

测试报告

样品信息			
样品名称	薏苡仁	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	玉米赤霉烯酮		
参考标准			
参考标准	2020 版中国药典	标样	玉米赤霉烯酮
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	乙腈：水=50:50
柱温：	30°C
检测波长	激发波长：232nm 发射波长：460nm
流速	1mL/min
进样量：	30 μl
注意事项：	\

● 流动相的配制：

A 相（水）：取超纯水 500ml，经 0.45 μm 滤膜抽滤，即得。



B相（乙腈）：取色谱纯乙腈 500ml，经 0.45 μm 滤膜抽滤，即得。

● 样品溶液的配制：

标准储备液：精密量取浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的玉米赤霉烯酮标准溶液 500 μl ，置于 5ml 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，制成每 1ml 含 1 μg 的溶液，作为标准储备液，摇匀，备用。

对照品溶液：精密量取标准储备液 1ml，置于 10ml 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，备用。

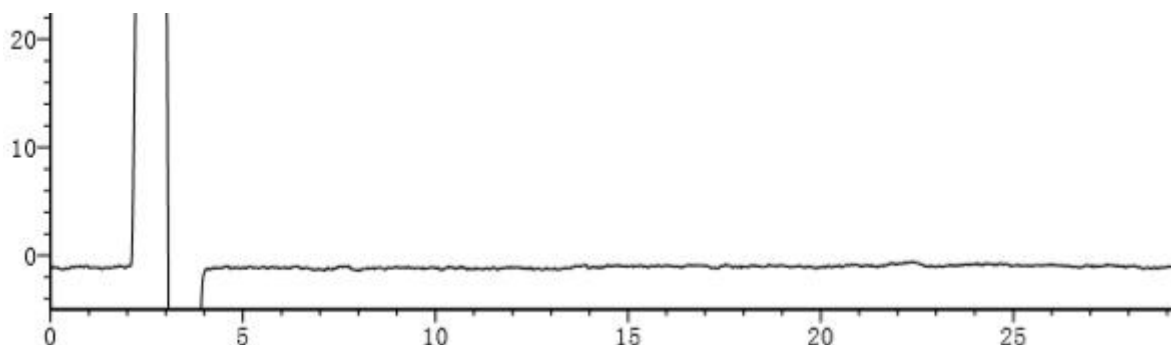
供试品溶液：取供试品粉末 20g（过 2 号筛），精密称定，置于均质瓶中，加入氯化钠 4g，精密加入 90%乙腈 100ml。高速搅拌 2 分钟（搅拌速度大于 11000r/min）；离心 10 分钟（离心速度 4000 r/min），精密量取上清液 10ml，置于 50ml 量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，离心 10 分钟（4000r/min），精密量取上清液 20ml，通过免疫亲和小柱，流速 3ml/min，用水 10ml 洗脱（必要时可先用 10ml 淋洗缓冲液洗脱，再用 10ml 水洗脱），弃去洗脱液，使空气进入柱子，将水挤出柱子，再用 1.5ml 甲醇洗脱，收集洗脱液，置于 2ml 量瓶中，加甲醇稀释至刻度，摇匀，用微孔滤膜滤过，取续滤液，即得。

