

Nexera LC-40 智能自动化启动功能在快速测定复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量中的应用

LC-186

摘要：本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了快速测定复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量的方法。数据采集时利用智能自动化启动方式对目标物进行快速测定，取得了良好的精密度。连续 6 针进样，黄芩苷的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.10% 和 0.03%。实验结果表明，该方法能快速准确地测定复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量，智能自动启动使用 Flow Pilot 功能能够实现快速样品分析中良好的仪器精密度；同时，与 SPD-M20A 测定结果相比，SPD-M40 的三重温控技术使检测结果体现出更佳、更稳定的基线及出色的响应强度。

关键词：Nexera LC-40 高效液相色谱仪 自动启动 Flow Pilot 复方鱼腥草合剂 黄芩苷

复方鱼腥草合剂为黄棕色至棕色液体，主要处方为鱼腥草、黄芩、板蓝根、连翘和金银花，清热解毒，用于外感风热引起的咽喉疼痛；急性咽炎、扁桃腺炎有风热证候者。其含量测定参照《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黄芩苷含量进行测定，本品每 1 mL 含黄芩苷（C₂₁H₁₈O₁₁）计，不得少于 0.45 mg；理论塔板数按黄芩苷峰计算

应不低于 2000。

本实验使用 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，采用 Nexera LC-40 独有的 Flow Pilot 功能智能自动启动，建立了快速测定复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量的方法，且黄芩苷对照品连续测定 6 次，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 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Shim-Pack GIST (3.0 mm I.D.×75 mm L., 2 μm)
(P/N 227-3002-03, 岛津实验器材(上海)有限公司)

流动相: A-0.6% 磷酸溶液; B- 甲醇

流速: 1 mL/min

柱温: 40°C

检测波长: 280 nm

进样体积: 5 μL

洗脱方式: 等度洗脱, A相 :B相 =58:42 (v:v)

■ 样品前处理

参照《国家食品药品监督管理局国家药品标准》WS-10821 (ZD-0821) -2002-2012Z 中复方鱼腥草合剂测定方法。

对照品溶液制备: 取黄芩苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1 mL 含 20 μg 的溶液, 即得。

供试品溶液制备: 精密量取本品 2 mL, 置 50 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, 黄芩苷色谱图如图 2 所示。测得理论塔板数为 2954, 满足《中国药典》中规定的理论塔板数按黄芩苷峰计不低于 2000 的要求。

