

## 测试报告

样品信息			
样品名称	制元胡, 九香虫	编 号	\
样品重量		剂 型	/
收样日期	\	测试期间	2020/07/25-08/01
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-20AT

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® ODS-3 (4.6×300mm, 5μm)
流动相	A: B=55:45
柱温:	30℃
衍生方法	光化学衍生
检测波长	激发波长: 360nm 发射波长: 450nm
流速	0.8mL/min
进样量:	25 μl
注意事项:	\

● 流动相的配制:

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

流动相 A: 取超纯水 500ml, 经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤, 即得。

流动相 B: 精密量取色谱纯甲醇 300ml, 色谱纯乙腈 220ml, 混匀后经 0.45  $\mu\text{m}$  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 1.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、0.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、0.3 $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) 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, 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 容量瓶中, 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 20ml 水洗脱, 弃去洗脱液, 使空气进入柱子, 再用 1.5ml 甲醇洗脱, 收集洗脱液, 置于 2ml 容量瓶, 加甲醇稀释至刻度, 摇匀, 用微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

## 注意事项:

1. 按照标准方法离心后, 若样品溶液不澄清或有悬浮颗粒, 则采用 10000r/min 离心 10min。

## ● 谱图和数据

使用仪器: 岛津 LC-20AD 月旭 Ultimate®ODS-3 (4.6×300mm, 5 $\mu\text{m}$ )

### 1. 标准曲线的绘制:

分别精密吸取上述混合对照品溶液 5 $\mu\text{l}$ 、10 $\mu\text{l}$ 、15 $\mu\text{l}$ 、20 $\mu\text{l}$ 、25 $\mu\text{l}$  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 $\mu\text{l}$ ):

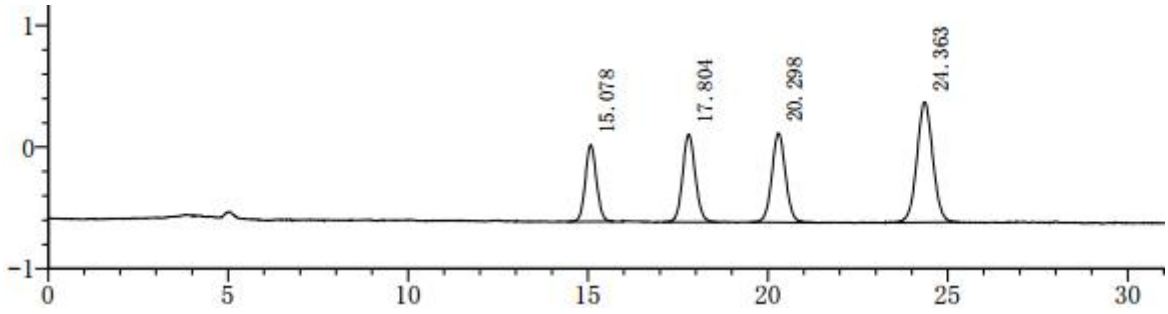
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园. 紫荆园 10 号楼 邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编: 321000

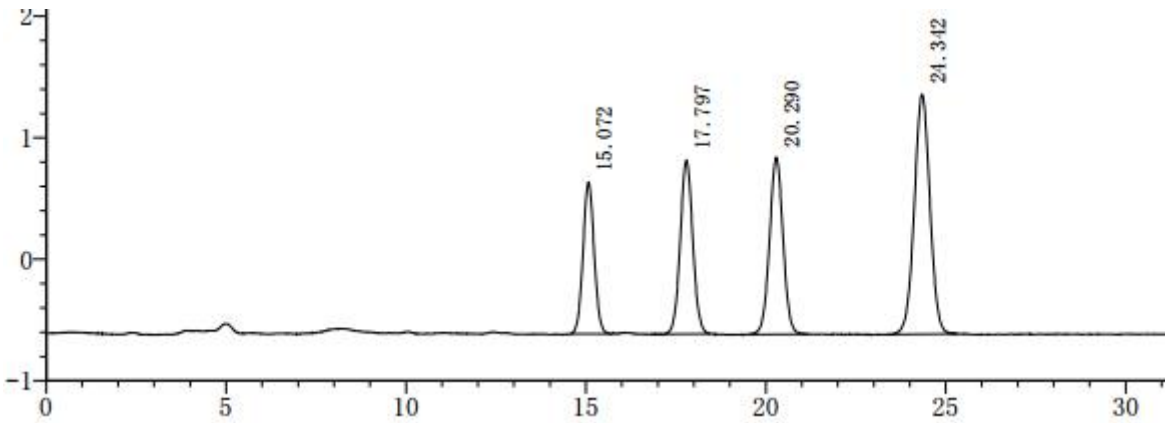
Tel: 400-810-6969

E-mail: yanzhichen@welchmat.com



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.078	13606	633	11376	--	1.062
2		17.804	17786	723	12184	4.504	1.078
3		20.298	19488	735	13955	3.743	1.045
4		24.363	30533	989	14558	5.439	1.025
总计			81413	3079			

