

测试报告

样品信息			
样品名称	龙胆泻肝丸	编号	Z20220510-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	/	测试期间	2022/5/9-2022/5/10
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	龙胆苦苷、栀子苷、黄芩苷		
参考标准			
参考标准	《中国药典》一部	标样	龙胆苦苷、栀子苷、黄芩苷
仪器信息			
测试仪器	超高效液相色谱仪 高效液相色谱仪	仪器型号	Waters ACQuity UHPLC Waters 2695

● UHPLC 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18(2.1×100mm,1.8μm)		
流动相	时间	A（甲醇）	B（0.2%磷酸水溶液）
	0	20	80
	16	20	80
	24	43	57
	33	43	57
	34	20	80
	40	20	80
柱温：	30°C		



紫外检测器	254 nm
流速:	0.2 mL/min
进样量:	2 μ L
注意事项:	

● 流动相的配置:

按照体积比 200 μ L 磷酸，加入 200 mL 超纯水中，混匀，取 0.22 μ m 滤膜抽滤后即得。

● 标准溶液的配置:

标准品储备液：分别精密称取龙胆苦苷 1.2mg，栀子苷 1.1mg，黄芩苷 1.0mg 于 1.5ml 离心管中，分别用甲醇溶解制成浓度均为 1mg/ml 的储备液。

标准品混合溶液：分别精密量取龙胆苦苷，栀子苷，黄芩苷储备液 100 μ L、75 μ L、200 μ L 混匀于带内插管的进样小瓶中备用，三者的浓度分别为：26 μ g/ml，20 μ g/ml，53 μ g/ml。

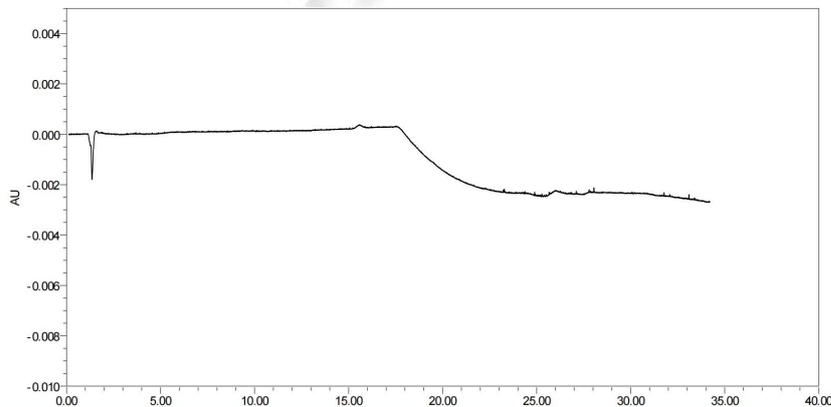
● 样品溶液的配置:

样 1：小丸用研钵研碎后，精密称取 1.0041g 试样，置具塞锥形瓶中，精密加入 50%甲醇 50mL，密塞，称定重量，超声提取 20 分钟，放冷，再称定重量，用 50%甲醇补足减失的重量，摇匀，过滤取续滤液，即得。

样 2：大丸用干净的剪刀尽可能的剪小，精密称取 0.9900g 试样，同“样 1”“置具塞锥形瓶中……”法处理，即得。

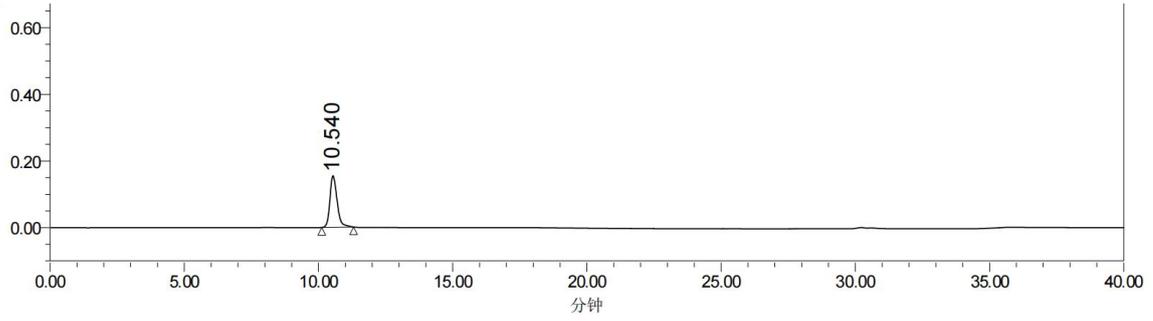
● 谱图和数据

(1) 溶剂空白:



(2) 龙胆苦苷对照:

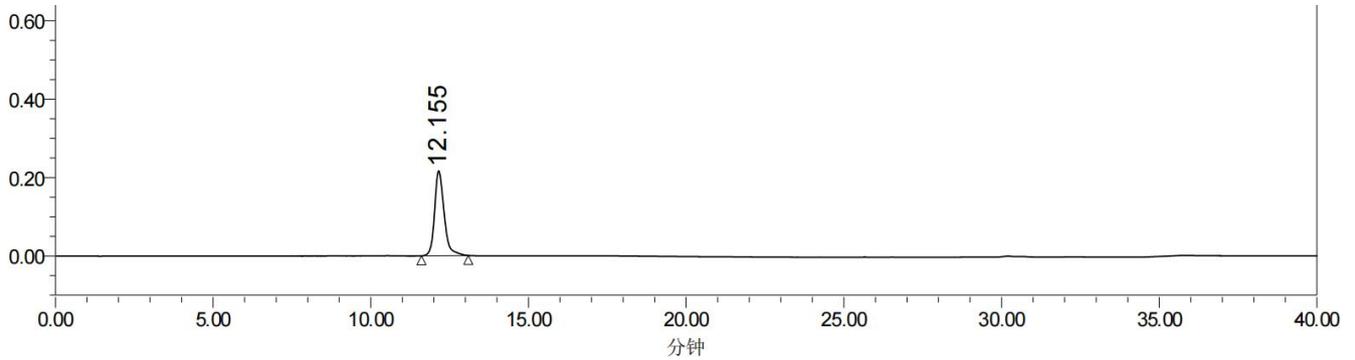




色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	10.540	2891332	154753			

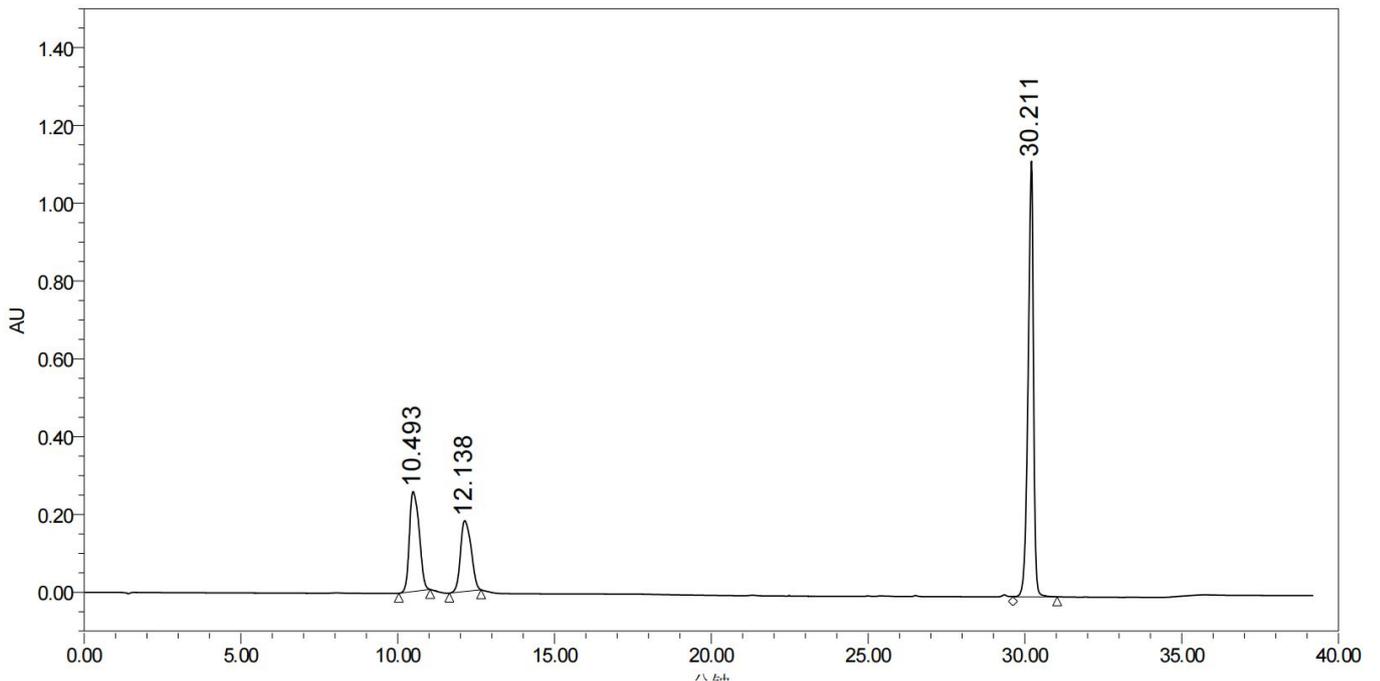
(3) 栀子苷对照：



色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	12.155	4553020	216316			

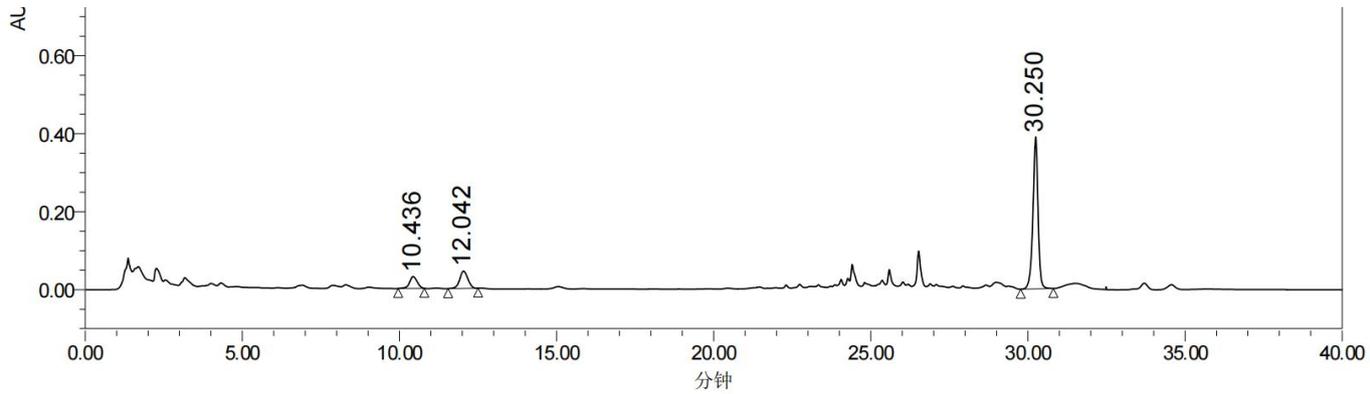
(4) 混标（出峰顺序为：龙胆苦苷，栀子苷，黄芩苷）：



色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	10.493	5567301	257137	1.233393e+000		5.483065e+003