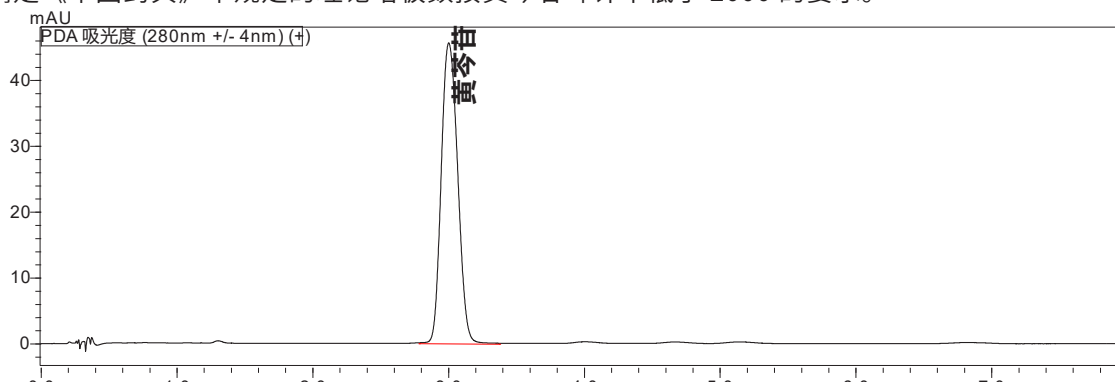


图 2 黄芩苷对照品溶液色谱图

3.2 自动启动功能及 Flow Pilot 功能的应用

采用智能自动启动功能, 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应性检查。

行在线系统适应性检查。

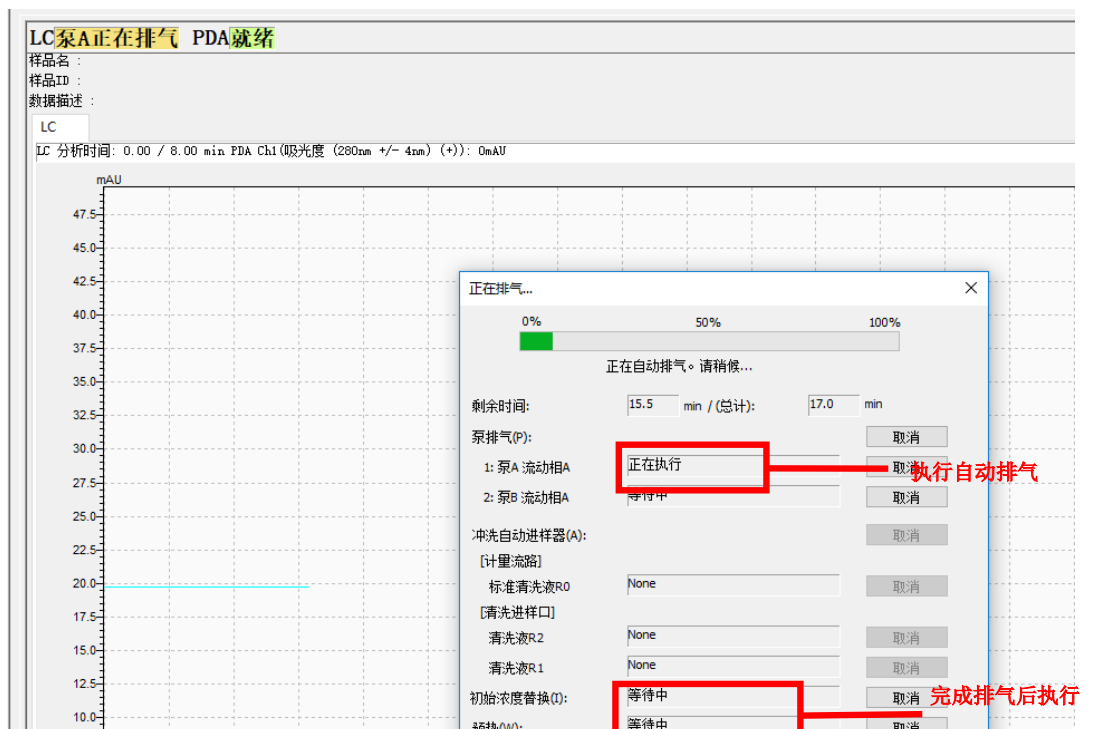


图3 自动启动运行过程

启动时，设置 Flow Pilot 功能使流速缓慢增加到设定流速（假设总流速为 1mL/min，设定流量到达时间为 2 min；那么流速在 1 min 内将从 0 mL 上升 0.5 mL——设定总流速的一半，然后等待柱温稳定，稳定后，流速在 1-2 min 由 0.5 mL 上升到 1 mL——设定的总流速），而非即时到达，详见图 4。这样可以避免柱压在短时间内快速上升，从而起到保护色谱柱，延长色谱柱使用寿命的目的。

