

杞菊地黄丸（水蜜丸）中莫诺昔、马钱昔和丹皮酚的测定

SGLC-LC-262

摘要： 本文建立了杞菊地黄丸（水蜜丸）含量测定的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析杞菊地黄丸中莫诺昔、马钱昔和丹皮酚，结果显示，莫诺昔、马钱昔和丹皮酚峰形对称，理论塔板数大于 4000，莫诺昔、马钱昔和丹皮酚分别与相邻杂质峰基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为杞菊地黄丸中莫诺昔、马钱昔和丹皮酚的检测提供参考。

关键词： 杞菊地黄丸 莫诺昔 马钱昔 丹皮酚 ShimNex CS C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）；

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器（P/N：380-00341-05）；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial（P/N：227-34001-01）；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10（P/N：380-00751-02）；

SHIMSEN Pipet PMII-100（P/N：380-00751-04）；

SHIMSEN Pipet PMII-1000（P/N：380-00751-06）。

1.2 对照品溶液的制备

取莫诺昔对照品、马钱昔对照品和丹皮酚对照品适量，精密称定，加 70% 甲醇制成每 1 mL 含莫诺昔与马钱昔各 20 μg、含丹皮酚 45 μg 的混合溶液，即得。

1.3 供试品溶液的制备

取本品水蜜丸适量，研细，取约 0.8 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 甲醇 25 mL，密塞，称定重量，加热回流 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。

1.4 分析条件

色谱柱：ShimNex CS C18（5 μm，4.6×250 mm；P/N：380-01230-01）

柱温：40℃

检测波长：240 nm、274 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μ L

流动相：A：0.3% 磷酸溶液；B：乙腈

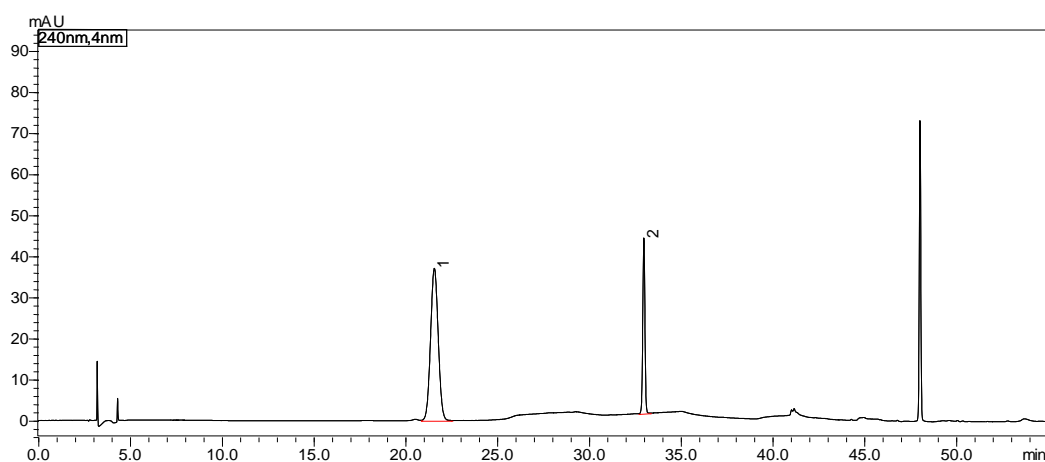
梯度条件：

时间 (min)	0	5	20	35	45	55
A (%)	95	92	92	80	40	40
B (%)	5	8	8	20	60	60

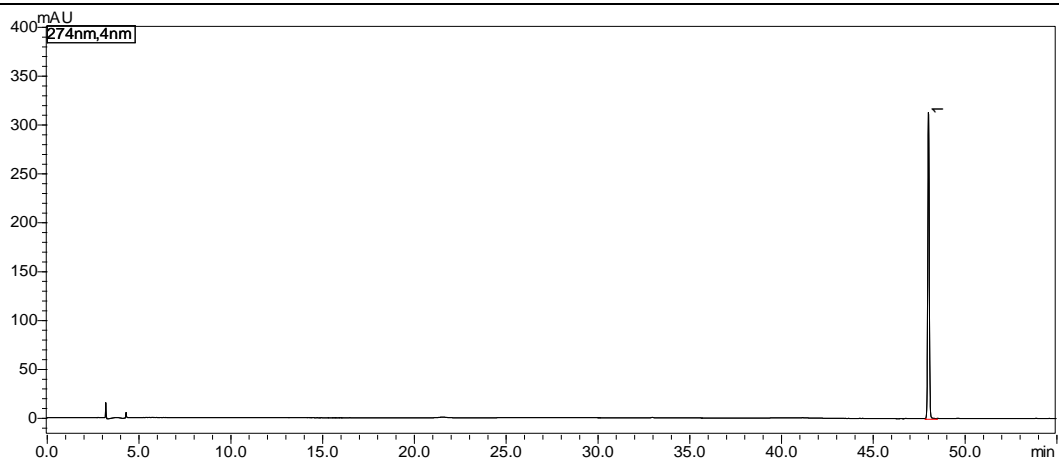
2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.4）进行采集，对照品溶液和供试品色谱图如下：

