

浓缩六味地黄丸中马钱苷和丹皮酚的检测

一. 样品来源记录

样品测定描述：马钱苷，丹皮酚的含量测定

马钱苷液相方法条件

方法来源：10 版药典一部条件；

具体方法：

色谱柱：Welchrom® C18 4.6×250mm， 5 μ m；

检测波长：236nm；

流动相：四氢呋喃-甲醇-乙腈-0.05%磷酸溶液=1:4:8:87；

温度：40 度；

流 速：1.0ml/min；

进样量：20 μ l；

供试品处理方法：

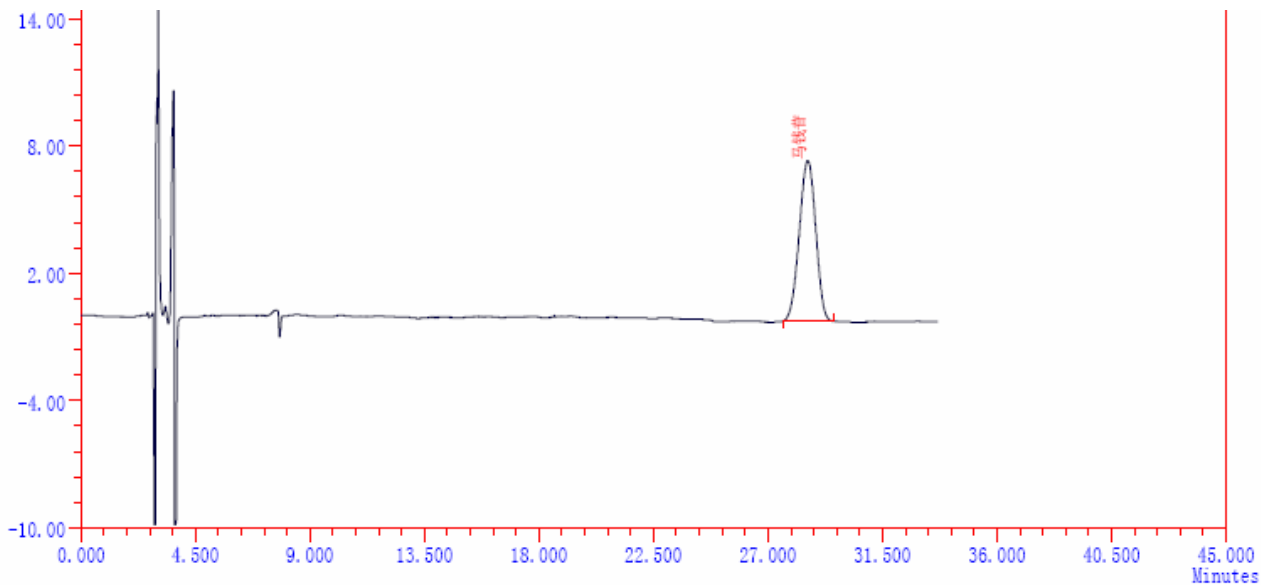
精密称量本品 0.4025g，加入到具塞瓶中，加入 50% 甲醇 50ml，称定重量，以 80 度加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用 50% 的甲醇补足减少的重量，摇匀，滤过；精密量取续滤液 10ml，加在中性氧化铝柱（100~200 目，4g 内径的为 1cm）上用 40% 甲醇 50ml 洗脱，收集流出液及洗脱液，蒸干，残渣用 50% 甲醇溶液，并转移至 10ml 的量瓶中，用 50% 甲醇稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得；

