

测试报告

样品信息			
样品名称	马钱子	编号	\
样品重量	\	剂型	\
收样日期	\	测试期间	2020/08/07-08/08
样品描述	\		
测试需求			
测试成分	黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2		
参考标准			
参考标准	2020 版中国药典	标样	黄曲霉毒素混标
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20AD

● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® ODS-3 (4.6×300mm, 5μm)
流动相	甲醇：乙腈：水=300：220：480
柱温：	30°C
检测波长	激发波长：360nm 发射波长：450nm
衍生方法	光化学衍生
流速	0.8mL/min
进样量：	25 μl
注意事项：	\

● 流动相的配制：



流动相配制：精密量取甲醇 300ml、乙腈 220ml、超纯水 480ml，充分混匀后经 0.45 μm 滤膜抽滤，即得。

● 样品溶液的配制：

标准储备液：精密量取黄曲霉毒素混合对照品溶液（黄曲霉毒素 B1、黄曲霉毒素 B2、黄曲霉毒素 G1、黄曲霉毒素 G2 标示浓度分别为 1.0μg/ml、0.3μg/ml、1.0μg/ml、0.3μg/ml）1ml，置于 20ml 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，作为标准储备液，摇匀，备用。

混合对照品溶液：精密量取标准储备液 1ml，置于 25ml 容量瓶，加甲醇稀释至刻度，摇匀，即得。

定量限样品溶液：精密移取混合对照品溶液 1ml，加甲醇稀释 3.5 倍后，摇匀，滤过即得。

检出限样品溶液：精密移取混合对照品溶液 1ml，加甲醇稀释 7 倍后，摇匀，滤过即得。

供试品溶液：取供试品粉末 15g（过 2 号筛），精密称定，置于均质瓶中，加入氯化钠 3g，精密加入 70% 甲醇 75ml。高速搅拌 2 分钟（搅拌速度大于 11000r/min），离心 5 分钟（离心速度 4000 r/min），精密量取上清液 15ml，置于 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，离心 10 分钟（离心速度 4000r/min），精密量取上清液 20ml，通过免疫亲和小柱，流速 3ml/min，用水 20ml 洗脱（必要时可先用 10ml 淋洗缓冲液洗脱，再用 10ml 水洗脱），弃去洗脱液，使空气进入柱子，将水挤出柱子，再用 1.5ml 甲醇洗脱，收集洗脱液，置于 2ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。

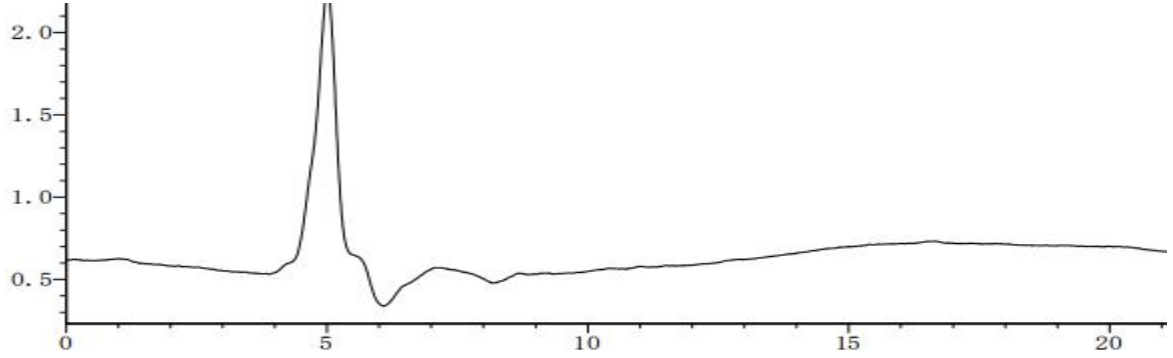
淋洗缓冲液的制备：称取 8.0g 氯化钠、1.2g 磷酸氢二钠、0.2g 磷酸二氢钾、0.2g 氯化钾，加水 990ml 使溶解，用盐酸调节 PH 至 7.0，加水稀释至 1000ml，即得。

● 谱图和数据

使用仪器：岛津 LC-20AD 月旭 Ultimate® ODS-3 (4.6×300mm, 5μm)

