窿牙根，为毛茛科、升麻属植物大三叶升麻、兴安升麻或升麻的根茎。多年生草本，高1~2m。根茎为不规则块状，多分枝，呈结节状，有洞状茎痕，表面黑褐色，须根多而细。茎直立，有疏柔毛。主治时气疫疠，头痛寒热，喉痛，口疮，斑疹不透；中气下陷，久泻久痢，脱肛，妇女崩、带，子宫下坠；痈肿疮毒。



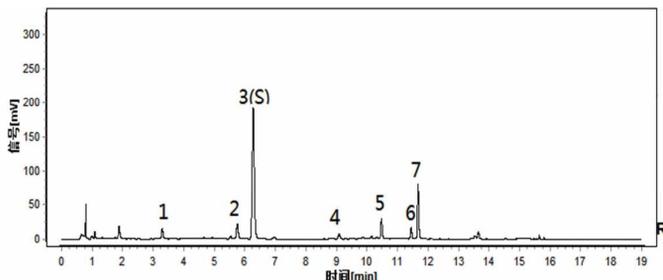
仪器配置：

名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8 μ m		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8 μ m		
波长	320nm	柱温	35 $^{\circ}$ C
进样量	1 μ L	流速	0.3mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.05%磷酸水溶液
	0-1	12	88
	1-3	12 \rightarrow 18	88 \rightarrow 82
	3-6	18	82
	6-13	18 \rightarrow 35	82 \rightarrow 65
	13-15	35 \rightarrow 90	65 \rightarrow 10
15-19	90	10	

色谱条件

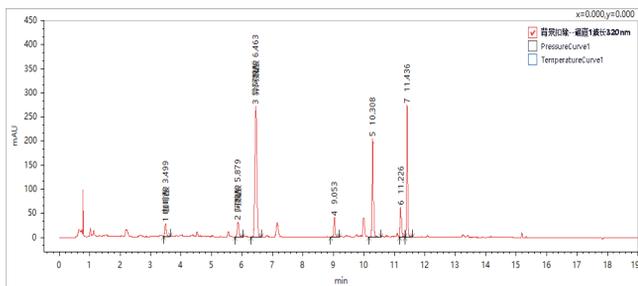
前处理： 取本品适量，研细，取约0.1g，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇25ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

参考谱图：



药典参考谱图

峰 1: 咖啡酸
峰 2: 阿魏酸
峰 3 (S): 异阿魏酸



供试品测试谱图

峰 1: 咖啡酸
峰 2: 阿魏酸
峰 3 (S): 异阿魏酸

3.4 天麻

天麻, 中药名。为兰科植物天麻的干燥块茎。具有息风止痉, 平抑肝阳, 祛风通络的功效。主治肝风内动, 惊痫抽搐, 眩晕, 头痛, 肢体麻木, 手足不遂, 风湿痹痛等。



仪器配置:

名称	型号
超高效液相色谱仪	LC3600系列
色谱泵	二元高压泵P3600B系列
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm
柱温箱	CT3600系列
检测器	DAD3600系列
自动进样器	AS3600系列

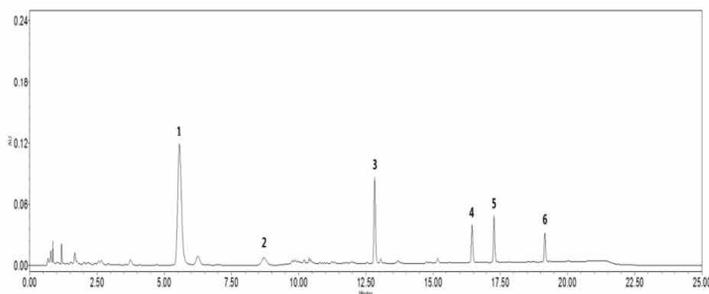
色谱条件

色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
波长	220nm	柱温	30°C
进样量	1μL	流速	0.35mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.05%磷酸水溶液
	0-0.5	2	98
	0.5-1	2→1	98→99
	1-7	1	99
	7-8	1→7	99→93
	8-12	7→9	93→91
	12-18	9→20	91→80
	18-20	20→23	80→77
20.1-25	2	98	

前处理:

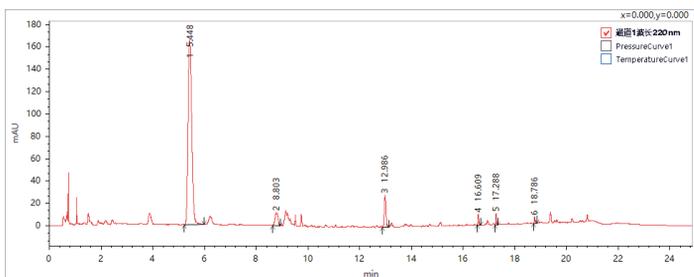
取本品适量, 研细, 取约0.1g, 置具塞锥形瓶中, 加稀乙醇20ml, 超声处理(功率250W, 频率40kHz)30分钟, 放冷, 摇匀, 摇匀, 0.22μm滤头滤过, 取续滤液, 即得。

参考谱图:



药典参考谱图

- 峰1: 天麻素
- 峰2: 对羟基苯甲醇
- 峰3: 巴利森苷E
- 峰4: 巴利森苷B
- 峰5: 巴利森苷C
- 峰6: 巴利森苷



供试品测试谱图

- 峰1: 天麻素
- 峰2: 对羟基苯甲醇
- 峰3: 巴利森苷E
- 峰4: 巴利森苷B
- 峰5: 巴利森苷C
- 峰6: 巴利森苷

3.5 泽兰

露蕊乌头是毛茛科、乌头属一年生草本植物，别名泽兰，根近圆柱形，茎高可达100厘米，被疏或密的短柔毛，等距地生叶，常分枝。露蕊乌头的叶、花、根皆可入药，味辛，性温，具祛风镇静、驱虫杀蛆的功效，可用于治疗关节疼痛、风湿等症，全草有毒。



仪器配置:

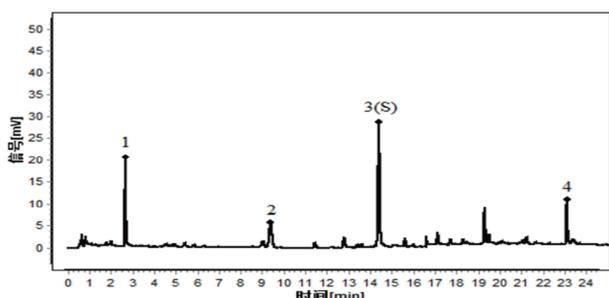
名称	型号
超高效液相色谱仪	LC3600系列
色谱泵	二元高压泵P3600B系列
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm
柱温箱	CT3600系列
检测器	DAD3600系列
自动进样器	AS3600系列

色谱条件

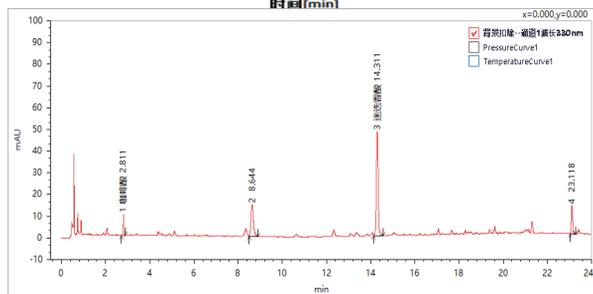
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
波长	330nm	柱温	40°C
进样量	1μL	流速	0.4mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.05%磷酸水溶液
	0-3	10→14	90→86
	3-9	14	86
	9-10	14→15	86→85
	10-15	15→20	85→80
	15-24	20→30	80→70
	24-26	30→90	70→10
	26.1-30	10	90

前处理: 取本品适量，研细，取约0.1g，置具塞锥形瓶中，加稀乙醇20ml，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，摇匀，摇匀，0.22μm滤头滤过，取续滤液，即得。

参考谱图:



药典参考谱图
峰 1: 咖啡酸
峰 3 (S): 迷迭香酸



供试品测试谱图
峰 1: 咖啡酸
峰 3 (S): 迷迭香酸

3.6 制何首乌

何首乌为蓼科植物何首乌的干燥块根。叶枯萎时采挖，削去两端，洗净，个大的切成块，干燥，称何首乌；炮制加工品，称制何首乌。棕褐色或黑色。气微，味微甘而苦涩。苦、甘、涩，温。归肝、心、肾经。具有补肝肾，益精血，乌须发，强筋骨功效。用于血虚萎黄，眩晕耳鸣，须发早白，腰膝酸软，肢体麻木，崩漏带下，久疟体虚；高血脂。主要适宜人群是脂肪肝，三高，肥胖症，失眠，脱发，少白头及亚健康人群。