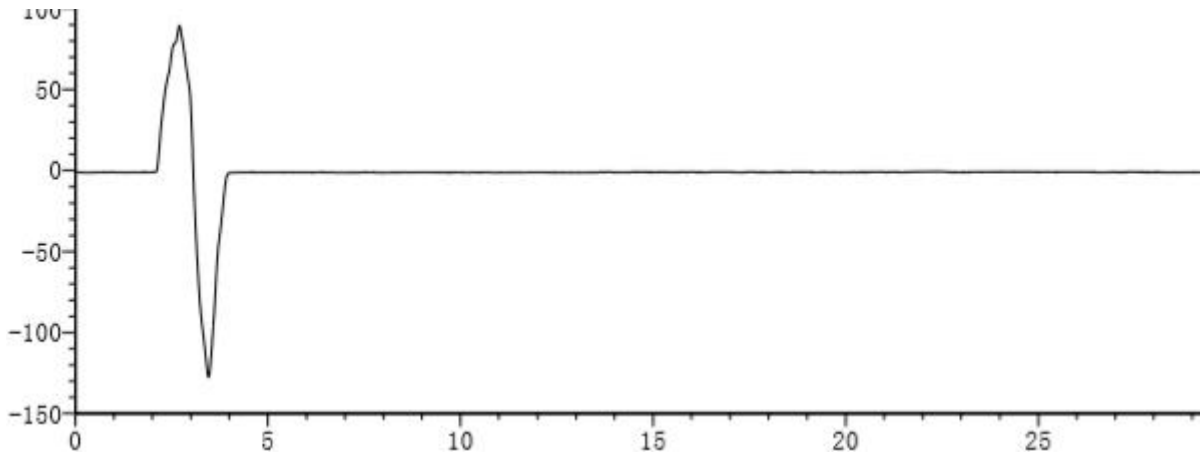
淋洗缓冲液的制备：称取 8.0g 氯化钠、1.2g 磷酸氢二钠、0.2g 磷酸二氢钾、0.2g 氯化钾，加水 990ml 使溶解，用盐酸调节 PH 至 7.0，加水稀释至 1000ml，即得。

● 谱图和数据

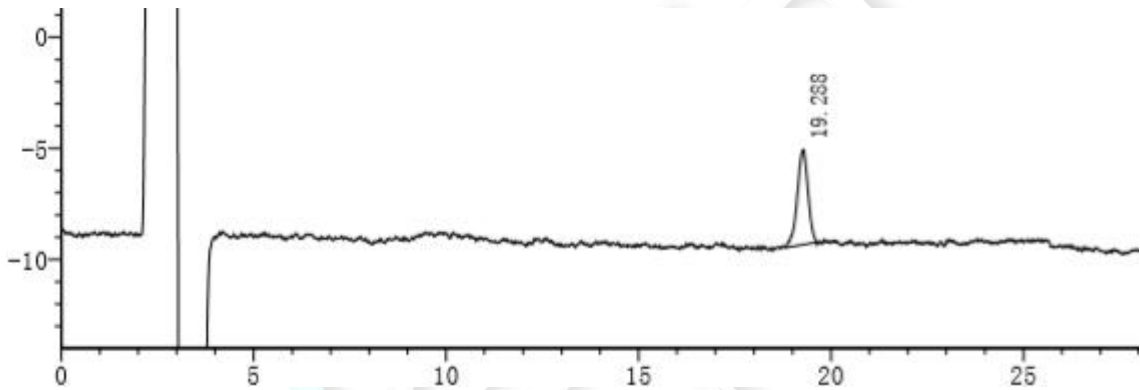
使用仪器：岛津 LC-20AD 月旭 Ultimate® ODS-3 (4.6 \times 300mm, 5 μm)

1. 空白溶液谱图：



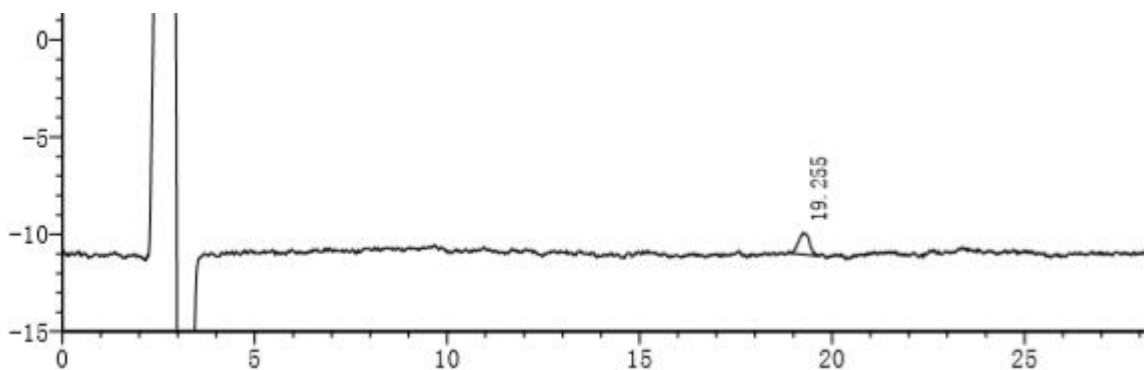


2. 定量限谱图:



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)	S/N
1	玉米赤霉烯酮	19.288	82233	4274	--	0.851	23219	20.42
总计			82233	4274				

3. 检出限谱图（进样 2 μ l）:

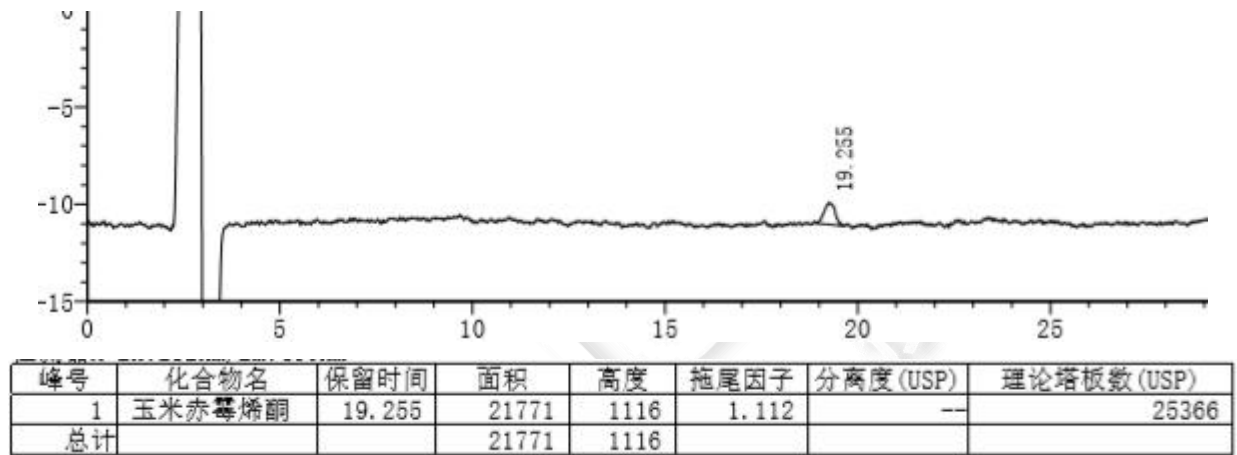


峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)	S/N
1	玉米赤霉烯酮	19.255	21771	1116	1.112	--	25366	5.84
总计			21771	1116				

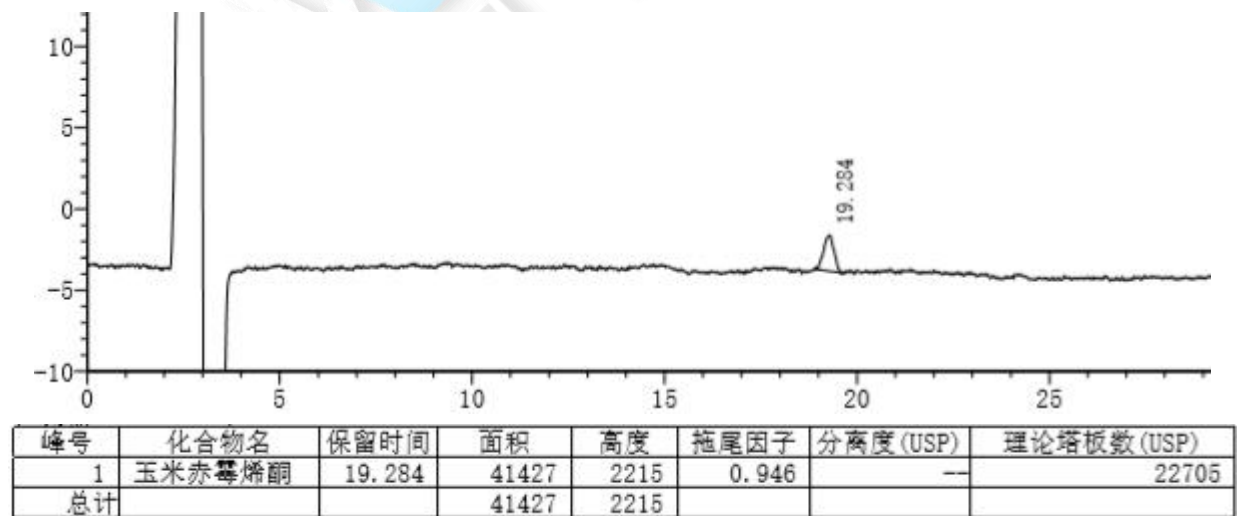
4. 标准曲线的绘制:

分别精密吸取上述对照品溶液 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）:

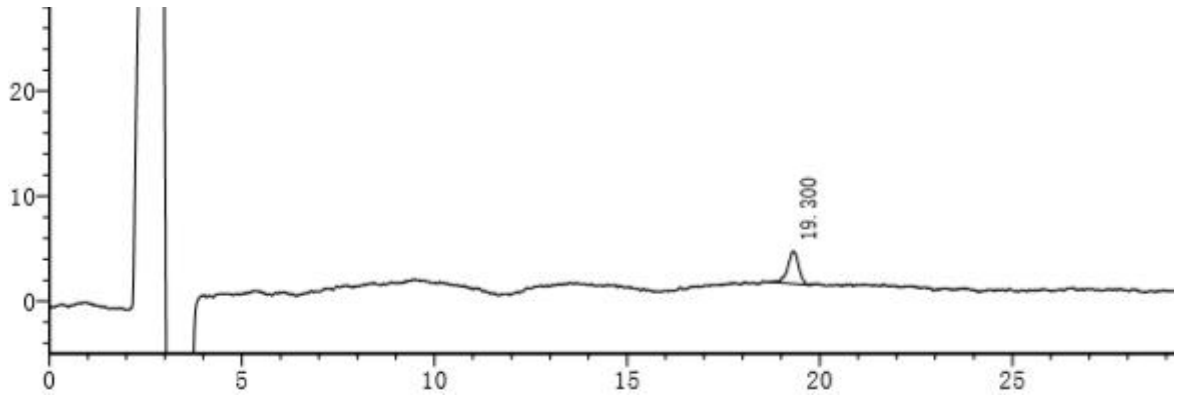


(2) 标准曲线谱图 2（进样 10 μ l）:



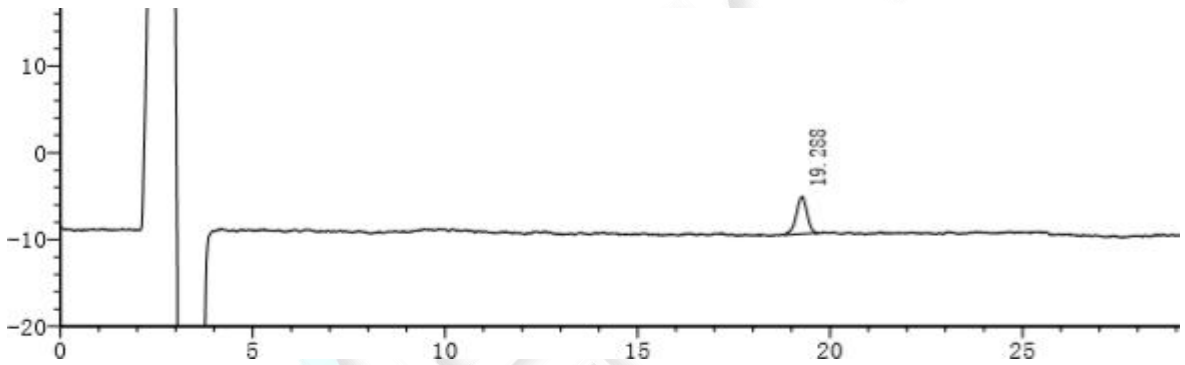
(3) 标准曲线谱图 3（进样 15 μ l）:





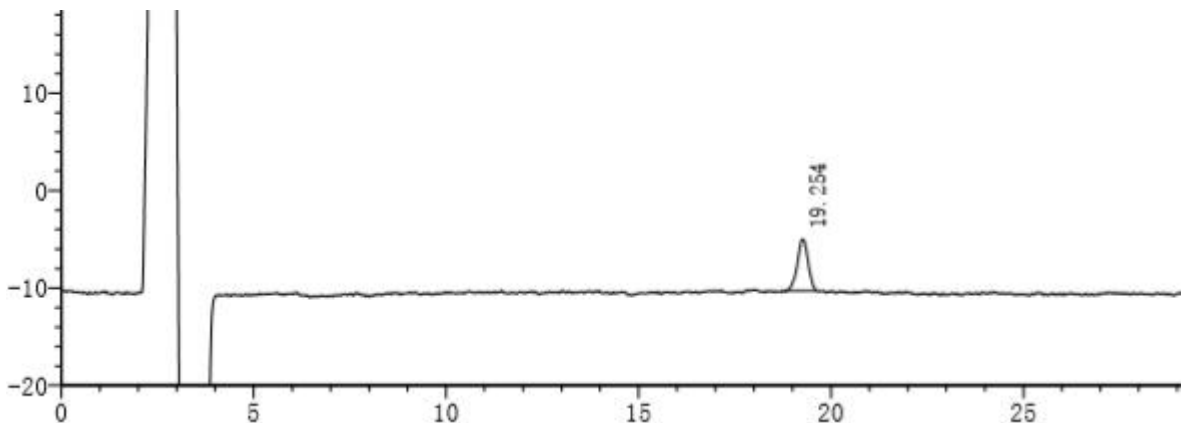
峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	玉米赤霉烯酮	19.300	60134	3075	1.002	--	24144
总计			60134	3075			

(4) 标准曲线谱图 4 (进样 20 μ l)



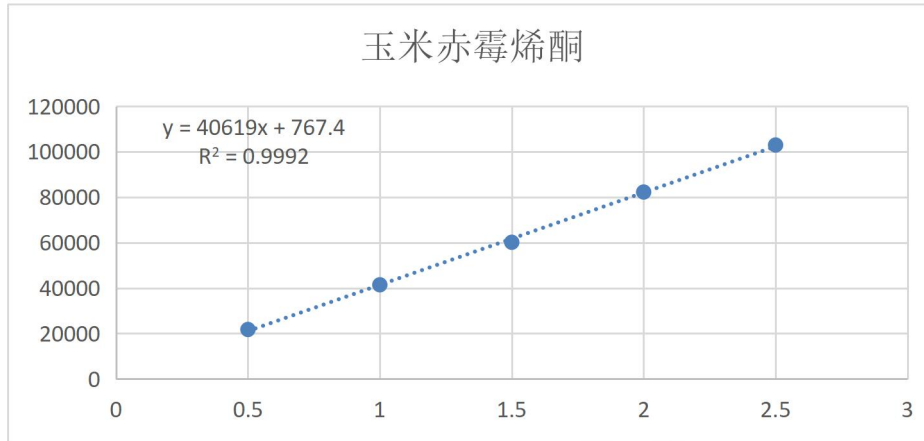
峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	玉米赤霉烯酮	19.288	82233	4274	0.851	--	23219
总计			82233	4274			

(5) 标准曲线谱图 5 (进样 25 μ l):