1. 空白溶

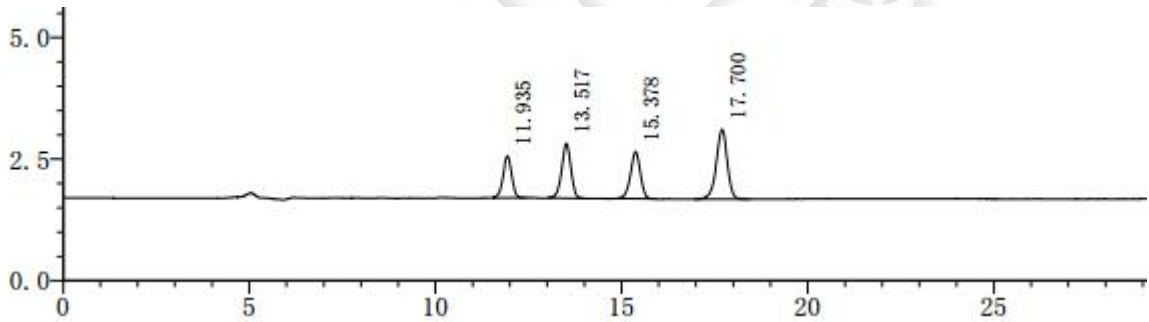




2. 标准曲线的绘制:

分别精密吸取上述混合对照品溶液 5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l、25 μ l 注入液相色谱仪，测定峰面积。以进样量为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线。色谱图数据如下：

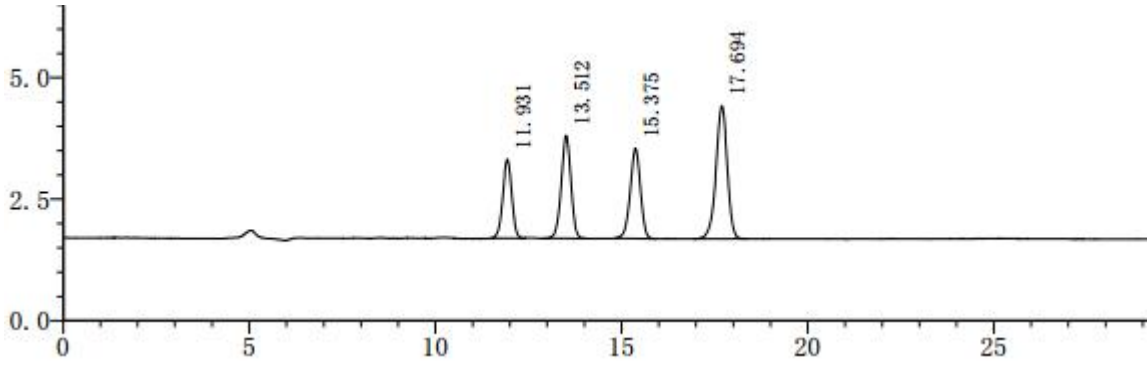
(1) 标准曲线谱图 1（进样 5 μ l）:



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.935	13791	858	--	0.983	12543
2	G1	13.517	19430	1122	3.583	0.970	14003
3	B2	15.378	17833	967	3.941	0.948	15924
4	B1	17.700	29195	1429	4.549	0.922	17619
总计			80250	4376			

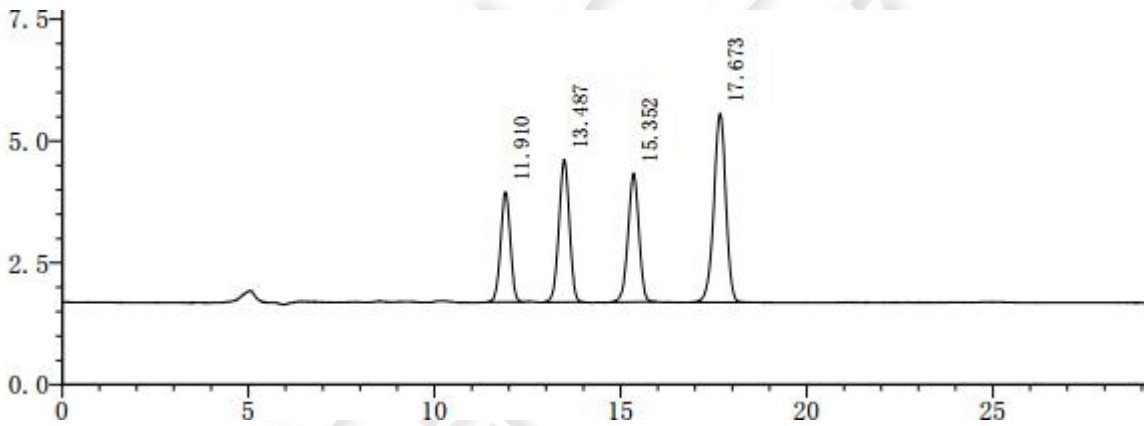
(2) 标准曲线谱图 2（进样 10 μ l）:





峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.931	27228	1621	--	0.985	11335
2	G1	13.512	38312	2116	3.406	0.975	12691
3	B2	15.375	35424	1854	3.785	0.951	14854
4	B1	17.694	57756	2727	4.382	0.932	16324
总计			158719	8317			

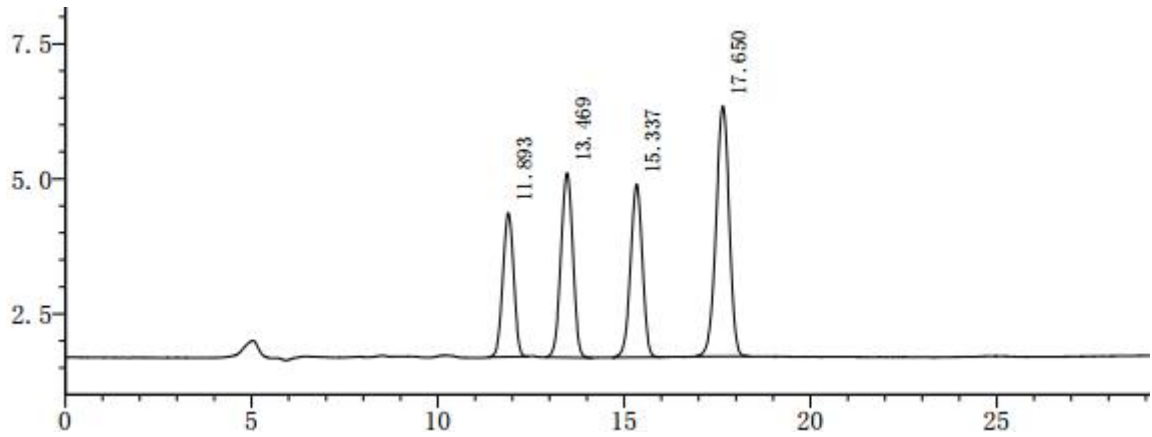
(3) 标准曲线谱图 3 (进样 15 μ l):



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.910	40820	2255	--	0.991	9671
2	G1	13.487	57443	2925	3.135	0.976	10703
3	B2	15.352	53646	2641	3.528	0.954	13131
4	B1	17.673	87216	3872	4.117	0.940	14280
总计			239125	11693			

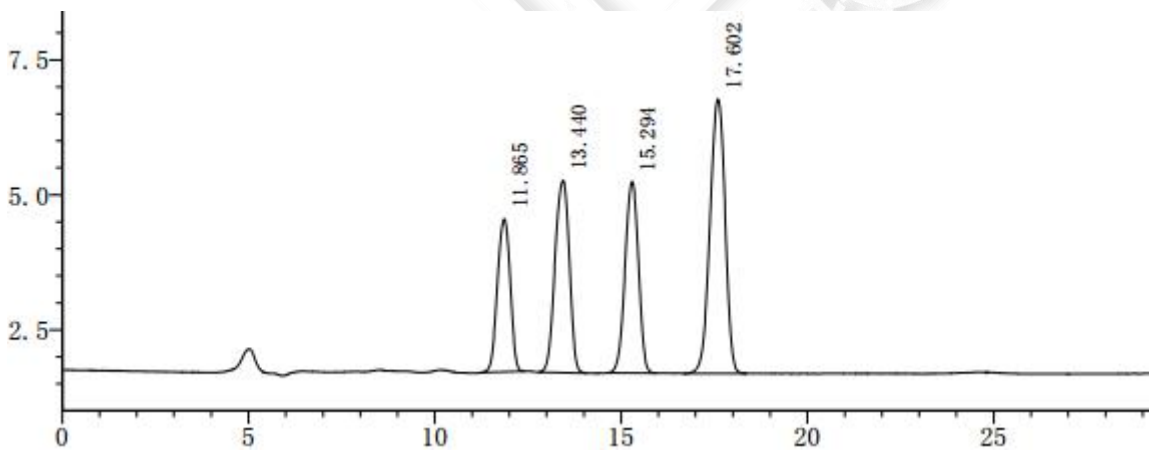
(4) 标准曲线谱图 4 (进样 20 μ l):





峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.893	54229	2662	--	0.987	7655
2	G1	13.469	76492	3413	2.769	0.976	8213
3	B2	15.337	70968	3199	3.160	0.961	10902
4	B1	17.650	113917	4631	3.744	0.947	11862
总计			315606	13906			

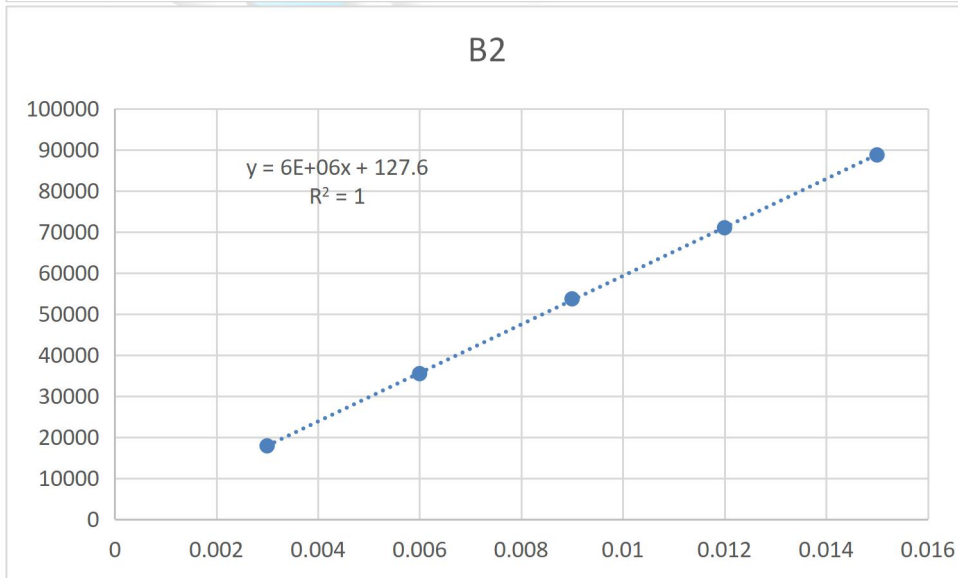
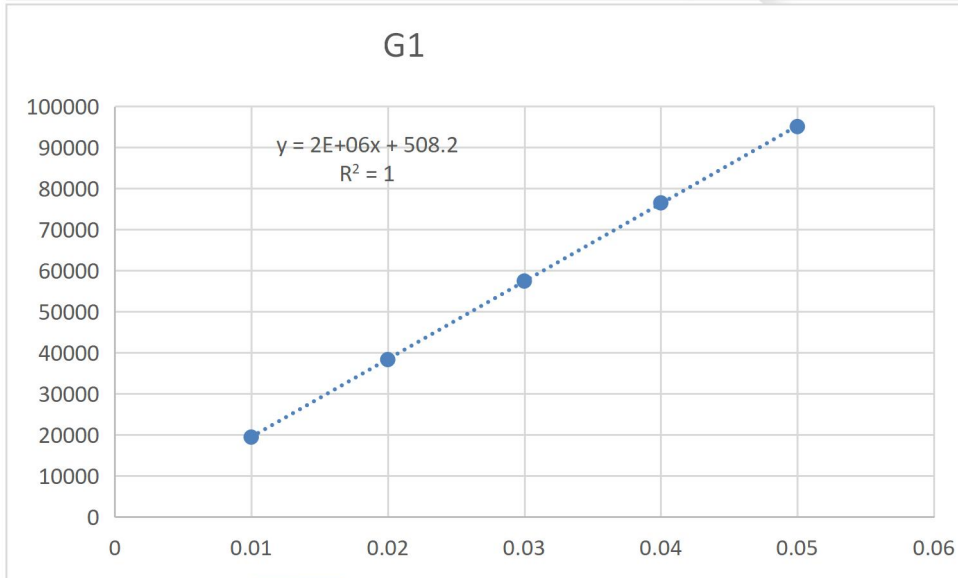
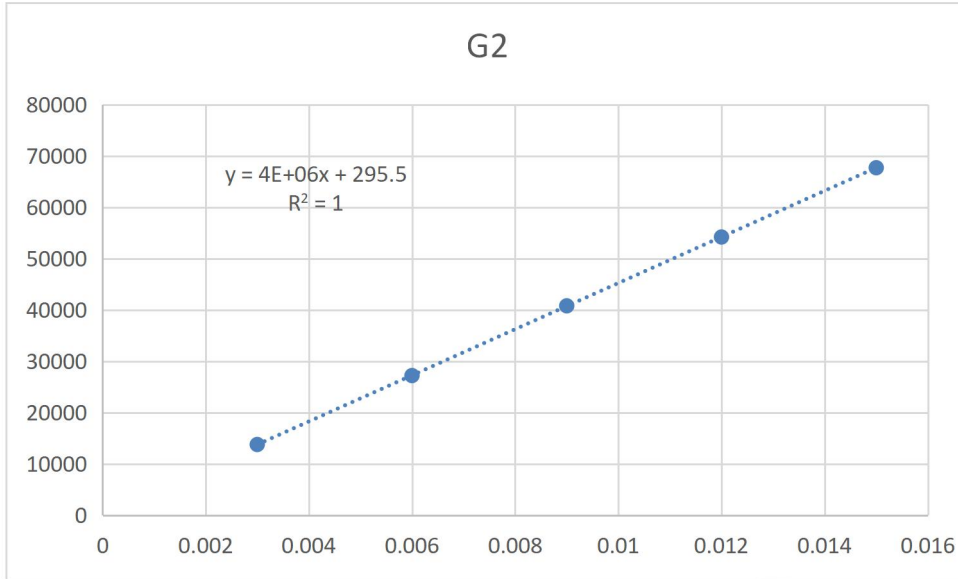
(5) 标准曲线谱图 5 (进样 25 μ l):