仪器配置：

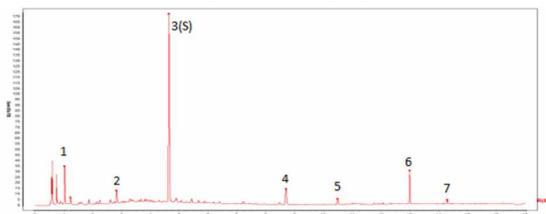
名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7μm		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7μm		
波长	254nm	柱温	35°C
进样量	1μL	流速	0.4mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.1%磷酸水溶液
	0-2.5	5→15	95→85
	2.5-6	15→25	85→75
	6-9	25→30	75→70
	9-15	30→95	70→5
	15-17	95→5	5→95
17.1-20	5	95	

色谱条件

前处理：

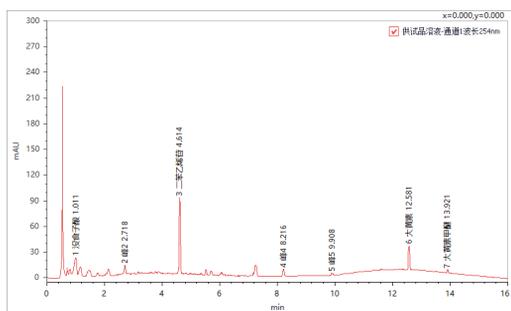
取本品适量，研细，取约 0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70%甲醇 25ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率40kHz）20 分钟，放冷，再称定重量，用 70%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

参考谱图：



药典参考谱图

峰1:没食子酸
峰3:二苯乙烯苷(S)
峰6:大黄素
峰7:大黄素甲醚



供试品测试谱图

峰1:没食子酸
峰3:二苯乙烯苷(S)
峰6:大黄素
峰7:大黄素甲醚

3.7 瓜蒌

瓜蒌，中药材名。本品为葫芦科植物栝楼的果实。秋末果实变为淡黄时采收，悬挂通风处阴干。功能主治为：清热涤痰，宽胸散结，润肠。用于肺热咳嗽，痰浊黄稠，胸痹心痛，乳痈、肺痈、肠痈肿痛。



仪器配置：

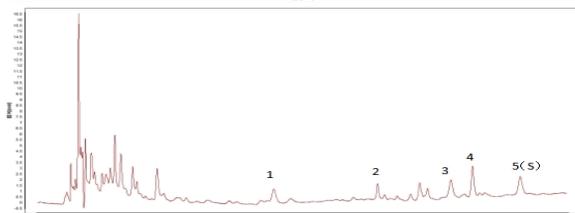
名称	型号
超高效液相色谱仪	LC3600系列
色谱泵	二元高压泵P3600B系列
色谱柱	RP18 2.1*100mm 1.7 μ m
柱温箱	CT3600系列
检测器	DAD3600系列
自动进样器	AS3600系列

色谱条件

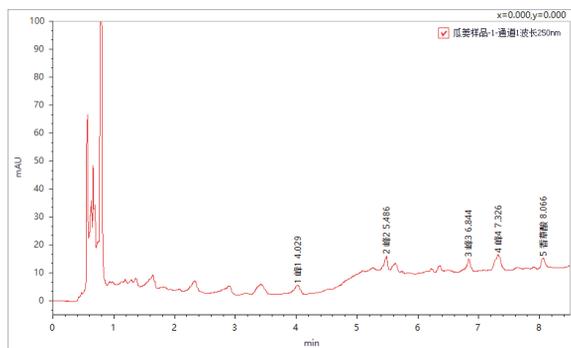
色谱柱	RP18 2.1*100mm 1.7 μ m		
波长	250nm	柱温	35 $^{\circ}$ C
进样量	1 μ L	流速	0.35mL/min
洗脱条件	时间	A-甲醇	B-0.1%甲酸水溶液
	0-2.5	2	98
	2.5-4	2 \rightarrow 15	98 \rightarrow 85
	4-4.5	15	85
	4.5-7.5	15 \rightarrow 25	85 \rightarrow 75
	7.5-8.5	25 \rightarrow 35	75 \rightarrow 65
	8.5-10	35 \rightarrow 2	65 \rightarrow 98
10-12	2	98	

