

黄芩

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：InertSustain C18 5 μ m 250 × 4.6mm (P/N:5020-07346)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶 带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目：含量测定

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。

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℃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60 μ g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 10 μ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

现2020 版药典测定黄芩苷、汉黄芩苷、黄芩素、汉黄芩素

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300 μ g、汉黄芩苷80 μ g、黄芩素50 μ g、汉黄芩素20 μ g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。
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。

1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (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(min)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0~10	22→25	78→75
10~15	25	75
15~25	25→32	75→68
25~30	32→40	68→60
30~35	40	60
35~40	40→50	60→50
40~45	50→95	50→5
45~50	95	5

流速: 1 ml/min

柱温: 25°C

检测波长: 27nm

进样量: 5 μ l

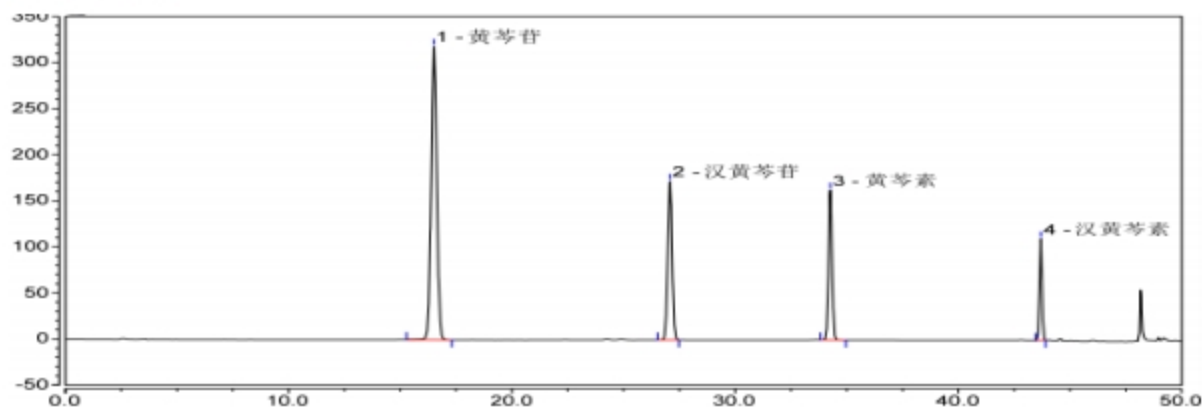
柱压: 107 bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

2. 实验结果与讨论

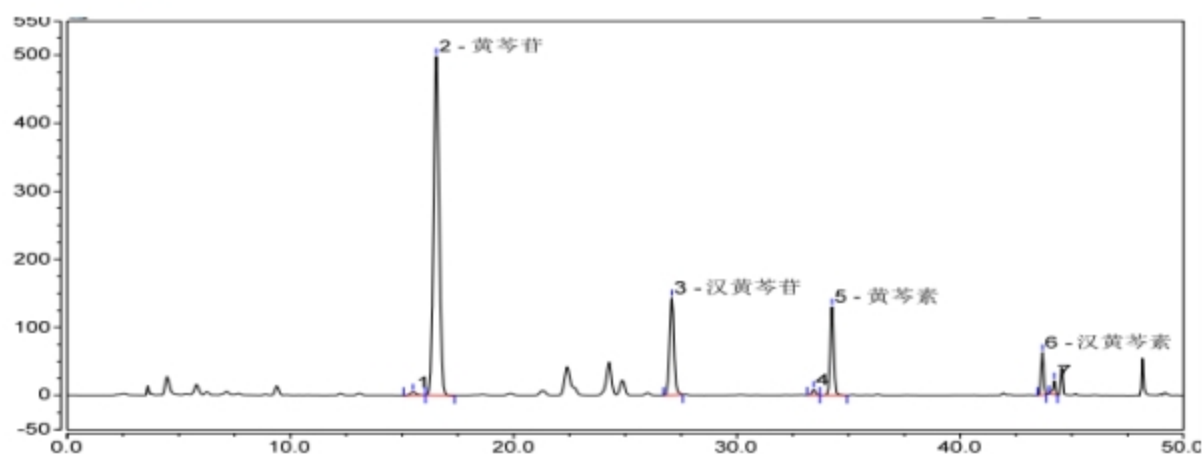
对照品图谱:



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	黄芩苷	16.510	92.557	318.382	20612	1.03

