

测试报告

样品信息			
样品名称	龙胆泻肝丸（水丸） 龙胆泻肝丸（大蜜丸）	编号	Z20220608-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/7	测试期间	2022/6/7-2022/6/8
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	马兜铃酸 I		
参考标准			
参考标准	BJY 202108	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Xtimate® UHPLC C18 (2.1×75mm,1.8μm)		
流动相:	时间	流动相 A% (0.1%甲酸 5mmol/L 甲酸铵溶液)	流动相 B% (乙腈溶液)
	0.0	69%	31%
	15.0	69%	31%
	18.0	40%	60%
	20.0	40%	60%
	20.5	69%	31%
	22.0	69%	31%



柱温:	30°C
流速:	0.3 mL/min
进样量:	1 μ L
注意事项:	/

● 流动相的配置:

流动相 A :称取 0.1925 g 乙酸铵加水溶解,移取 0.5 mL 甲酸并加水至 500 mL 混匀,经 0.22 μ m 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B : 取色谱级乙腈, 经 0.22 μ m 滤膜抽滤, 即得。

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 450°C, 流速: 1000L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压: 1.0 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
马兜铃酸 I	359.1	298.1	26	12	Positive
		296.0		12	
		268.1		20	

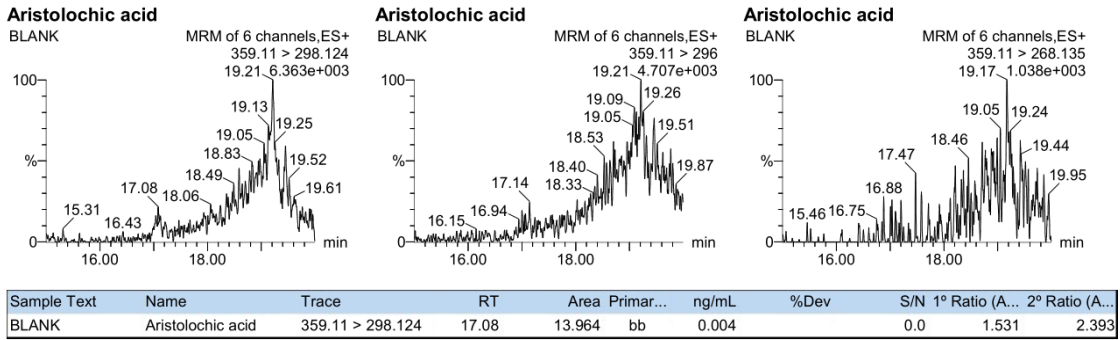
● 样品溶液的配制:

称取本品水丸适量, 研细, 称取 2.0 g; 大蜜丸适量, 剪碎, 称取 12.0 g, 加入硅藻土 6.0 g, 研匀, 取 6.0 g 置于 50 mL 离心管中, 精密加入 25 mL 甲醇, 称定重量, 超声 30 min, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减少的重量, 摇匀, 过 0.22 μ m 滤膜, 取滤液, 即得。