前处理： 取本品适量，研细，取约0.2g，置具塞锥形瓶中，加水10ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用水补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

参考谱图：



药典参考谱图
峰5(S)：香草酸



供试品测试谱图
峰5(S)：香草酸

3.8 炒苍耳子

苍耳子, 中药名。别名: 虱马头、苍耳子、老苍子、道人头、刺八裸、苍浪子、绵苍浪子、羌子裸子、青棘子、抢子、痴头婆, 胡苍子、野茄、猪耳、菜耳, 苍苍子, 广东话又叫磁头芒(痴头芒)。属菊科、苍耳属一年生草本菊科植物苍耳的带总苞的果实, 苍耳子属于常用中草药, 具有散风除湿通窍等功效。



仪器配置:

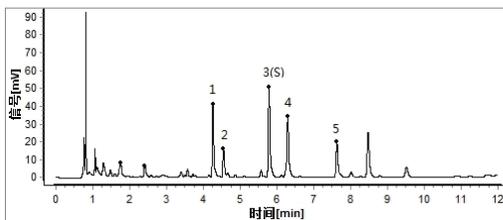
名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7 μ m		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.7 μ m		
波长	254nm	柱温	35 $^{\circ}$ C
进样量	1 μ L	流速	0.3mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.2%甲酸水溶液
	0-2	2 \rightarrow 7	98 \rightarrow 93
	2-10	7 \rightarrow 15	93 \rightarrow 85
	10-13	15 \rightarrow 40	25 \rightarrow 60
	13-14	40 \rightarrow 100	60 \rightarrow 0
	14-16	100	0
	16-17	100 \rightarrow 2	0 \rightarrow 98
17-18	2	98	

色谱条件

前处理:

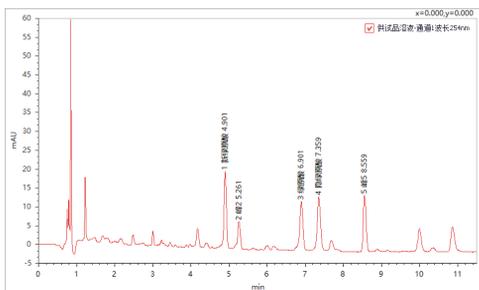
取本品适量, 研细, 取约0.2g, 置具塞锥形瓶中, 加水10ml, 称定重量, 超声处理(功率250W, 频率40kHz) 30分钟, 放冷, 再称定重量, 用水补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

参考谱图:



药典参考谱图

峰 1: 新绿原酸
峰 3(S): 绿原酸
峰 4: 隐绿原酸



供试品测试谱图

峰 1: 新绿原酸
峰 3(S): 绿原酸
峰 4: 隐绿原酸

3.9 麸炒枳壳

麸炒枳壳是芸香科植物。酸橙及其栽培变种的干燥未成熟果实。7月果皮尚绿时采收，自中部横切为两半，晒干或低温干燥。主治 理气宽中，行滞消胀。用于胸胁气滞，胀满疼痛，食积不化，痰饮内停；胃下垂，脱肛，子宫脱垂。



仪器配置：

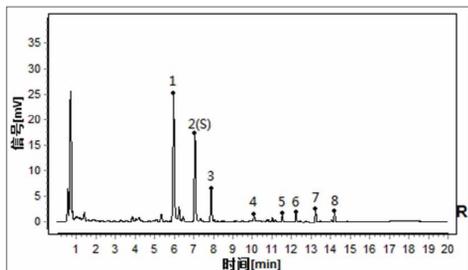
名称	型号		
超高效液相色谱仪	LC3600系列		
色谱泵	二元高压泵P3600B系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
柱温箱	CT3600系列		
检测器	DAD3600系列		
自动进样器	AS3600系列		
色谱柱	C18 2.1*100mm 1.8μm		
波长	283nm	柱温	30°C
进样量	2μL	流速	0.4mL/min
洗脱条件	时间	A-乙腈	B-0.05%磷酸水溶液
	0~7	15→25	85→75
	7~8	25→40	75→60
	8~10	40→45	60→55
	10~13	45→60	55→40
	13~15	60→15	40→85
	15~20	15	85