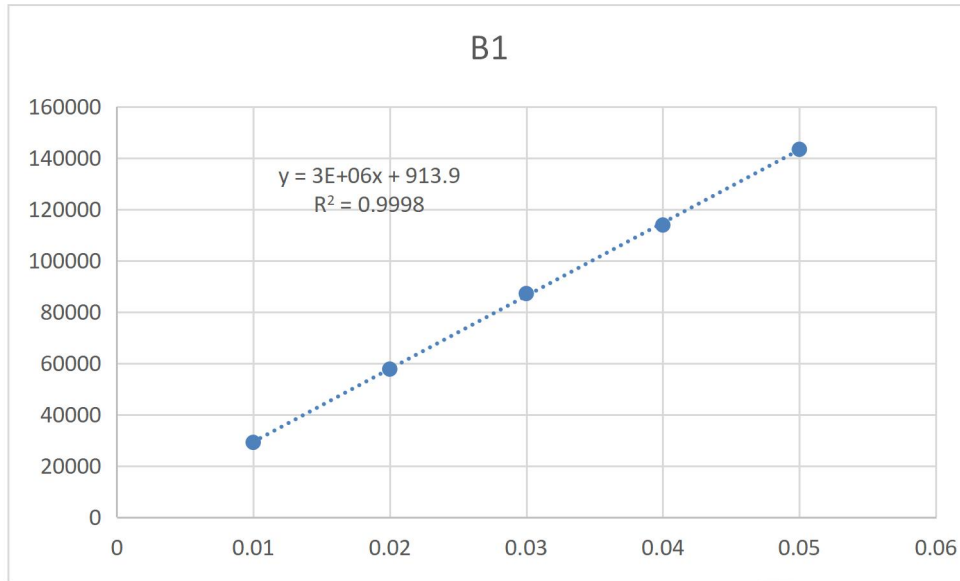


峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.865	67731	2831	--	0.949	5728
2	G1	13.440	95078	3557	2.383	0.928	5985
3	B2	15.294	88708	3542	2.734	0.960	8569
4	B1	17.602	143429	5077	3.296	0.935	9058
总计			394946	15008			