(2) 标准曲线谱图 2 (进样 10 $\mu$ l) :



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.072	26765	1248	11249	--	1.044
2		17.797	34756	1430	12345	4.508	1.033
3		20.290	38134	1457	13971	3.755	1.019
4		24.342	59811	1975	14883	5.459	1.010
总计			159466	6109			

(3) 标准曲线谱图 3 (进样 15 $\mu$ l) :

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

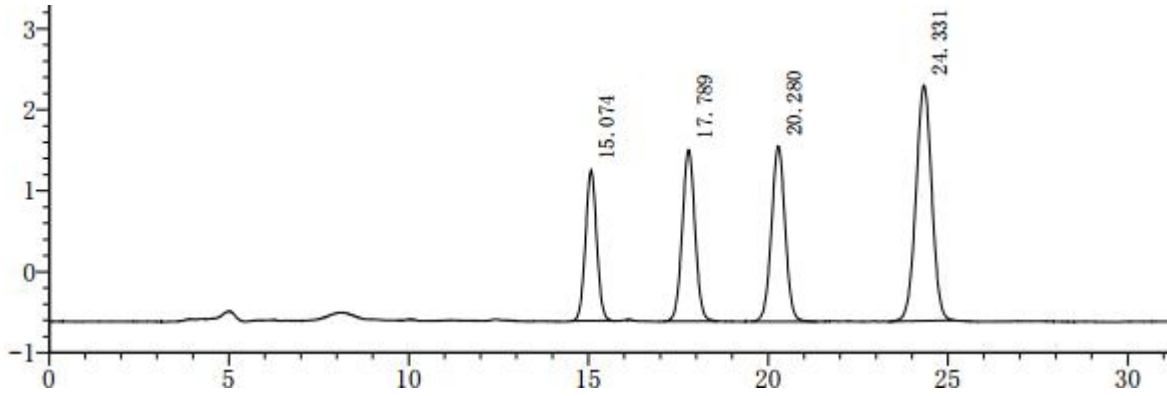
邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

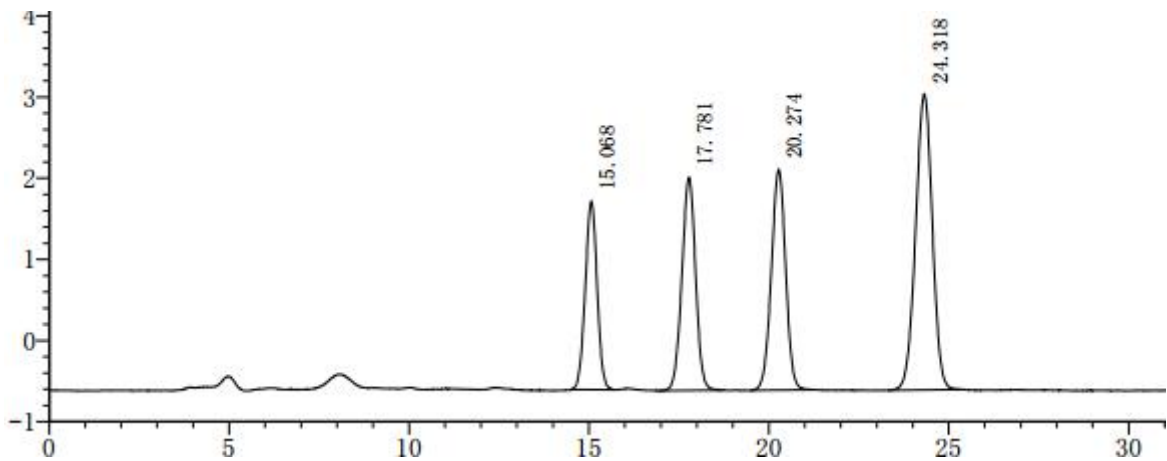
Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.074	40233	1858	10966	--	1.030
2		17.789	52463	2118	11883	4.419	1.022
3		20.280	57196	2164	13653	3.699	1.016
4		24.331	88960	2907	14519	5.395	0.998
总计			238852	9047			

