

# Nexera LC-40 超高效液相色谱分析金果饮中橙皮苷

LC-195

**摘要：**本文采用岛津 Nexera LC-40 超高效液相色谱仪，建立了快速测定金果饮中橙皮苷的方法。数据采集采用智能自动方式启动柱温、流速等进行系统平衡，并对目标物进行快速测定，结果显示，连续 6 针进样，橙皮苷的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.17% 和 0.04%。实验结果表明，该方法能快速测定金果饮中橙皮苷，全自动启动功能能够实现样品分析中良好的仪器精密度。

**关键词：**Nexera LC-40 高效液相色谱仪 自动启动 金果饮 橙皮苷

金果饮口服液（金果饮）为棕褐色液体，具有清热解毒，抗菌消炎的功效，主要用于治疗咽干咽痛等。

《中国药典》2015 年版中规定，使用高效液相色谱法对其有效成分含量进行测定，本品每 1 mL 含陈皮以橙皮苷（ $C_{28}H_{34}O_{15}$ ）计，不得少于 0.15 mg；理论塔板数按橙皮苷峰计算应不低于 6000。

2018 年 11 月 15 日，国家药典委员会发布“高效液相色谱法《中国药典》（2020 版）征求意见稿”，其中对超高效液相色谱法的硬件系统及色谱条件（方法参数）的调整作了要求。若使用小粒径（约 2  $\mu\text{m}$ ）

快速柱进行分析，那么硬件系统（输液泵的性能、进样体积、流通池体积和系统的死体积等）必须与之匹配；在参数设定上，对固定相及相应参数的调整范围做了框定，且调整后，系统适用性符合要求，色谱峰出峰顺序不变。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，采用全自动启动功能，快速测定金果饮中橙皮苷的方法，且橙皮苷标准品连续测定 6 次，自动计算系统适应性，得到了良好的仪器精密度数据。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，包括 SCL-40 系统控制器，DGU-405 脱气机，LC-40B X3 输液泵，SIL-40C X3 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-M40 检测器，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。



图 1 岛津 Nexera LC-40 超高效液相色谱仪

## 1.2 分析条件

色谱柱：Shim-Pack GIST (2.1 mm I.D.×100 mm L., 2 μm)  
(P/N, 227-30001-04, 岛津(上海)实验器材有限公司)  
流动相：A: 0.2% 磷酸溶液； B: 乙腈  
流速：0.4 mL/min  
柱温：40°C  
检测波长：283 nm  
进样体积：5 μL  
洗脱方式：等度洗脱, A相 :B相 =82:18 (V:V)

## ■ 样品前处理

对照品与供试品处理遵照《中国药典》(2015版)一部

对照品溶液制备：取橙皮苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 33 μg 的溶液，即得。

供试品溶液制备：精密量取本品 5 mL，置 25 mL 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液色谱图

按照 1.2 中分析条件，将 2 中配制的对照品溶液上机分析，橙皮苷色谱图如图 2 所示。橙皮苷峰理论塔板数为 8298，满足药典中按橙皮苷峰计算理论塔板数不低于 6000 的要求。