色谱条件

前处理：

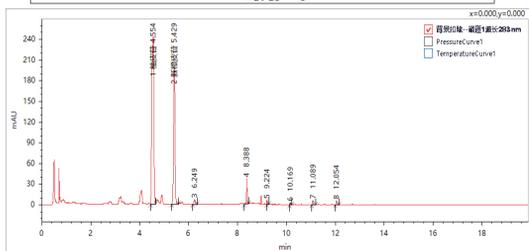
取本品适量，研细，取约0.1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇100ml，称定重量，超声处理（功率250W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

参考谱图：



药典参考谱图

峰 1: 柚皮苷
峰 2 (S): 新橙皮苷
峰 7: 川陈皮素
峰 8: 橘红素



供试品测试谱图

峰 1: 柚皮苷
峰 2 (S): 新橙皮苷
峰 7: 川陈皮素
峰 8: 橘红素

第四篇

超高效液相色谱仪

4.1 超高效液相色谱仪的仪器特点

LC3600系列超高效液相色谱仪

国内首台真正商品化的超高效液相色谱仪

Concultra来自于Conquer(征服)和Ultra(超高效),中文名称“开拓者”。它是国内首款真正商品化的超高效液相色谱,即将为国产液相色谱开拓新的天地。

开拓者超高效液相色谱的革命性在于高精度的超高压输液单元,低系统扩散体积和优化的流路,针对流路自动进样器超低的进样周期,极低的交叉污染,能够充分的发挥亚二微米色谱柱的极致性能,带来更高的速度、灵敏度和分离度,同时消耗的试剂更少,极大减少了实验成本,为客户带来更高的效率。



▶ 自动进样器

超高效自动进样器,采用超高压针在流路无损进样技术,具有极低的进样循环周期和极低的交叉污染。制冷的样品室,能够保存生物样品等易变质的待测物质。



▶ 输液泵

超高效二元高压泵是超高效液相的核心部件，它采用超高压直线电机泵，最高压力可达到150MPa，流量范围0-2mL/min，涵盖亚二微米色谱柱的最佳适用范围。

超高效二元高压泵动态压缩补偿采用高精度实时压力更随技术实现“零波动”的效果，带来极高的流量稳定性。

超高效二元高压泵作为一款高端液相泵，标配四路溶剂切换，电动放空阀，六路在线脱气，支持漏液探测等丰富功能，使用户能够摆脱手工操作。



▶ 柱温箱



超高效柱温箱带主动预热模块功能，升温速率极快，在超高效极短的检测时间上能够充分预热流动相，带来绝佳的检测效果。

▶ 检测器

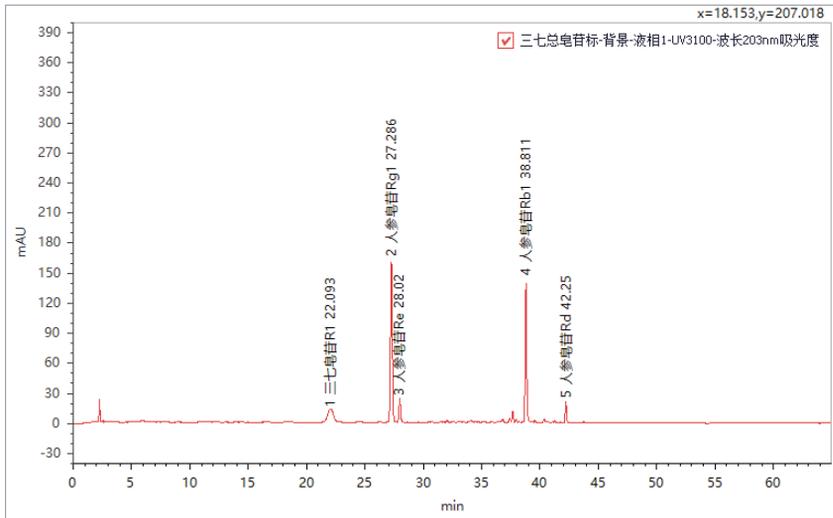
超高效二极管阵列检测器，采用专利的液芯波导流通池技术，实现光能量的无损传输，配合独有的最小化杂散光技术，带来极高的灵敏度和信噪比，同时还具有超高的检测速率，能够充分发挥超高效液相的性能。