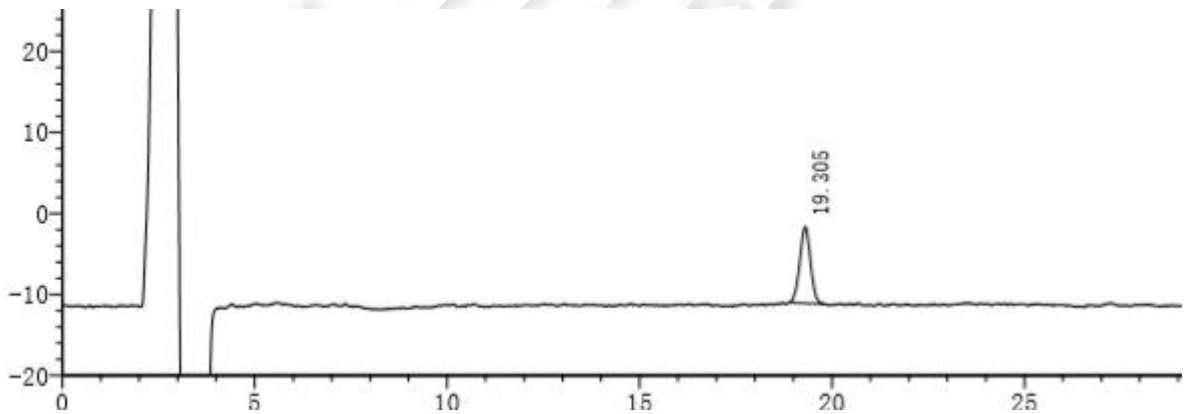
峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	玉米赤霉烯酮	19.254	102916	5283	0.993	--	23018
总计			102916	5283			

根据以上色谱图数据，绘制玉米赤霉烯酮进样量与峰面积的标准曲线，如下：



5. 中药材样品溶液谱图：

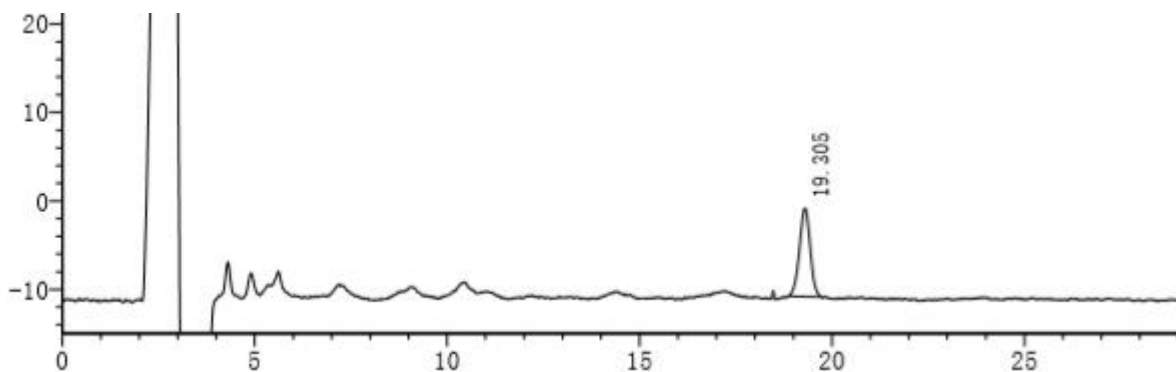
(1) 薏苡仁样品：



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	玉米赤霉烯酮	19.305	181407	9431	0.995	--	22748
总计			181407	9431			

(2) 薏苡仁样品加标：





峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	拖尾因子	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	玉米赤霉烯酮	19.305	194116	9946	0.952	--	22423
总计			194116	9946			

● 结论总结:

薏苡仁中玉米赤霉烯酮测定结果

中药品种	加标水平	加标回收率 (%)
薏苡仁	25 μ g/kg	98.0

报告签字:

测试: 陈艳芝

日期: 2020-08-08

审核: 陈再洁

日期: 2020-08-08