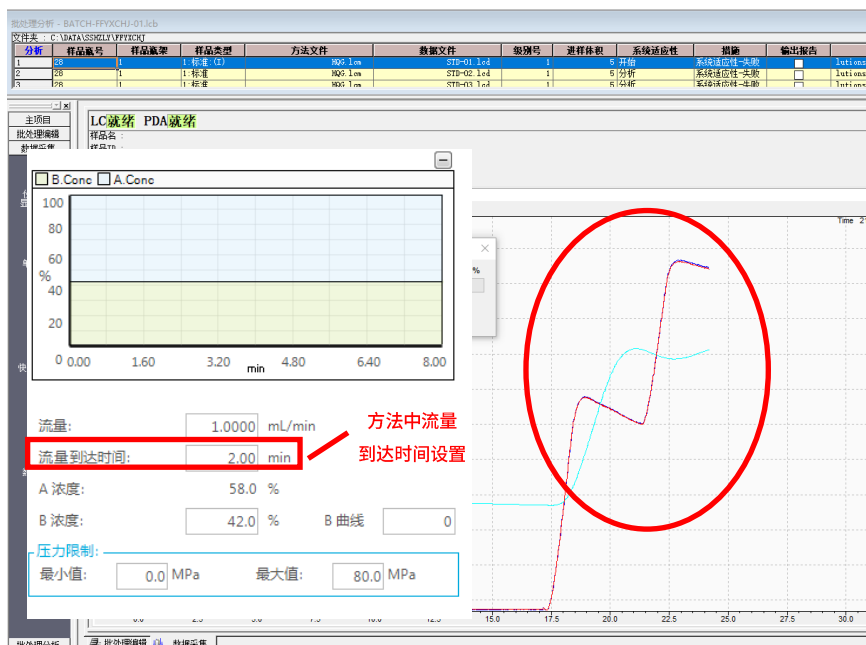


图4 使用 Flow Pilot 功能流速到达过程

3.3 在线系统适应性结果

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应性考察，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，自动获得系统适应性评价报告，综合评价为 Pass。

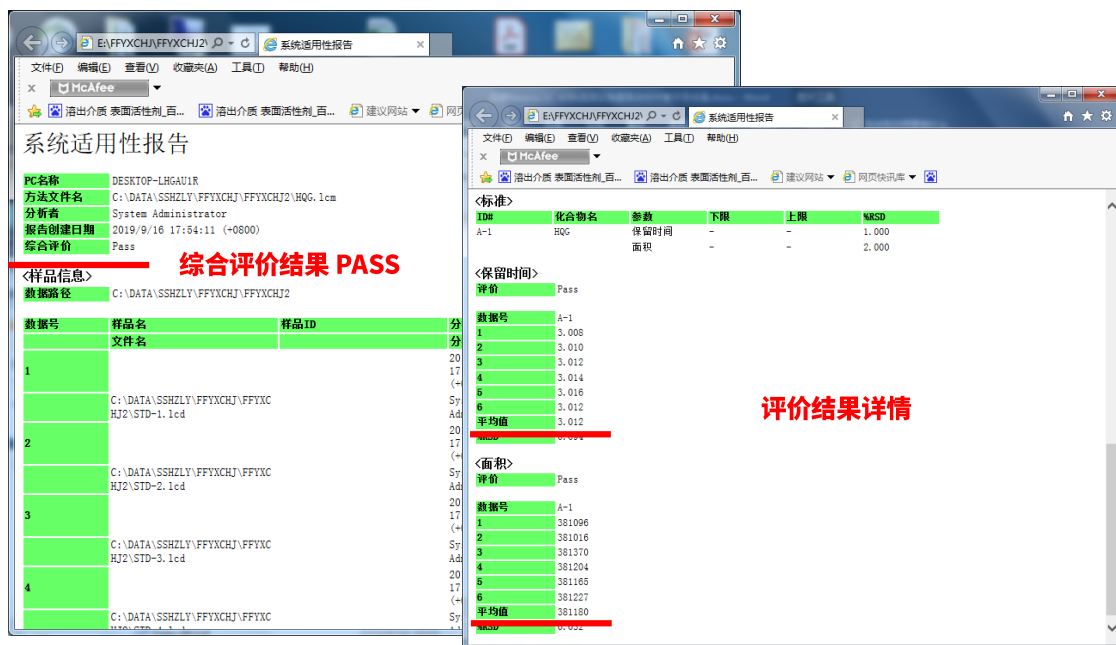


图 5 在线系统适应性评价结果

黄芩苷的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.09% 和 0.03%，仪器精密度良好。详见图 6 和表 2。