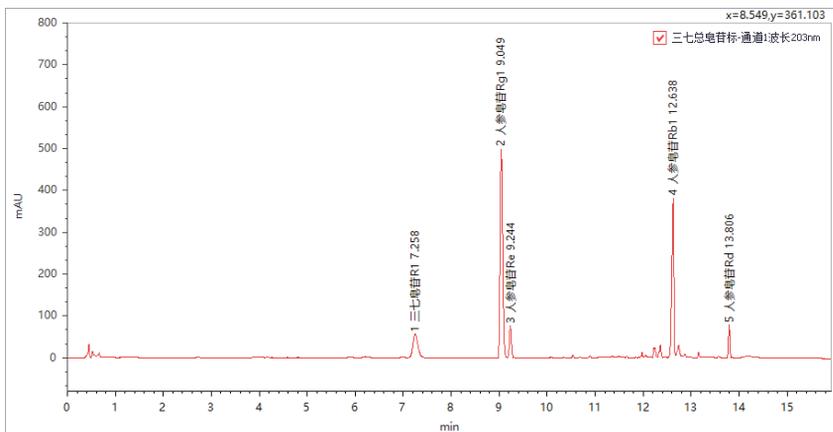
4.2 对比高效液相色谱仪的优势——从三七总皂苷了解开拓者

本品为五加科植物三七Panax notoginseng (Burk.) F.H.Chen 的主根或根茎经加工制成的总皂苷。

药典中其测试方法为高效液相色谱法,此法分析时间一般为70min,不仅耗时长,试剂消耗量也大,皖仪应用工程师使用开拓者开发出三七总皂苷的超高效液相色谱法,将分析时长由70min缩短至15min,大大提高了测试效率,除此,超高效液相色谱法消耗的试剂量比高效液相色谱法小的多,灵敏度也高得多。



高效液相色谱法
测试谱图



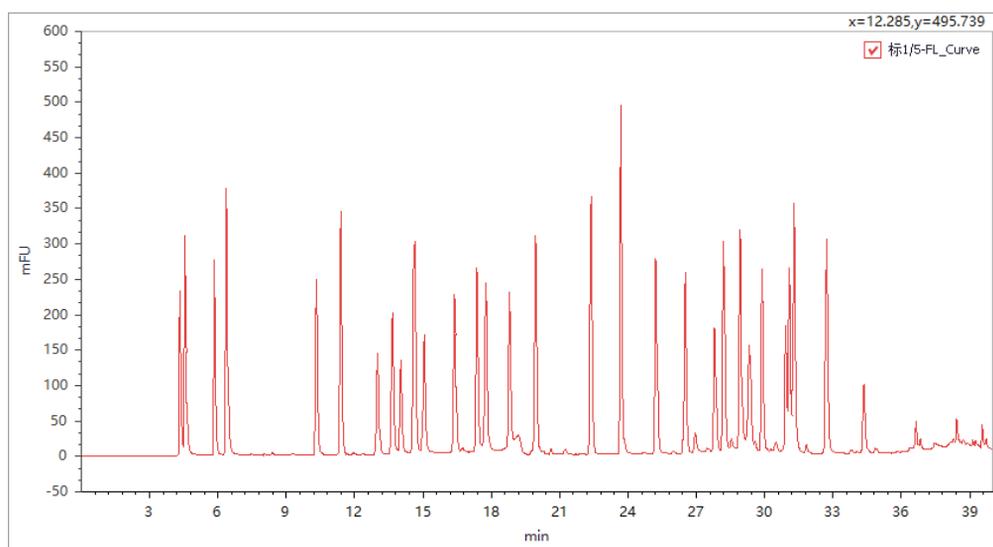
超高效液相色谱法
测试谱图

4.3 超高效液相色谱仪的特殊应用

超高效液相色谱仪在古生物研究中也有相关应用,如古生物化石中手性氨基酸的测定-超高效液相色谱柱前衍生法,该方法人工衍生步骤繁琐且对人员的要求极高,反应产物不稳定,需在其衍生后立即进样,皖仪科技采用自动进样器智能化-在线衍生方法进行测试,分离出三十多种氨基酸,且分离效果良好。



古生物化石



32种手性氨基酸测试谱图

wayeal 皖仪

中国高端色谱标杆品牌

品质皖仪 · 服务皖仪

安徽皖仪科技股份有限公司

ANHUI WANYI SCIENCE AND TECHNOLOGY CO.,LTD

地址:安徽省合肥市高新区文曲路8号

电话:0551-62521516

网址:www.wayeal.cn



【皖仪公众号】



【皖仪云平台】

