

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: InertSustain C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-07346)

GL Filter针式过滤器(GLS0604 25mm×0.22μm Nylon)

GL Vial样品瓶(GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

2. 新旧药典对比

2.1 检测项目: 含量测定

2.2 药典对比

修订,原15版药典仅需检测黄芩苷,20版药典更新检测黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素四种物质。

2.3 原2015版药典测定黄芩苷

色谱条件与系统适用性试验:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-水-磷酸(47:53:0.2)为流动相;检测波长为280nm。理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

对照品溶液的制备:取在60°C减压干燥4小时的黄芩苷对照品适量,精密称定,加甲醇制成每1ml含60μg的溶液,即得。

供试品溶液的制备:取本品中粉约0.3g,精密称定,加70%乙醇40mL,加热回流3小时,放冷,滤过,滤液置100mL量瓶中,用少量70%乙醇分次洗涤容器和残渣,洗液滤入同一量瓶中,加70%乙醇至刻度,摇匀。精密量取1mL,置10mL量瓶中,加甲醇至刻度,摇匀,即得。

测定法:分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10μL,注入液相色谱仪,测定,即得。

2.4 现2020版药典测定黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素

溶液配制:

对照品溶液的制备:取黄芩苷对照品、汉黄芩苷对照品、黄芩素对照品、汉黄芩素对照品适量,精密称定,加70%甲醇制成每1mL含黄芩苷300μg、汉黄芩苷80μg、黄芩素50μg、汉黄芩素20μg的混合溶液,即得。

供试品溶液的制备:取本品粉末(过四号筛)约0.1g,精密称定,置具塞锥形瓶中,精密加入70%甲醇50mL,密塞,称定重量,超声处理(功率400W,频率100kHz)15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。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

● 成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话:028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

测定法：分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各10 μ L，注入液相色谱仪，测定，即得。

2.5 系统适应性要求

理论板数按黄芩苷峰计算应不低于2500。

2.6 实验条件

色谱柱：InertSustain C18 250 \times 4.6mm,5 μ m(P/N: 5020-07346)

流动相：以乙腈为流动相A，0.1%磷酸为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱

| 时间 (分钟) | 流动相 A% | 流动相 B% |
|---------|---------------------|---------------------|
| 0~10 | 22 \rightarrow 25 | 78 \rightarrow 75 |
| 10~15 | 25 | 75 |
| 15~25 | 25 \rightarrow 32 | 75 \rightarrow 68 |
| 25~30 | 32 \rightarrow 40 | 68 \rightarrow 60 |
| 30~35 | 40 | 60 |
| 35~40 | 40 \rightarrow 50 | 60 \rightarrow 50 |
| 40~45 | 50 \rightarrow 95 | 50 \rightarrow 5 |
| 45~50 | 95 | 5 |

※完全符合标准

流速：1.0mL/min

柱温：25 $^{\circ}$ C

检测波长：276nm

进样量：5 μ L

柱压：107bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177



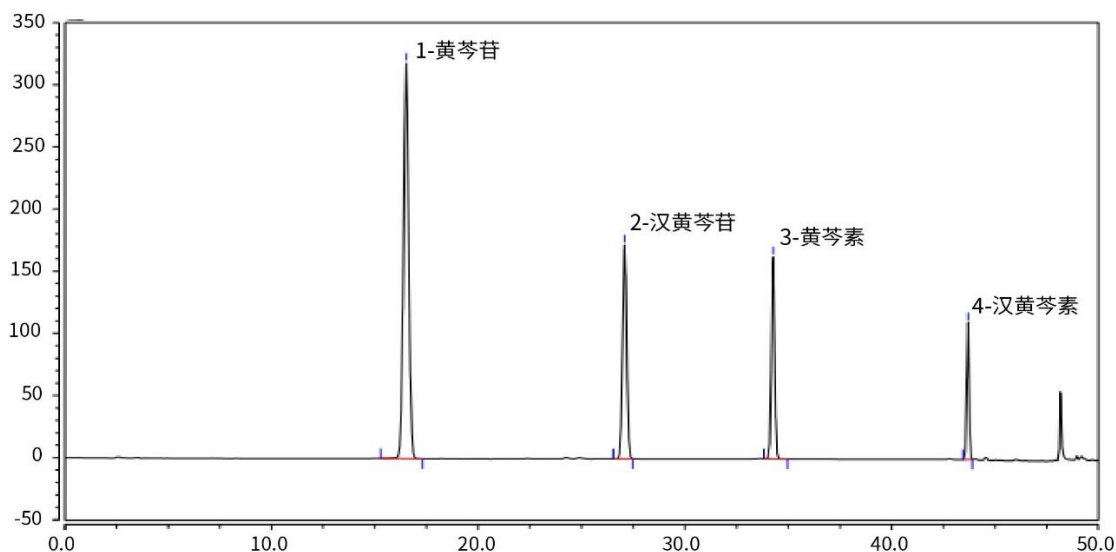
技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