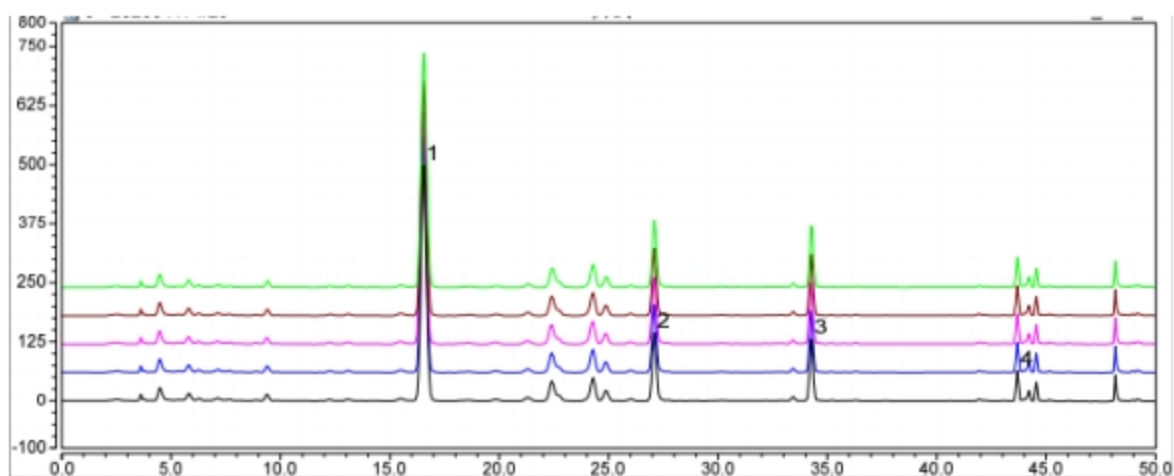
2	汉黄芩苷	27.083	38.585	172.193	91904	1.01
3	黄芩素	34.263	29.918	162.784	220530	1.02
4	汉黄芩素	43.690	14.778	110.101	667023	0.99

供试品图谱:



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
2	黄芩苷	16.533	144.008	198.004	20680	1.06	2.17
3	汉黄芩苷	27.083	32.312	142.914	93131	1.06	/
5	黄芩素	34.260	24.048	130.082	223482	1.03	2.86
6	汉黄芩素	43.687	8.300	62.434	1098378	0.97	2.74

重现性:



序号	进样名称	保留时间 min UV_VIS_1 黄芩素	峰面积 mAU*min UV_VIS_1 黄芩素	峰高 mAU UV_VIS_1 黄芩素	塔板数 USP UV_VIS_1 黄芩素	拖尾因子 USP UV_VIS_1 黄芩素
25	供试-1	16.540	144.927	498.158	20479	1.06
26	供试-2	16.533	144.011	498.007	20679	1.06
27	供试-3	16.517	143.496	491.446	20230	1.07
28	供试-4	16.537	143.302	496.301	20838	1.06
29	供试-5	16.553	143.350	494.891	20620	1.06
	AVERAGE	16.536	143.817	495.760	20569.2	1.06
	RSD%	0.08%	0.47%	0.56%	1.11%	0.34%

序号	进样名称	保留时间 min UV_VIS_1 汉黄芩苷	峰面积 mAU*min UV_VIS_1 汉黄芩素	峰高 mAU UV_VIS_1 汉黄芩素	塔板数 USP UV_VIS_1 汉黄芩素	拖尾因子 USP UV_VIS_1 汉黄芩素
25	供试-1	27.090	32.518	143.196	92455	1.06
26	供试-2	27.083	32.314	142.917	93128	1.06
27	供试-3	27.077	32.148	140.490	90851	1.06
28	供试-4	27.087	32.139	141.985	93309	1.05
29	供试-5	27.097	32.151	141.635	92501	1.06
	AVERAGE	27.087	32.254	142.045	92448.8	1.06
	RSD%	0.03%	0.51%	0.76%	1.05%	0.46%

序号	进样名称	保留时间 min UV_VIS_1 黄芩素	峰面积 mAU*min UV_VIS_1 黄芩素	峰高 mAU UV_VIS_1 黄芩素	塔板数 USP UV_VIS_1 黄芩素	拖尾因子 USP UV_VIS_1 黄芩素
25	供试-1	34.263	24.210	130.675	222138	1.03
26	供试-2	34.260	24.048	130.083	223481	1.03
27	供试-3	34.253	23.939	129.254	222036	1.03
28	供试-4	34.263	23.904	129.228	222125	1.03
29	供试-5	34.270	23.929	129.458	223286	1.04
	AVERAGE	34.262	24.006	129.740	222613.2	1.03
	RSD%	0.02%	0.53%	0.48%	0.32%	0.38%

序号	进样名称	保留时间 min UV_VIS_1 汉黄芩苷	峰面积 mAU*min UV_VIS_1 汉黄芩素	峰高 mAU UV_VIS_1 汉黄芩素	塔板数 USP UV_VIS_1 汉黄芩素	拖尾因子 USP UV_VIS_1 汉黄芩素
25	供试-1	43.687	8.354	62.657	666659	0.97
26	供试-2	43.687	8.300	62.437	672602	0.97
27	供试-3	43.683	8.275	62.108	670700	0.97
28	供试-4	43.683	8.256	61.936	667047	0.98
29	供试-5	43.690	8.266	62.405	677247	0.98
	AVERAGE	43.686	8.290	62.309	670851.0	0.98
	RSD%	0.01%	0.48%	0.46%	0.65%	0.44%

3. 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 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。

说明：本次实验按照公示稿要求进行，无改动。