

西黄丸中猪去氧胆酸的检测

西黄丸又名犀黄丸，由牛黄、麝香、醋乳香、醋没药四味中药组成，具有消坚化结、解毒散痈、消肿止痛的功效，多用于乳腺癌、肝癌、白血病恶性肿瘤的治疗。猪去氧胆酸的含量检测对于西黄丸药品的质量控制具有重要意义，但鉴于猪去氧胆酸的紫外吸收较弱，为末端吸收（205 nm），2015版中国药典中规定采用HPLC-ELSD检测西黄丸中的猪去氧胆酸。

本报告中依据中华人民共和国药典2015年版 一部 第831页方法对西黄丸中猪去氧胆酸进行分离检测。

样品制备

本实验采用市售猪去氧胆酸标准品，样品制备及处理方法如下：贮备液：取猪去氧胆酸样品适量，精密称定，加甲醇溶解并稀释制成浓度2.0 mg/mL的猪去氧胆酸贮备液，备用。工作溶液：分别量取适量的猪去氧胆酸贮备液，用甲醇稀释，制备成5个浓度点的标准系列，猪去氧胆酸的质量浓度分别为0.05 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、1 mg/mL、2 mg/mL，当进样量为10 μ L时，所对应的进样质量为500，1000，2000，10000，20000。

测试条件

仪器	EasySep®-1020液相色谱系统配备 ELSD-UM5800检测器
色谱柱	BISCHOFF PRONTOSIL KROMAPLUS C18 250 $\times$ 4.6mm, 5 μ m
流速	1.0 mL/min
柱温	35 $^{\circ}$ C
进样量	10 μ L
流动相	乙腈-0.5%甲酸（38:62）
载气流速	2.5L/min
漂移管温度	100 $^{\circ}$ C

测试结果

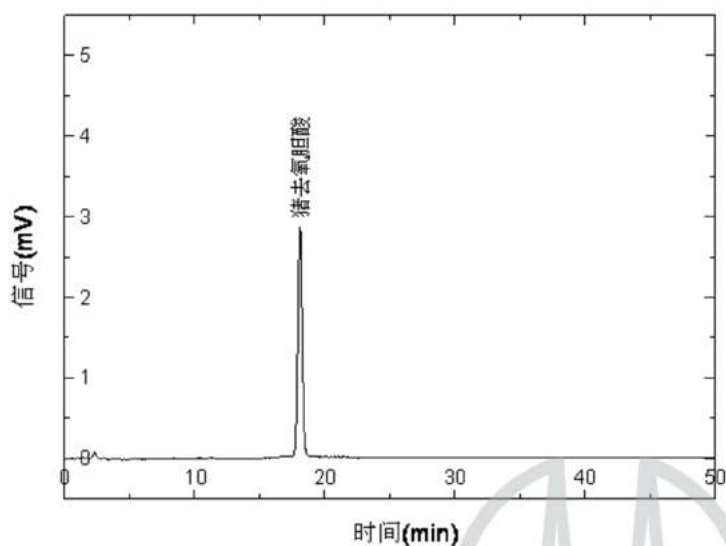
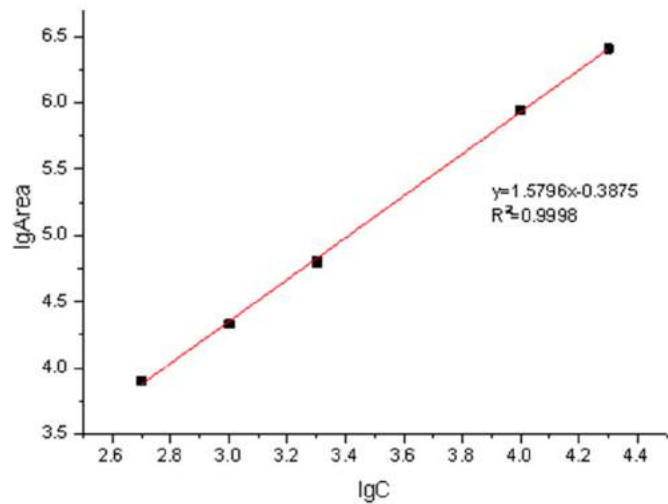


图1 10 μ L进样量耐斯糖对照品ELSD检测色谱图

序号	保留时间	名称	峰面积%	峰面积	峰高	峰分离度	理论塔板数	峰拖尾因子
1	18.09	猪去氧胆酸	100	64429	2841	0.00	14848	1.09
总计			100	64429	2841			

线性关系考察



在0.05 mg/mL-2 mg/mL浓度范围内，以进样质量的常用对数为横坐标，以峰面积的常用对数为纵坐标绘制标准曲线，得到线性回归方程： $y=1.5796x-0.3875$ ， $R^2=0.9998$ ，线性关系良好。

配置列表

EasySep®-1020二元梯度液相色谱仪 (配自动进样器、柱温箱)
UM5800蒸发光散射检测器
Unimicro色谱工作站



上海通微分析技术有限公司
Unimicro (Shanghai) Technologies Co., Ltd.

地址：上海市浦东新区张江高科技园区松涛路489号C01座
电话：021-38953588, 38953390, 38953570
传真：021-38953636
邮箱：info@unimicrotech.com.cn

声明：
1. 本资料未经允许不得擅自修改、转载、销售；
2. 本资料的所有信息仅供参考，不予任何保证；
如有任何变化，恕不另行通知。

北京：010-82176650 南京：025-85533522 西安：029-85373011 广州：15011756765 长春：18604418085

www.unimicrotech.com.cn
技术服务专线：021-50801569