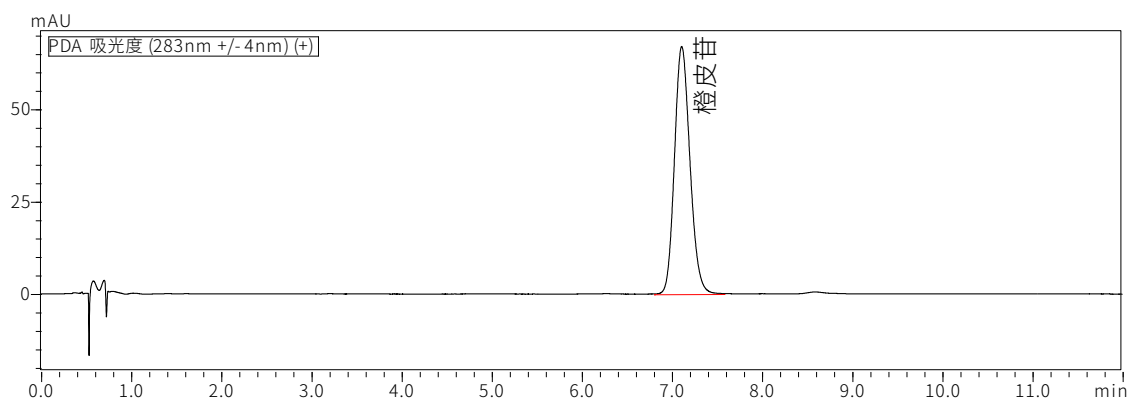


图 2 橙皮苷对照品溶液色谱图

### 3.2 智能启动功能的应用及在线系统适用性

采用全自动启动功能，只需预先设定好启动程序，仪器将根据指令进行排气、流动相置换、预热以及系统平衡，然后根据批处理表设定进行数据采集。同时在批处理采集中，自动执行在线系统适用性检查。

将配制得到的对照品溶液连续进样 6 次，通过批处理采集设定执行在线系统适用性考察，考察保留时间及峰面积 RSD%，设定要求保留时间 RSD% 小于 1%，峰面积 RSD% 小于 2%。6 次数据采集完成后，自动获得系统适用性评价报告，综合评价为 Pass，详见图 3。

橙皮苷的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.17% 和 0.04%，仪器精密度良好。详见图 4 和表 1。