2	12.138	4281411	182329	1.164047e+000	2.656476e+000	6.097544e+003
3	30.211	13358843	111965	8.233649e-001	3.831672e+001	1.522037e+005

(5) 供试品样 1:

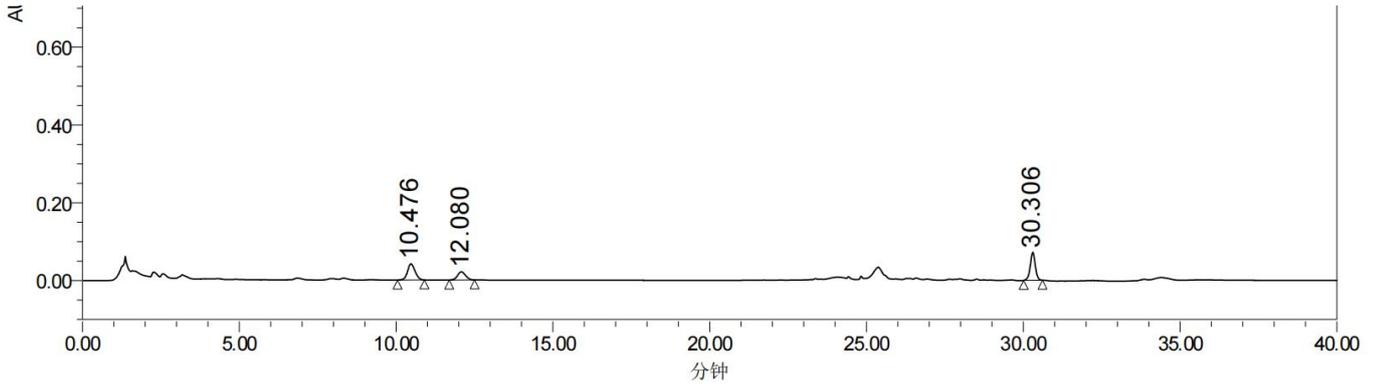


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	10.436	514653	30471	9.558535e-001		8.997806e+003
2	12.042	795610	44186	1.003103e+000	3.554001e+000	1.026258e+004
3	30.250	4435636	389569	9.114432e-001	4.857388e+001	1.763721e+005