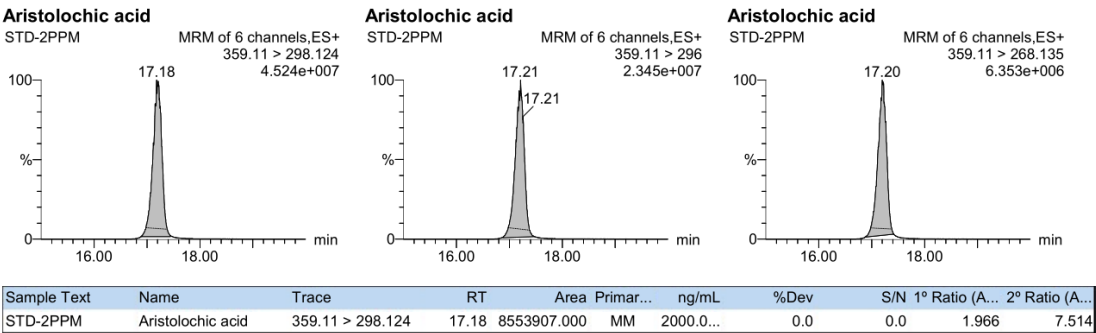


● 谱图和数据

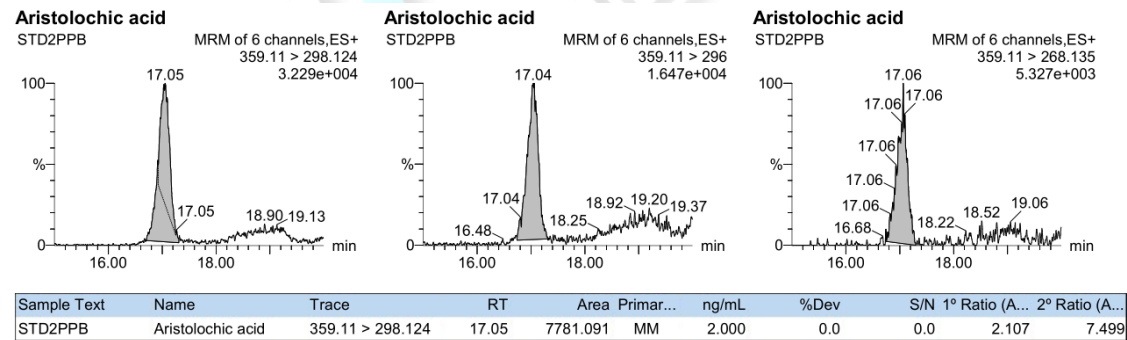
(1) 试剂空白。



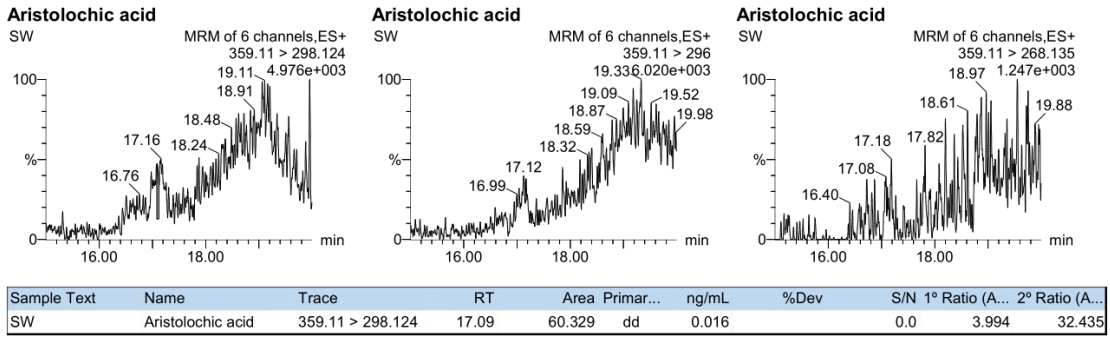
(2) 马兜铃酸 I 准品溶液 2 μg/mL。



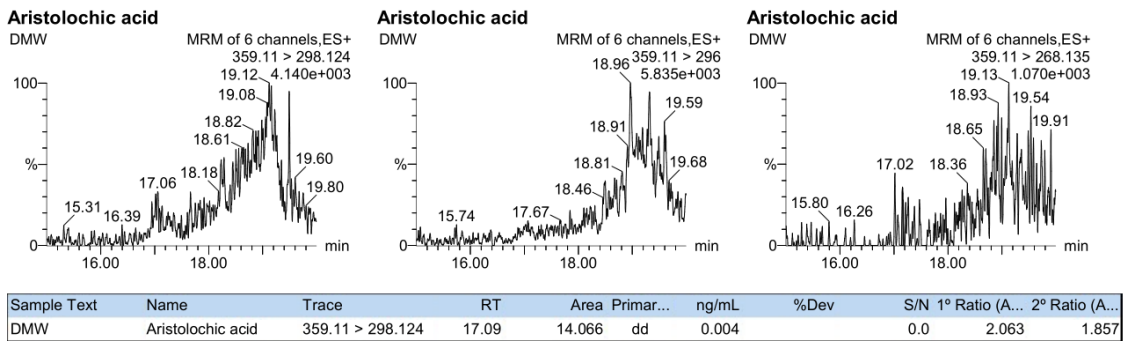
(3) 马兜铃酸 I 准品溶液 2 ng/mL。



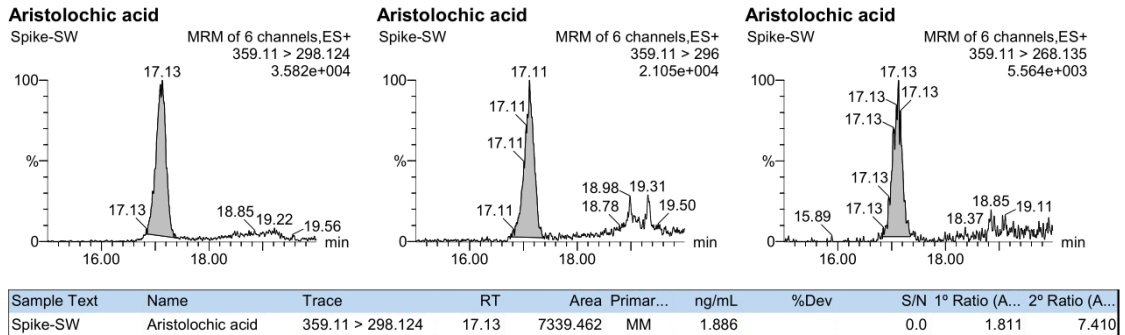
(4) 龙胆泻肝丸（水丸）本底。



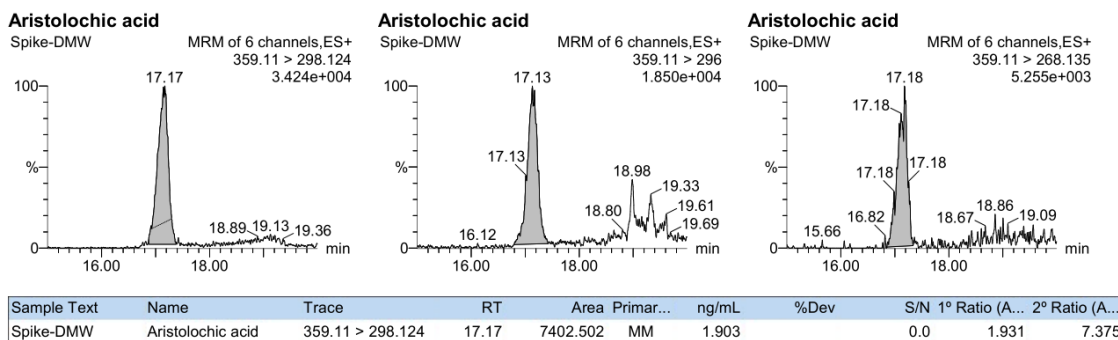
(5) 龙胆泻肝丸（大蜜丸）本底。



(6) 龙胆泻肝丸（水丸）加标回收：马兜铃酸 I 加标浓度 2 ng/mL，对应检出限 2pg。



(7) 龙胆泻肝丸（大蜜丸）加标回收：马兜铃酸 I 加标浓度 2 ng/mL，对应检出限 2pg。



● 结论:

化合物	样品名	实际浓度 ng/mL	理论浓度 ng/mL	回收率, %
马兜铃酸 I	水丸	1.886	2.0	94.3
	大蜜丸	1.903	2.0	95.2

使用 Xtimate® UHPLC C18 (2.1×75mm,1.8μm), Part Number: 00101-01011 检测龙胆泻肝丸中马兜铃酸 I, 峰形良好, 回收率良好。

日期: 2022/06/08