标准品溶液：

取马钱苷对照品适量，精密称定，加 50% 甲醇制成每 1ml 含有 20ug 的溶液，即得；

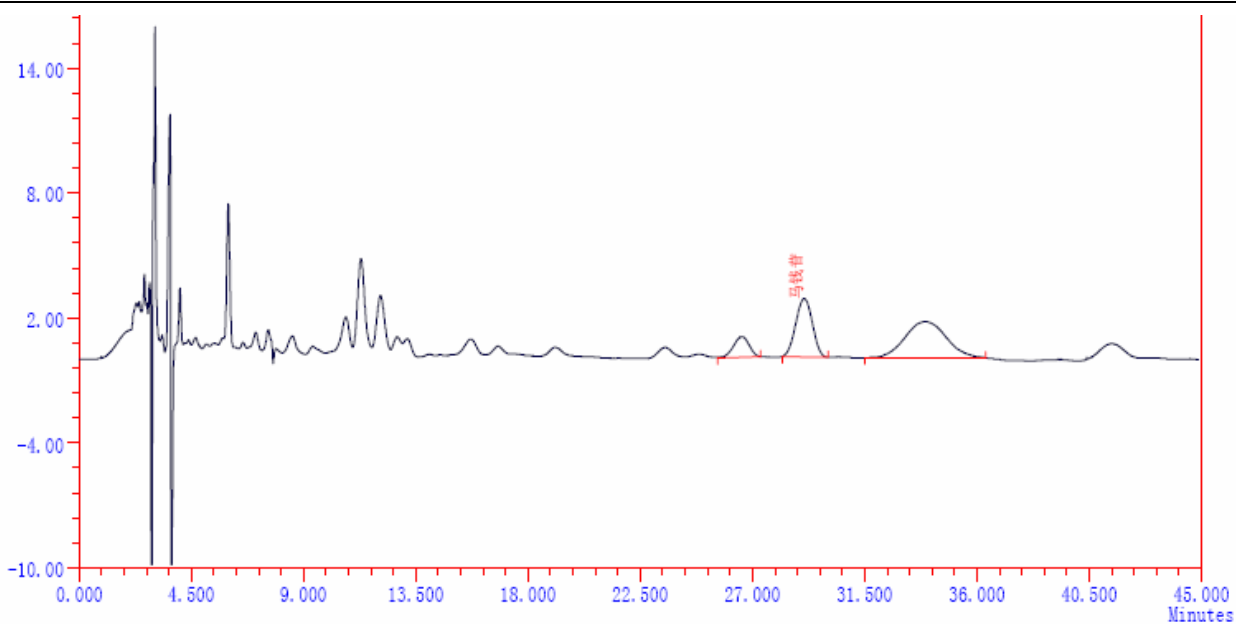
四. 谱图及数据

1. 马钱苷标准品溶液色谱图:



ID	组分名	保留时间	峰高	峰面积	浓度	理论塔板	分离度	拖尾因子
1	马钱苷	28.558	0.76	34.008	100.000	9115	0.00	1.00
	Σ:		0.76	34.008	100.0000			

2. 供试品溶液:



ID	组分名	保留时间	峰高	峰面积	浓度	理论塔板	分离度	拖尾因子
1		26.560	1.00	44.029	16.719	8208	0.00	1.01
2	马钱昔	29.079	0.28	13.033	4.949	8803	2.09	0.97
3		33.920	1.75	206.278	78.331	1876	2.21	1.07
	Σ:		3.03	263.340	100.0000			

结论：该实验在按照药典原方法，可以符合其系统适应性试验。

丹皮酚液相方法条件:

方法来源: 中国药典 2010 版一部。

具体方法:

色谱柱: C18, 4.6×250mm, 5 μ m;

检测波长: 274nm;

流动相: 甲醇: 水=70: 30;

温度: 30 度;

流速: 1.0ml/min;

