

牛黄上清片含量测定

GLS-LC-0124

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5μm (P/N: 5020-89731)

GL Filter 针式过滤器 (GLS0602 13mm×0.22μm Nylon)

GL Vial 样品瓶 (GLS0008 1.5mL 透明瓶带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

2. 检测项目: 含量测定

2.1 标准内容: 《中华人民共和国药典》2020版 第一部

色谱条件: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以乙腈为流动相A, 以0.05%磷酸为流动相B; 按下表中的规定进行梯度洗脱; 检测波长为240nm。

| 时间(分钟) | 流动相 A% | 流动相 B% |
|--------|--------|--------|
| 0~18 | 10→23 | 90→77 |
| 18~30 | 23→27 | 77→73 |
| 30~35 | 27→35 | 73→65 |
| 35~40 | 35 | 65 |
| 40~45 | 35→50 | 65→50 |
| 45~50 | 50→10 | 50→90 |

系统适用性要求: 理论板数按黄芩苷峰计算应不低于3000。

测定法: 分别精密吸取对照品溶液10~20μL与供试品溶液10μL, 注入液相色谱仪, 测定, 即得。

2.2 溶液配制

供试品溶液的制备: 取本品10片(糖衣片去除包衣), 精密称定, 研细, 取约0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入70%甲醇50mL, 称定重量, 超声处理(功率500W, 频率40kHz) 30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。

对照品溶液的制备: 取黄芩苷对照品和栀子苷对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每1mL含黄芩苷40μg、栀子苷20μg的混合溶液, 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

2.3 实验条件

色谱柱:InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N:5020-89731)

流动相A:乙腈

流动相B:0.05%磷酸水溶液

| 时间(分钟) | 流动相 A% | 流动相 B% |
|--------|--------|--------|
| 0~18 | 10→23 | 90→77 |
| 18~30 | 23→27 | 77→73 |
| 30~35 | 27→35 | 73→65 |
| 35~40 | 35 | 65 |
| 40~45 | 35→50 | 65→50 |
| 45~50 | 50→10 | 50→90 |

流速:1.0mL/min

柱温:40°C

检测波长:240nm

进样量:10μL

压力:7.2MPa

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



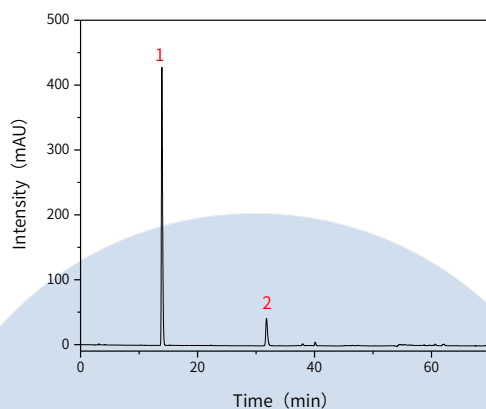
技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

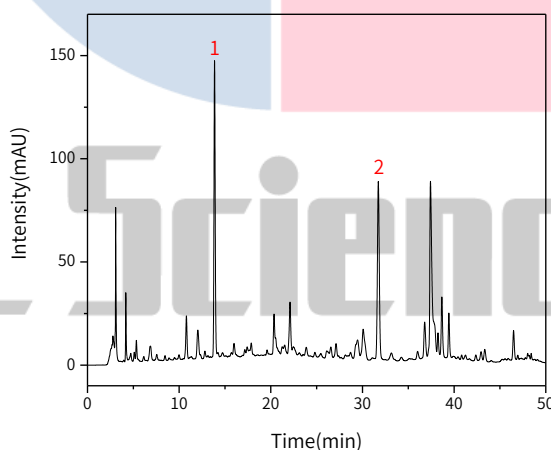
2.4 实验图谱

【分析结果】对照溶液谱图



| No. | Name | Rt/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|------|--------|---------|--------|--------|----------|
| 1 | 栀子苷 | 13.82 | 6195.63 | 428.40 | 51383 | 1.18 |
| 2 | 黄芩苷 | 31.68 | 880.21 | 41.97 | 114658 | 1.05 |

【分析结果】供试品溶液谱图



| No. | Name | Rt/min | Area | Height | N | Symmetry | Res |
|-----|------|--------|---------|--------|--------|----------|------|
| 1 | 栀子苷 | 13.86 | 1317.88 | 142.73 | 51694 | 1.10 | 2.20 |
| 2 | 黄芩苷 | 31.73 | 1229.50 | 86.08 | 113873 | 1.06 | 1.68 |

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

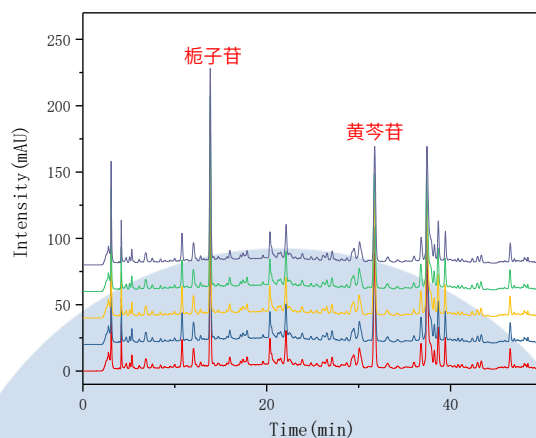
地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话:028-85596177



技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号



以栀子苷峰计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|---------|--------|-------|----------|
| 1 | 13.86 | 1317.88 | 142.73 | 51694 | 1.10 |
| 2 | 13.86 | 1320.73 | 143.19 | 51789 | 1.10 |
| 3 | 13.84 | 1322.90 | 143.13 | 51365 | 1.12 |
| 4 | 13.85 | 1316.60 | 142.96 | 51822 | 1.10 |
| 5 | 13.86 | 1321.96 | 143.04 | 51597 | 1.10 |

以黄芩苷峰计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|--------|---------|--------|--------|----------|
| 1 | 31.73 | 1229.50 | 86.08 | 113873 | 1.06 |
| 2 | 31.72 | 1232.40 | 86.24 | 113586 | 1.06 |
| 3 | 31.70 | 1233.15 | 86.05 | 112851 | 1.06 |
| 4 | 31.71 | 1228.34 | 85.81 | 113133 | 1.06 |
| 5 | 31.75 | 1232.93 | 86.12 | 113343 | 1.07 |

※此实验完全符合《中华人民共和国药典》2020版要求

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. 结论

牛黄上清片按照《中华人民共和国药典》2020版本第一部规定检测方法检测。含量测定项目中，黄芩苷峰的理论塔板数皆大于110000，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-89731)可以满足牛黄上清片的含量测定的检测需求。



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