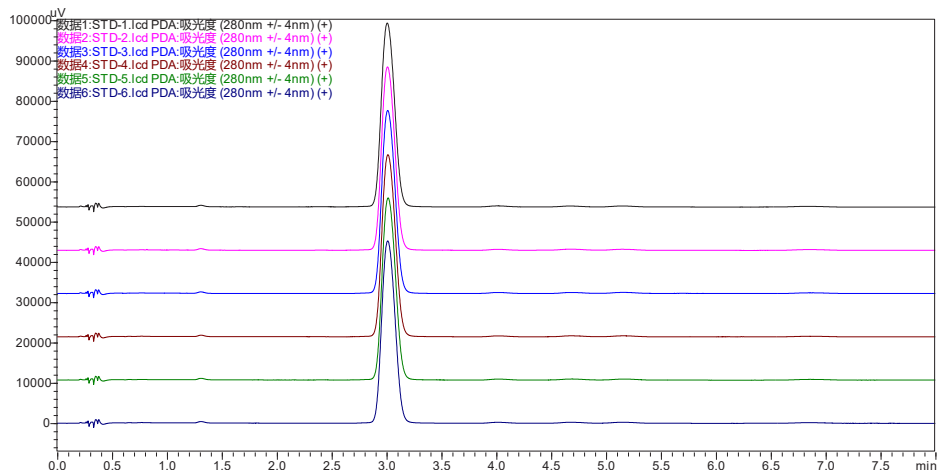


图 6 黄芩苷对照品溶液 6 针重复性色谱图

表 2 黄芩苷对照品溶液重复性结果

	保留时间 (min)	峰面积
1	3.008	381,096
2	3.010	381,016
3	3.012	381,370
4	3.014	381,204
5	3.020	381,165
6	3.012	381,227
平均值	3.012	381,180
RSD (%)	0.10	0.03

3.4. 样品测定

将某厂家生产的复方鱼腥草合剂作为供试品溶液，上机分析。色谱图如图 7 所示。连续测定 6 次，黄芩苷的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.13% 和 0.11%，仪器精密度良好。单点外标法定量，计算得到每 1 mL 样品中，含黄芩苷 1.257 mg。所测定的复方鱼腥草合剂产品符合国家药品质量标准。

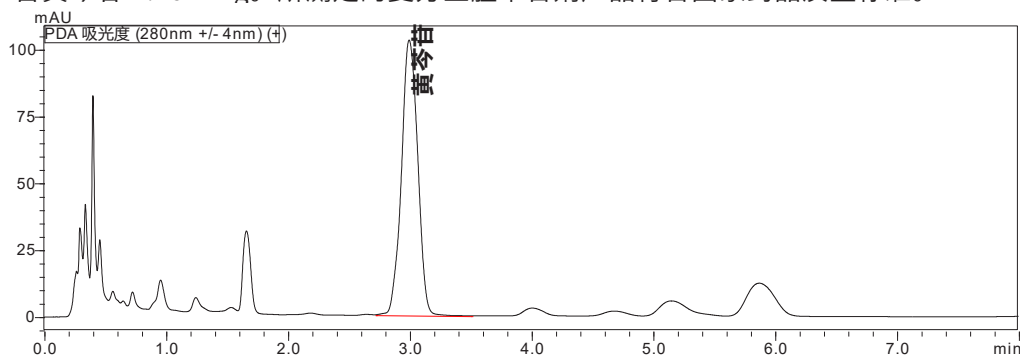


图 7 黄芩苷供试品溶液色谱图

3.5 SPD-M20A 与 SPD-M40 测定比较

将黄芩苷对照品分别使用 SPD-M20A 和 SPD-M40 进行测定，分析条件、色谱柱、样品浓度 (20 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 与进样量完全一致，得到比对图谱如图 8 所示。

