

牛黄上清丸含量测定

GLS-LC-0123

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。进样体积为10μL。

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。

2.2 溶液配制

供试品溶液的制备:取小蜜丸或重量差异项下的大蜜丸, 剪碎, 混匀; 或取水丸、水蜜丸适量, 研细。取约1g, 称定, 置具塞锥形瓶中, 加入70%甲醇50mL, 称定重量, 超声处理(功率500W, 频率40kHz) 30分钟, 再加热1小时, 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, 称定, 加甲醇制成每1mL含黄芩苷60μg、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

●技尔成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话: 028-85596177

●技尔广州办事处

地址: 广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话: 400-089-1889



技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号

官网: www.glsciences.cn

服务热线: 400-089-1889

邮箱: contact@glsciences.com.cn

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:7.4MPa

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

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

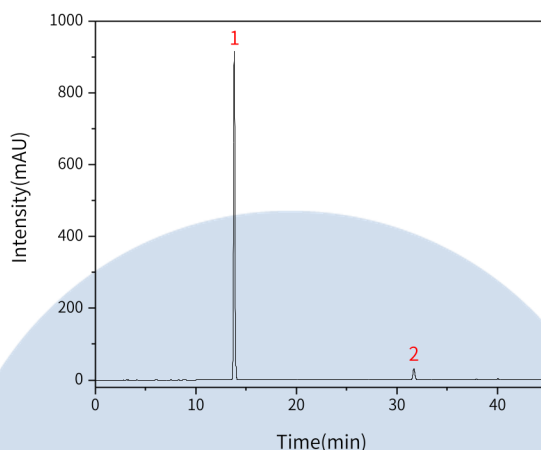
中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889



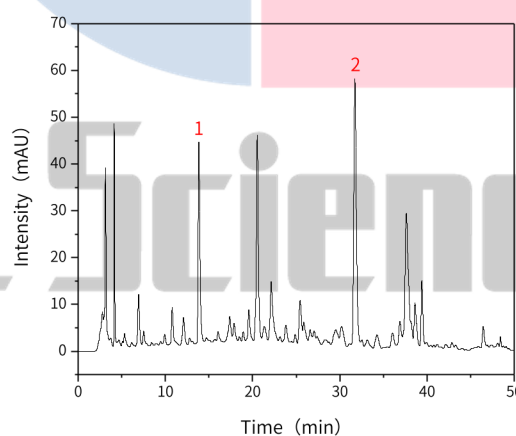
2.4 实验图谱

【分析结果】对照溶液谱图



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	栀子苷	13.90	8591.63	915.79	50407	1.11
2	黄芩苷	31.78	436.97	30.76	113532	1.06

【分析结果】供试品溶液谱图



No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	栀子苷	13.92	632.30	65.56	52568	1.19	2.13
2	黄芩苷	31.76	1201.14	81.59	111329	1.06	1.78

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

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

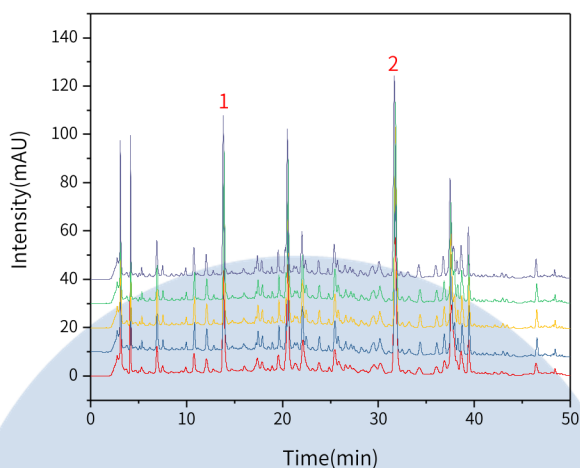
●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889





以栀子苷峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	13.92	632.30	65.56	52568	1.19
2	13.90	633.88	65.38	51932	1.19
3	13.90	635.58	65.30	51595	1.18
4	13.90	635.17	65.37	51836	1.18
5	13.82	637.26	65.83	51564	1.20

以黄芩苷峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	31.76	1201.14	81.59	111329	1.06
2	31.77	1205.17	82.18	11181	1.06
3	31.77	1205.77	82.56	112484	1.06
4	31.77	1204.36	82.42	112252	1.06
5	31.75	1209.01	83.13	112627	1.06

※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

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889



3. 结论

牛黄上清丸按照《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100000，且5次实验重复性良好。故InertSustain AQ-C18 250×4.6mm, 5μm(P/N:5020-89731)可以满足牛黄上清丸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

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889