(6) 供试品样 2:





色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	10.476	699960	41545	1.085721e+000		8.844349e+003
2	12.080	376641	21073	1.049473e+000	3.532154e+000	1.038308e+004
3	30.306	803624	72082	9.786421e-001	4.848701e+001	1.781764e+005

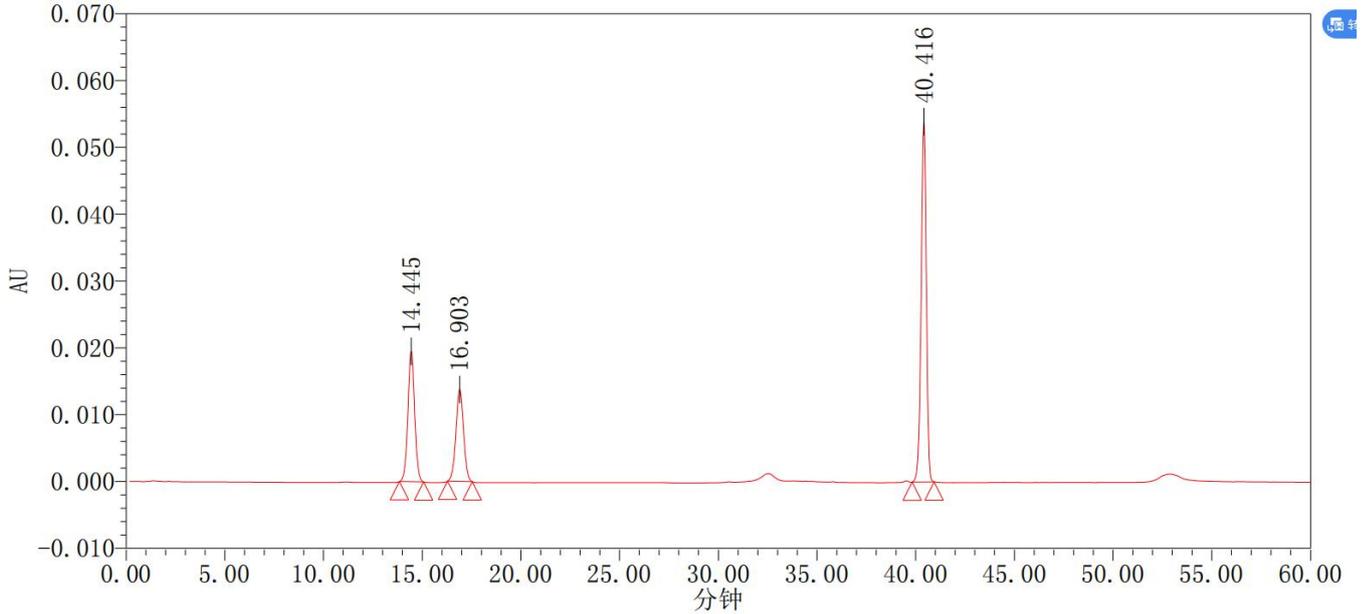
● HPLC 色谱条件

色谱柱:	月旭 Ultimate® AQ-C18(4.6×150mm,5μm)		
流动相	时间	A (甲醇)	B (0.2%磷酸水溶液)
	0	20	80
	25	20	80
	30	43	57
	50	43	57
	51	20	80
	60	20	80
柱温:	30°C		
紫外检测器	254 nm		
流速:	1.0 mL/min		
进样量:	10 μL		
注意事项:			