3. 实验图谱

【分析结果】对照品谱图



| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|------|--------|-------|--------|--------|----------|
| 1 | 黄芩苷 | 16.51 | 92.56 | 318.38 | 20612 | 1.03 |
| 2 | 汉黄芩苷 | 27.08 | 38.59 | 172.19 | 91904 | 1.01 |
| 3 | 黄芩素 | 34.26 | 29.92 | 162.78 | 220530 | 1.02 |
| 4 | 汉黄芩素 | 43.69 | 14.78 | 110.10 | 667023 | 0.99 |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

- 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

- 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

- 成都分公司

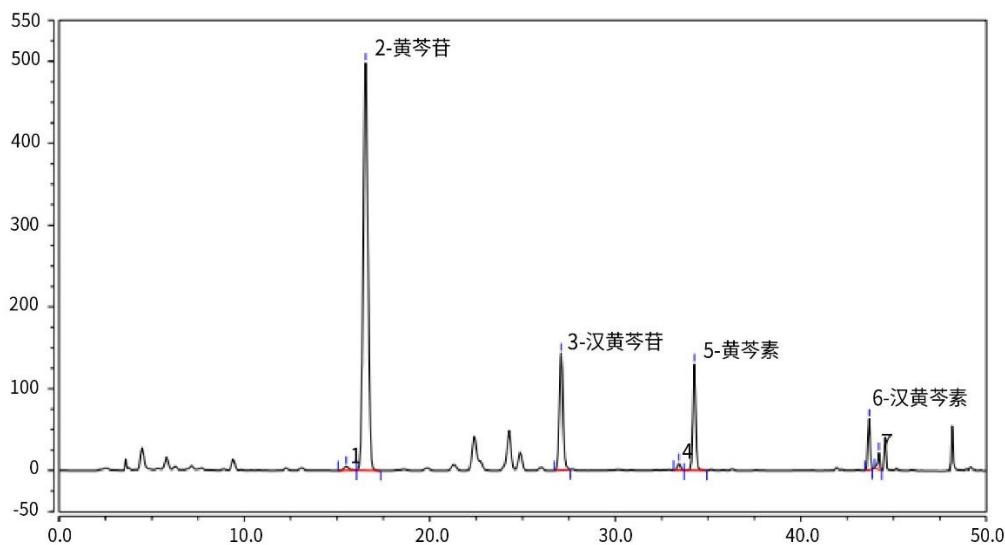
地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

【分析结果】供试品谱图


| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry | Res |
|-----|------|--------|--------|--------|---------|----------|------|
| 2 | 黄芩苷 | 16.53 | 144.01 | 198.00 | 20680 | 1.06 | 2.17 |
| 3 | 汉黄芩苷 | 27.08 | 32.31 | 142.91 | 93131 | 1.06 | / |
| 5 | 黄芩素 | 34.26 | 24.05 | 130.08 | 223482 | 1.03 | 2.86 |
| 6 | 汉黄芩素 | 43.69 | 8.30 | 62.43 | 1098378 | 0.97 | 2.74 |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

 地址:上海市长宁区仙霞路319号
 远东国际广场A座902-903室
 电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址:上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话:021-64260228