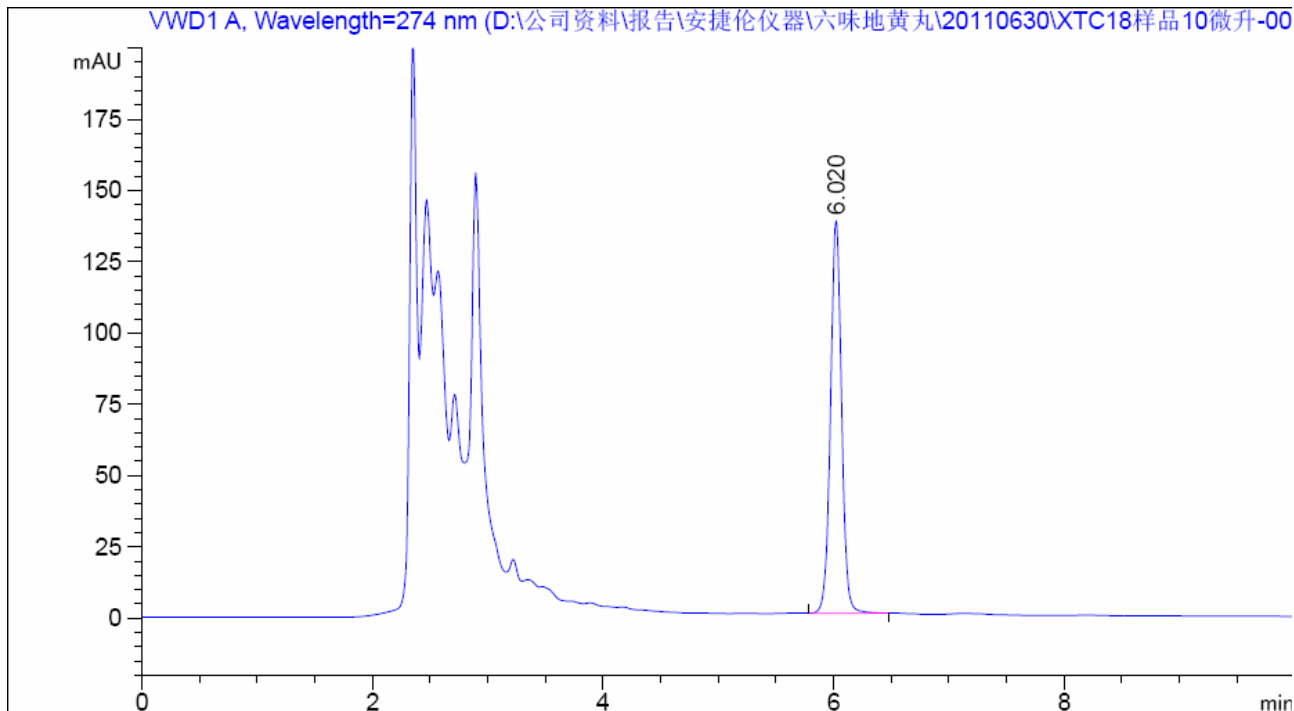
进样量: 10 μ L。

样品处理方法:

取本品研细的粉末 0.4g 置于具塞锥形瓶中, 加入 50% 甲醇 50mL, 超声 30min, 放冷后用 50% 甲醇补足重量, 摇匀, 滤过。

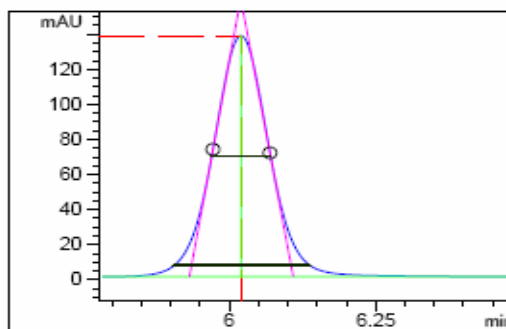
四. 谱图及数据

1. Xtimate C18



化合物编号1 :
 含量 [ng/ul]: 0.0000

峰描述 [min] :
 信号 : VWD1 A, Wavelength=274 nm
 保留时间: 6.020 k': -
 峰高 : 137.49 峰面积: 917.8
 起始点 : 5.785 结束点: 6.480
 斜峰 : 0.70587 余值: 3.71724
 半峰宽 : 0.10167
 5 σ : 0.23667
 切线: 0.17718
 拖尾: 0.23000
 对称因子: 0.96236
 USP 拖尾: 1.01471
 积分类型: VB
 时间增量 [msec]: 200.0
 数据点 : 221



统计动差 (BB 峰检测):

M0: 914.8
 M1: 6.024
 M2: 0.002558
 M3: 0.000091
 M4: 0.000044

柱效: 每塔板数 ..

色谱柱	米
切线方法:	18471
半峰宽法:	19424
5 σ 方法:	16176
统计:	14184

与峰处理关系:

分离度切线法:	-	选择性:	-
半峰宽法:	-	5 σ 方法:	-
		统计方法:	-

Ultimate Column for Ultimate Performance

Add: 720 Cailun Road, Building 1, Zhangjiang Hi-Tech Park, Pudong Shanghai 201203 China