对照品溶液

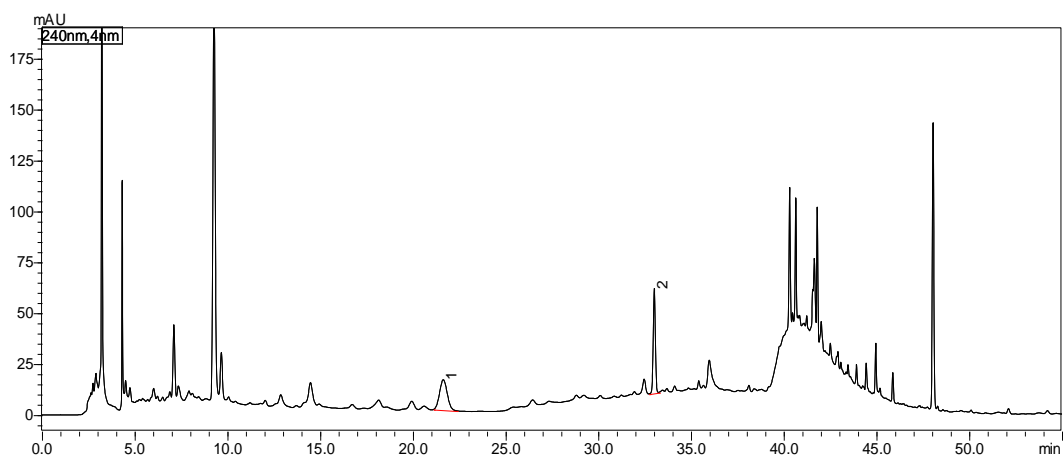


序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	莫诺昔	21.589	1072133	37038	12543	1.031	--
2	马钱苷	33.002	345081	42721	334056	1.006	22.838

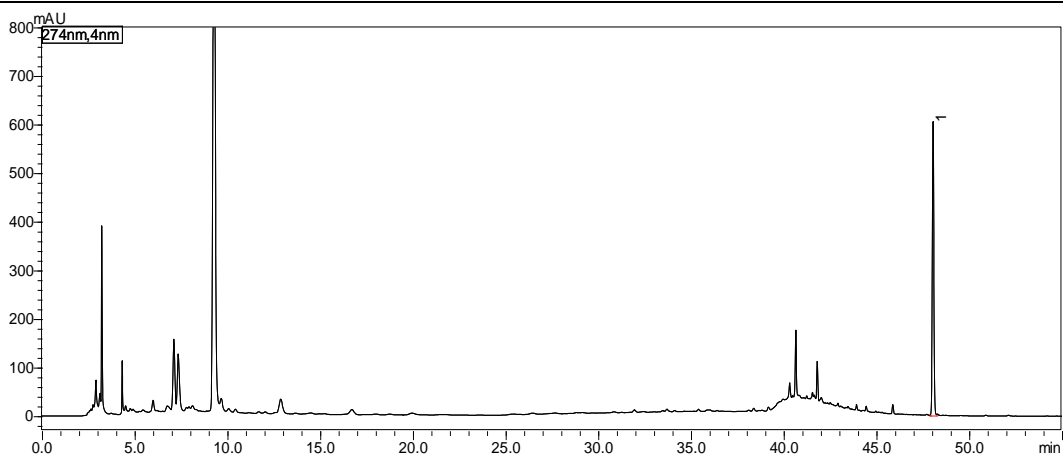


序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	丹皮酚	48.047	1802517	312893	1272335	1.028	--

供试品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	莫诺昔	21.650	425220	14858	12647	1.051	--
2	马钱昔	33.029	414040	51340	337534	1.004	22.814



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	丹皮酚	48.059	3485240	604637	1271472	1.028	--

重现性

对照品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
莫诺苷	21.589	21.541	21.665	0.29	1072133	1070537	1075292	0.23
马钱苷	33.002	32.964	33.023	0.09	345081	344511	345762	0.18
丹皮酚	48.047	48.048	48.051	0.01	1802517	1799999	1807198	0.20

供试品溶液重现性

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
莫诺苷	21.650	21.660	21.738	0.22	425220	424143	426399	0.27
马钱苷	33.029	33.025	33.092	0.11	414040	414272	412957	0.17
丹皮酚	48.059	48.055	48.076	0.02	3485240	3482805	3479421	0.08

3. 结论

本文建立了杞菊地黄丸（水蜜丸）含量测定的 HPLC 测定方法。参照 2020 版《中国药典》色谱条

件，采用色谱柱 ShimNex CS C18 分析杞菊地黄丸中莫诺昔、马钱昔和丹皮酚，结果显示，莫诺昔、马钱昔和丹皮酚峰形对称，理论塔板数大于 4000，莫诺昔、马钱昔和丹皮酚分别与相邻杂质峰基线分离，满足《中国药典》要求。此方法可为杞菊地黄丸中莫诺昔、马钱昔和丹皮酚的检测提供参考。