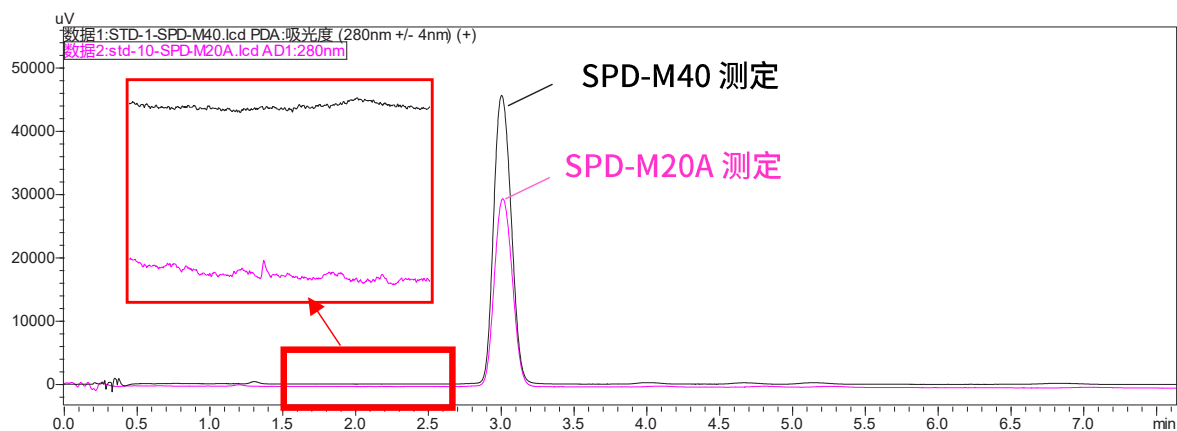


图 8 黄芩苷对照品不同检测器测定色谱图比较

SPD-M40 采用独有的三重温控技术，不仅流通池控温，且对光源室和分光计单元光路系统进行温控，有效地保证了基线的稳定性，详见图 9。从对比测定得到的数据可以看出，SPD-M40 的基线噪音低于 SPD-M20A，且目标物的响应强度明显高于 SPD-M20A 测定结果，详见表 3。

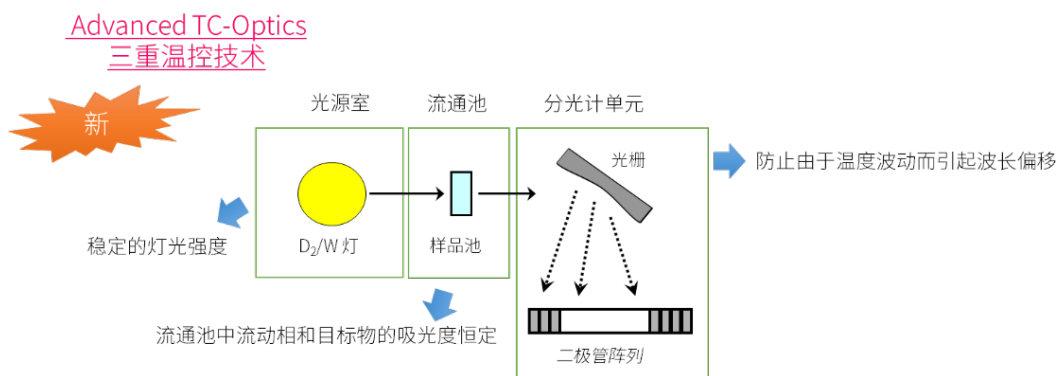


图 9 SPD-M40 全新的三重温控技术

表 3 黄芩苷分析参数对比 (SPD-M40、SPD-M20A)

	峰面积	峰高	噪音	S/N
SPD-M20A	255716	29172	38.13	765.01
SPD-M40	382880	44562	21.06	2116.01

结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，建立了快速测定复方鱼腥草合剂中有效成分黄芩苷含量的方法。在数据采集时采用了仪器智能自动启动的方式（自动排气，自动流速 Flow Pilot 功能、柱温、方法平衡），使用快速液相方法对数据进行采集，同时进行在线系统适用性评价。实验表明，Nexera LC-40 在智能自动启动的条件下使用快速液相条件分析，能自动达到采集方法要求的平衡状态，且在线系统适用性评价综合结果显示仪器精密度良好，黄芩苷对照品的保留时间和峰面积的 RSD% 分别为 0.10% 和 0.03%。使用此方法对某厂家生产的复方鱼腥草合剂进行分析，每 1 mL 样品中，黄芩苷计为 1.257 mg。所测定的产品符合国家药品质量标准，该方法能快速准确地测定复方鱼腥草合剂中黄芩苷含量。

本文中采用了岛津 Nexera LC-40 的 Flow Pilot 全新功能，使仪器在启动的过程中，避免由于泵启动快速达到设定流速而造成的柱压骤升（流速按设定程序逐步稳定上升），从而起到保护色谱柱，延长色谱柱使用寿命的目的。另外，全新的 SPD-M40 检测器采用独有的三重温控功能，表现出了优异的基线噪音与稳定性，同时具备良好的响应强度；适合有高灵敏度和高稳定性检测的需要。