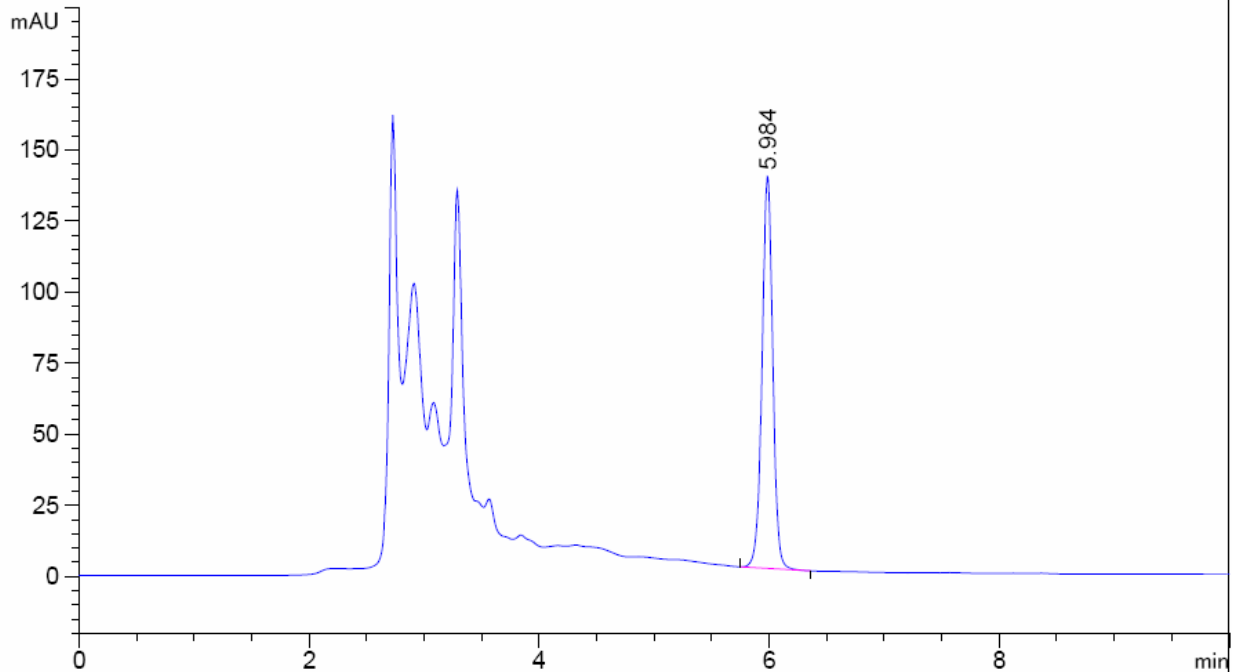
Tel: 86-21-51320401

Fax: 86-21-50276769

Web: www.welchmat.com

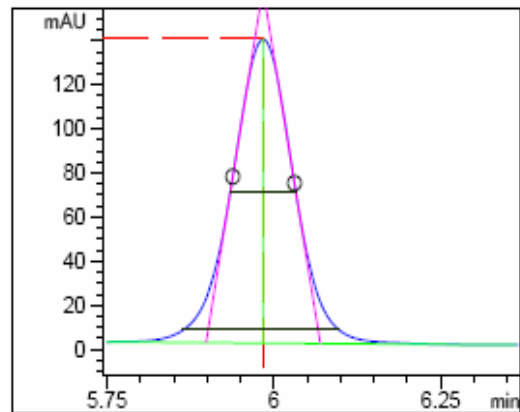
2. Ultimate AQ-C18

VWD1 A, Wavelength=274 nm (D:\公司资料\报告\安捷伦仪器\六味地黄丸\20110630\AQ-C18样品10微升-00



峰描述 [min] :

信号 : VWD1 A, Wavelength=274 nm
 保留时间: 5.984 k': -
 峰高 : 137.92 峰面积: 895.1
 起始点 : 5.750 结束点: 6.363
 斜峰 : 0.15199 余值: 1.49038
 半峰宽 : 0.09889
 5 σ : 0.23333
 切线: 0.17127
 拖尾: 0.22556
 对称因子: 1.00182
 USP 拖尾: 0.98544
 积分类型: BB
 时间增量 [msec]: 200.0
 数据点 : 196



统计动差 (BB 峰检测):

M0: 895.1
 M1: 5.984
 M2: 0.002275
 M3: 0.000016
 M4: 0.000023

柱效: 每塔板数 ..