● 谱图和数据

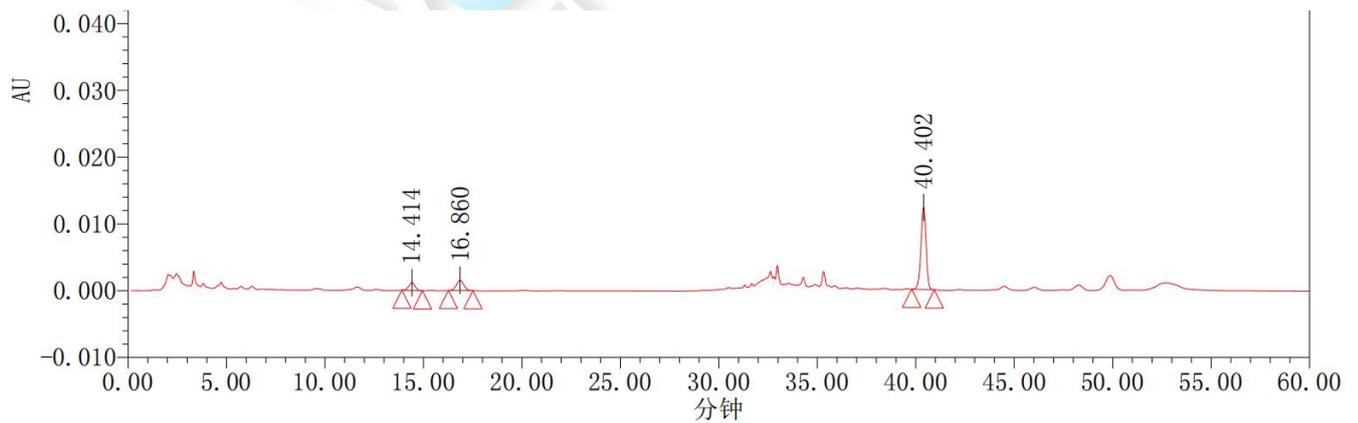
(1) 混标 (出峰顺序为: 龙胆苦苷, 栀子苷, 黄芩苷):



峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	高度 (微伏)	USP 理论塔板数	USP 拖尾	分离度
1	14.445	462179	19537	8.698500e+003	1.027012e+000	
2	16.903	370547	13770	9.058100e+003	1.007069e+000	3.746522e+000
3	40.416	984181	53948	1.140608e+005	9.378392e-001	3.997750e+001

(2) 样 1 供试品:

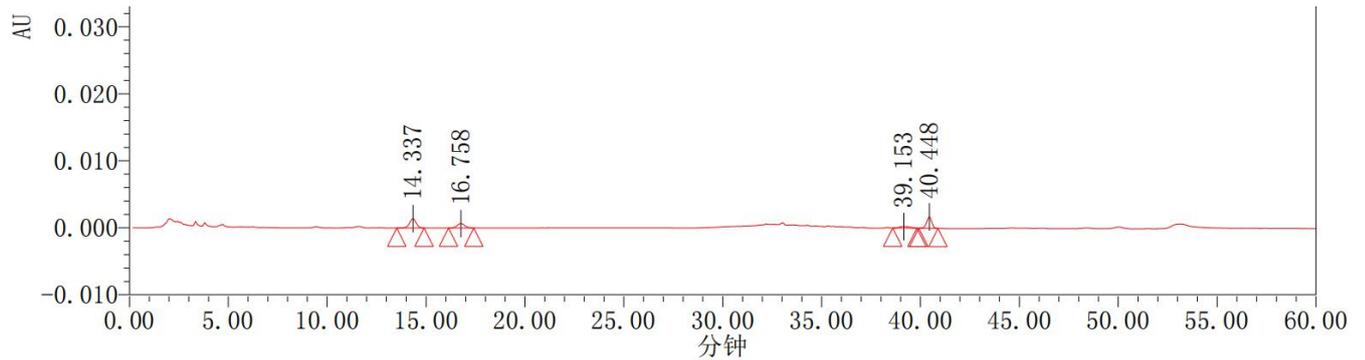


峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	高度 (微伏)	USP 分离度	USP 理论塔板数	USP 拖尾
1	14.414	26297	1166		9.341770e+003	1.039122e+000
2	16.860	40584	1535	3.725865e+000	9.493986e+003	1.040163e+000
3	40.402	222796	12297	3.958379e+001	1.152664e+005	9.578687e-001



(3) 样 2 供试品:



峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	高度 (微伏)	USP 拖尾	USP 理论塔板数	分离度
1	14.337	32421	1386	9.816555e-001	8.961106e+003	
2	16.758	17546	658	1.058222e+000	9.106520e+003	3.759726e+000
3	39.153	8271	218	1.142024e+000	1.823291e+004	2.542312e+001
4	40.448	30484	1686	9.620772e-001	1.148593e+005	1.676736e+000

● 结论:

使用月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18(2.1×100mm,1.8μm)和 Ultimate® AQ-C18(4.6×150mm,5μm)能依据参考的含量测定方法定量测定龙胆泻肝丸中龙胆苦苷、栀子苷、黄芩苷的含量,满足定量要求,并且 AQ-C18 的 料,从 5 μ m 到 1.8 μ m 有相近的选择性,完全能实现方法的同比例转移。

日期: 2022/05/11