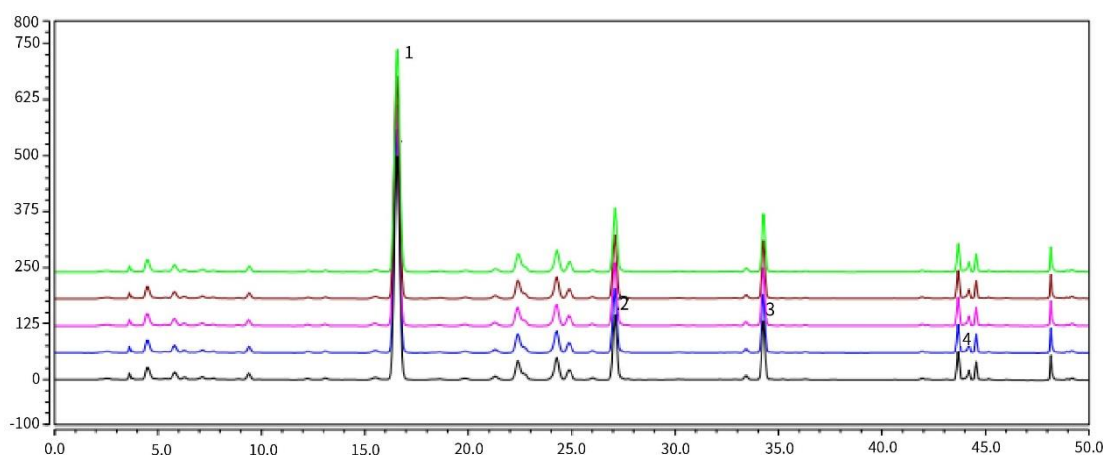
● 成都分公司

 地址:成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话:028-85596177


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

【分析结果】 重现性


以黄芩苷计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|--------|--------|-------|----------|
| 1 | 16.54 | 144.93 | 498.16 | 20479 | 1.06 |
| 2 | 16.53 | 144.01 | 498.01 | 20679 | 1.06 |
| 3 | 16.52 | 143.50 | 491.45 | 20230 | 1.07 |
| 4 | 16.54 | 143.30 | 496.30 | 20838 | 1.06 |
| 5 | 16.55 | 143.35 | 494.89 | 20620 | 1.06 |

以汉黄芩苷计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|-------|--------|-------|----------|
| 1 | 27.09 | 32.52 | 143.20 | 92455 | 1.06 |
| 2 | 27.08 | 32.31 | 142.92 | 93128 | 1.06 |
| 3 | 27.08 | 32.15 | 140.49 | 90851 | 1.05 |
| 4 | 27.10 | 32.14 | 141.99 | 93309 | 1.06 |
| 5 | 27.09 | 32.15 | 141.64 | 92501 | 1.06 |

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

 地址:上海市长宁区仙霞路319号
 远东国际广场A座902-903室
 电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址:上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话:021-64260228

● 成都分公司

 地址:成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话:028-85596177


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

以黄芩素计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|-------|--------|--------|----------|
| 1 | 34.26 | 24.21 | 130.68 | 222138 | 1.03 |
| 2 | 34.26 | 24.05 | 130.08 | 223481 | 1.03 |
| 3 | 34.25 | 23.94 | 129.25 | 222036 | 1.03 |
| 4 | 34.26 | 23.90 | 129.23 | 222125 | 1.03 |
| 5 | 34.27 | 23.93 | 129.46 | 223286 | 1.04 |

以汉黄芩素计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|------|--------|--------|----------|
| 1 | 43.69 | 8.35 | 62.66 | 666659 | 0.97 |
| 2 | 43.69 | 8.30 | 62.44 | 672602 | 0.97 |
| 3 | 43.68 | 8.28 | 62.11 | 670700 | 0.97 |
| 4 | 43.68 | 8.26 | 61.94 | 667047 | 0.98 |
| 5 | 43.69 | 8.27 | 62.41 | 677247 | 0.98 |

※本次实验按照公示稿要求进行, 无改动。

4. 结论

黄芩按照新2020版含量检测方法检测, 供试品黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素理论塔板数分别为20680、93131、223482、1098378, 且5次重复实验理论塔板数及保留时间没有下降, 故InertSustain C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-07346)适合用于2020版药典黄芩检测项下黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素的含量分析。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences(Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号