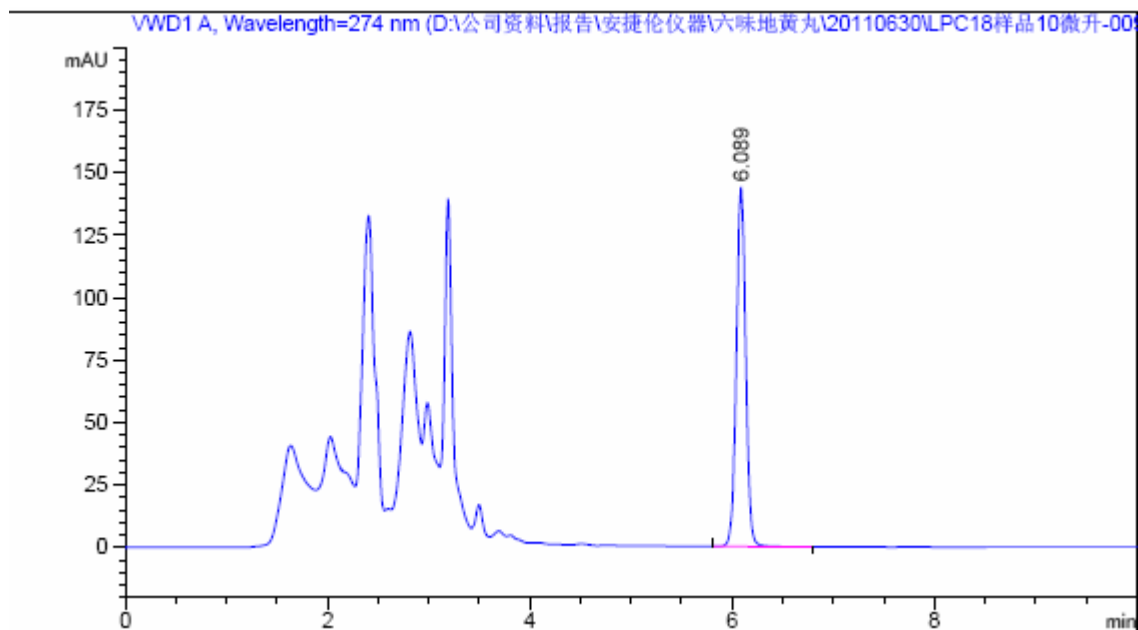
色谱柱	米
切线方法:	19527
半峰宽法:	20282
5 σ 方法:	16439
统计:	15740

与峰处理关系:

分离度切线法:	-	选择性:	-
半峰宽法:	-	5 σ 方法:	-
		统计方法:	-

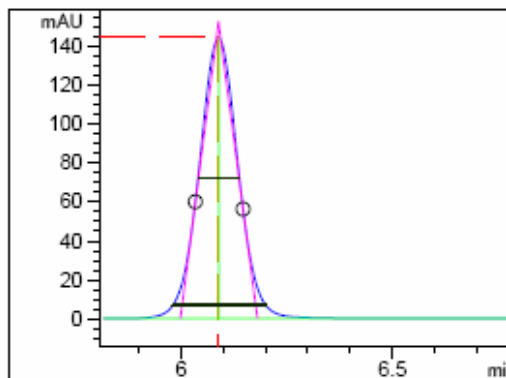
Ultimate Column for Ultimate Performance

3. Ultimate LP-C18



化合物编号1 :
 含量 [ng/ul]: 0.0000

峰描述 [min] :
 信号 : VWD1 A, Wavelength=274 nm
 保留时间:6.089 k': -
 峰高 :143.75 峰面积: 926.5
 起始点 : 5.817 结束点: 6.787
 斜峰 : 1.08520 余值: 8.79816
 半峰宽 : 0.09833
 5 δ : 0.22500
 切线: 0.18231
 拖尾: 0.21833
 对称因子: 0.96483
 USP 拖尾: 1.00769
 积分类型: BB
 时间增量 [msec]: 200.0
 数据点 : 303



统计动差 (BB 峰检测):

M0: 926.5
 M1: 6.091
 M2: 0.002384
 M3: 0.000126
 M4: 0.000067

柱效: 每塔板数 ..

色谱柱	米
切线方法:	17853 -
半峰宽法:	21249 -
5 δ 方法:	18315 -
统计:	15560 -

与峰处理关系:

分离度切线法:	-	选择性:	-
半峰宽法:	-	5 δ 方法:	-
		统计方法:	-

备注: 客户反馈六味地黄丸项下, 丹皮酚比较挑选色谱柱, 马钱苷比较好做。