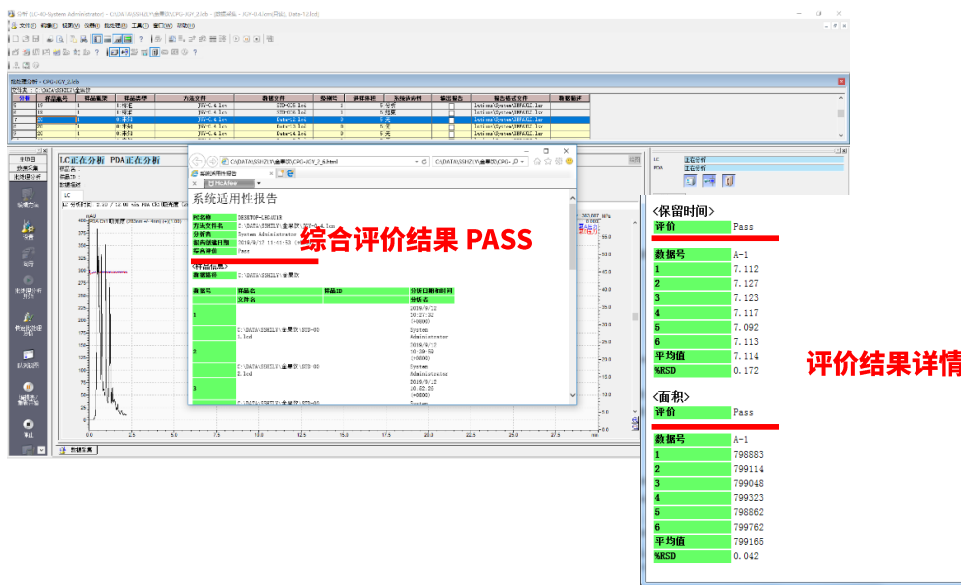


图3 在线系统适应性评价结果

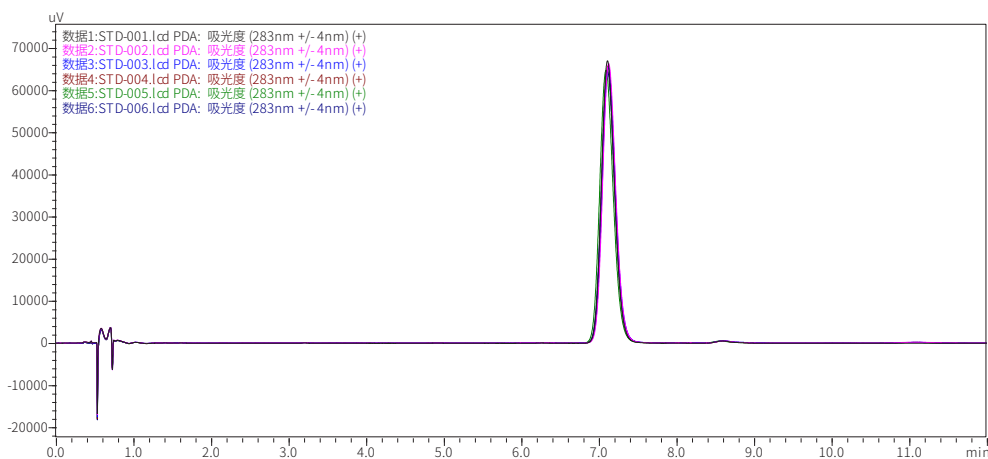


图4 橙皮苷对照品溶液6针重复性色谱图

表1 对照品溶液重复性结果

	橙皮苷	
	保留时间 (min)	峰面积
1	7.112	798,883
2	7.127	799,114
3	7.123	799,048
4	7.117	799,323
5	7.092	798,862
6	7.113	799,762
平均值	7.114	799,165
RSD (%)	0.17	0.04