根据以上色谱图数据，绘制分别黄曲霉毒素 G2、G1、B2、B1 进样量与峰面积的标准曲线，如下：

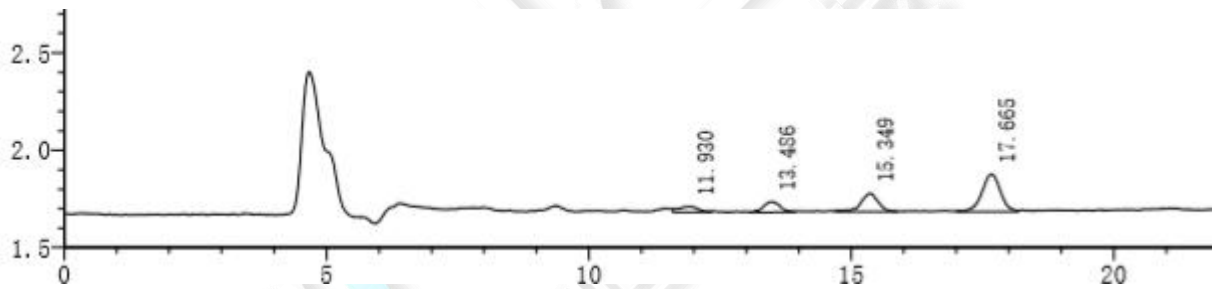






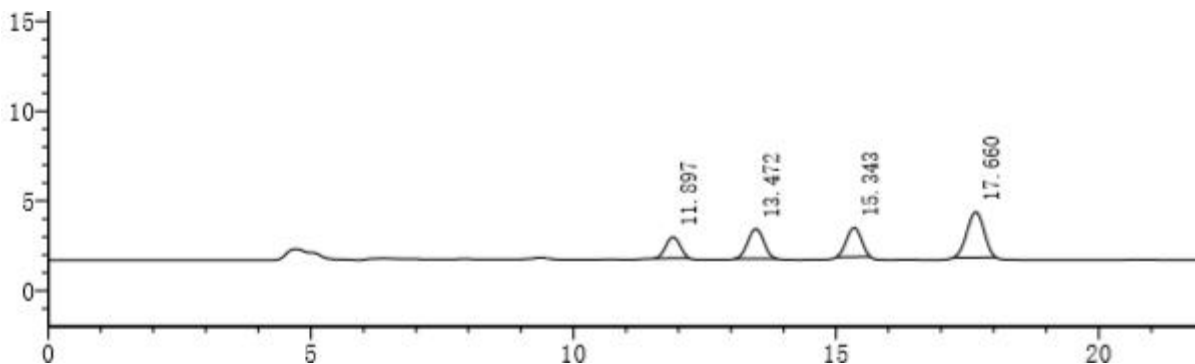
3. 中药材样品溶液谱图：

(1) 马钱子样品：



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.930	733	28	—	—	5655
2	G1	13.486	1229	54	2.608	1.124	9332
3	B2	15.349	2143	93	3.264	0.837	11072
4	B1	17.665	4727	192	3.829	0.994	12747
总计			8832	368			

(2) 马钱子样品加标：



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	分离度(USP)	拖尾因子	理论塔板数(USP)
1	G2	11.897	22147	1176	--	0.976	8528
2	G1	13.472	35244	1664	2.901	1.001	8913
3	B2	15.343	31654	1622	3.379	0.969	13071
4	B1	17.660	57344	2534	4.025	0.955	13219
总计			146390	6996			

● 结论总结:

马钱子中黄曲霉毒素测定结果表

中药品种	加标水平	加标回收率 (%)			
		G2	G1	B2	B1
马钱子	B1:1.0μg/kg				
	B2:0.3μg/kg				
	G1:1.0μg/kg				
	G2:0.3μg/kg	117.33	111.69	109.77	118.96

报告签字:

测试: 陈艳芝

日期: 2020-08-08

审核: 陈再洁

日期: 2020-08-08