### 3.3 常规液相方法与 UHPLC 方法样品测定比较

将某厂家生产的金果饮口服液经前述方法前处理后作为供试品溶液，上机分析。

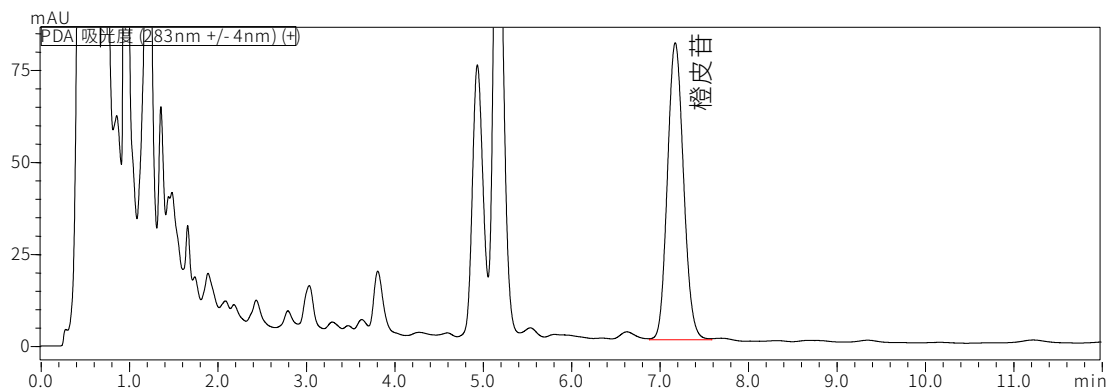


图 5 金果饮供试品溶液分析 UHPLC 方法色谱图

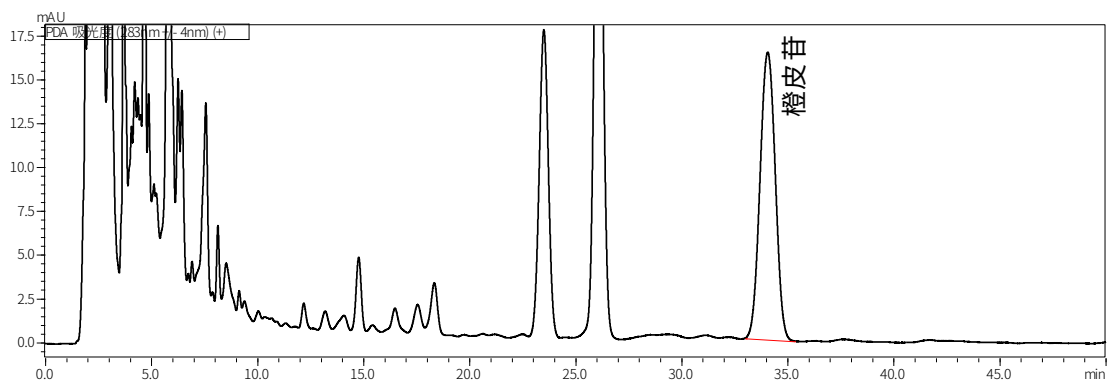


图 6 金果饮供试品溶液分析 UHPLC 方法色谱图  
(色谱柱 Shim-Pack GIST (4.6 mm i.d.×250 mm L, 5 μm)，流速为 1.0 mL/min)

将常规液相方法与超高效液相方法所得数据进行对比可见，在保证良好分离的前提下，超高效液相方法既将单次分析时间从 50 分钟缩短到 12 分钟，分析效率提高 3 倍，又显著减少流动相的消耗到常规液相方法的 1/10。

表 2 橙皮苷分析结果对比（在相同浓度及进样体积条件下）

	保留时间 (min)	峰面积	峰高	S/N
常规液相方法	31.72	783,454	19,655	353
超高效液相方法	7.11	798,883	66,876	538

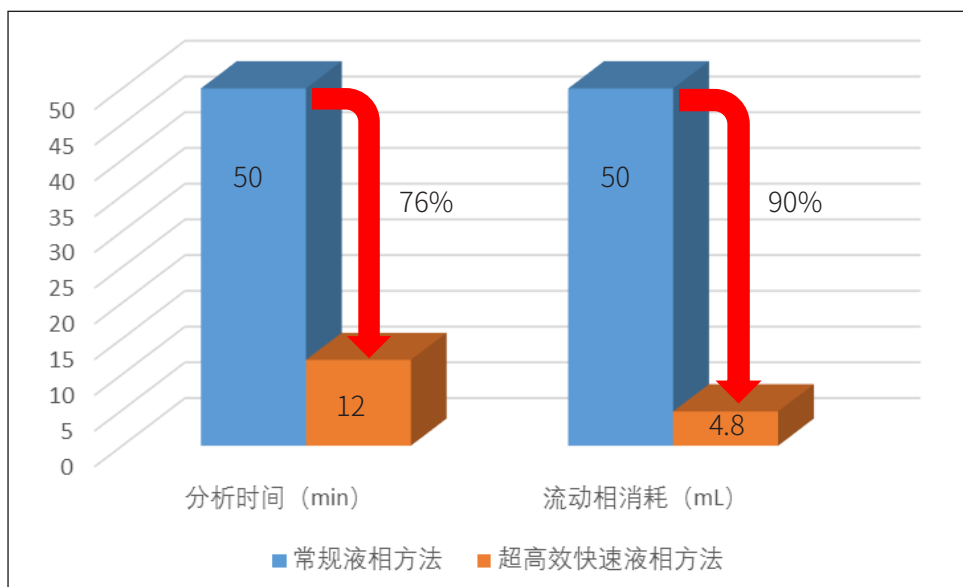


图 7 单次分析时橙皮苷分析常规液相与超高效快速液相所需分析时长和流动相消耗对比

## ■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 超高效液相色谱仪，建立了快速测定金果饮中有效成分橙皮苷含量的方法。实验表明，Nexera LC-40 采用智能启动快速液相条件分析在线系统适用性评价综合结果显示仪器精密度良好，橙皮苷对照品的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.17% 和 0.04%；与常规液相得到的结果相比较时，在保证良好分离的前提下，耗时缩短 30% 以上，试剂消耗仅为常规液相的 1/10，分析效率大为提高。

岛津应用云