(4) 标准曲线谱图 4 (进样 20 $\mu$ l) :



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.068	53216	2321	9729	--	0.994
2		17.781	69529	2623	10321	4.139	0.984
3		20.274	75291	2719	12336	3.485	0.987
4		24.318	118242	3647	12827	5.090	0.980
总计			316278	11309			

(5) 标准曲线谱图 5 (进样 25 $\mu$ l) :

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

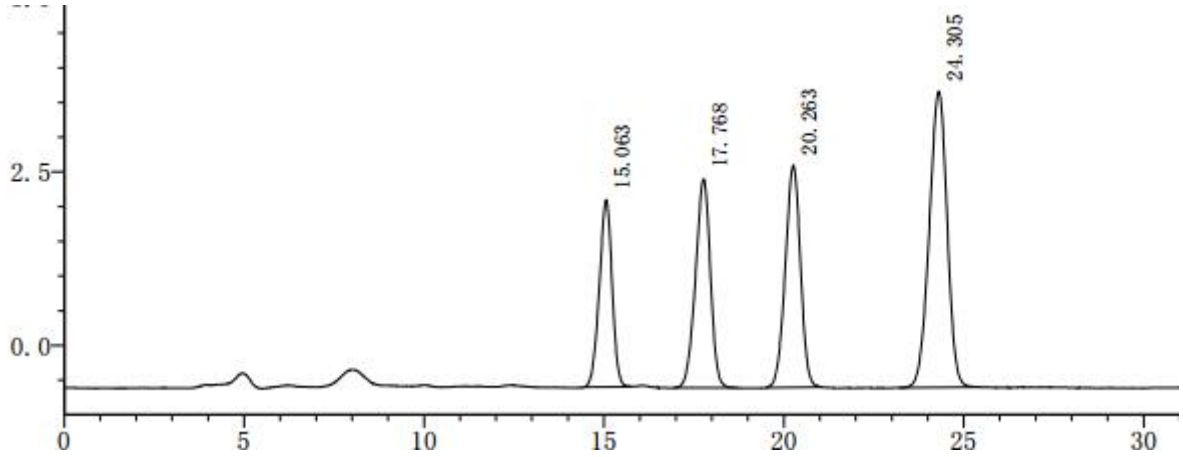
邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

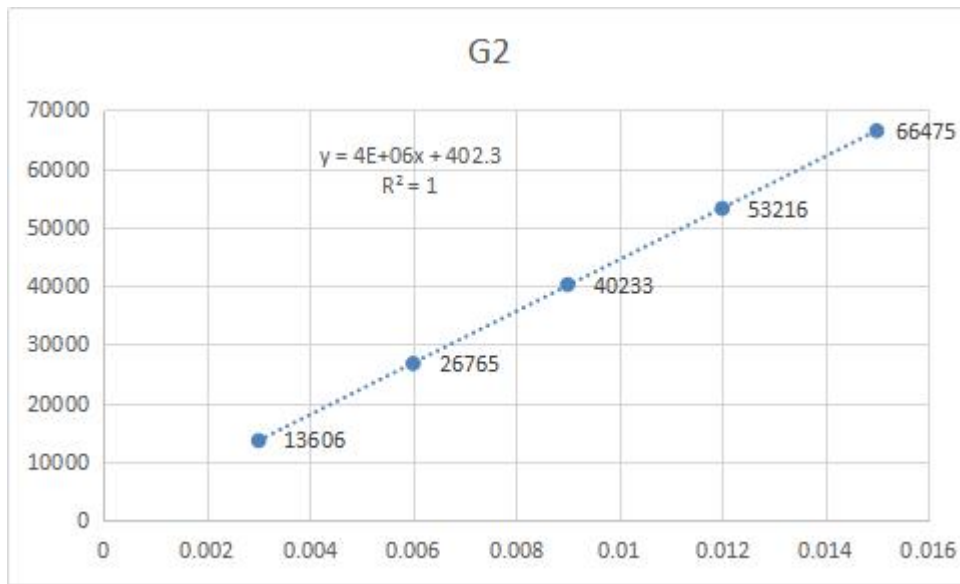
Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.063	66475	2696	8383	--	0.941
2		17.768	86606	3008	8567	3.794	0.929
3		20.263	93671	3198	10800	3.223	0.959
4		24.305	147855	4269	11117	4.749	0.953
总计			394607	13170			

根据以上色谱图数据, 绘制 G2G1、B2、B1 四种物质进样量与峰面积的标准曲线, 如下:



声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼

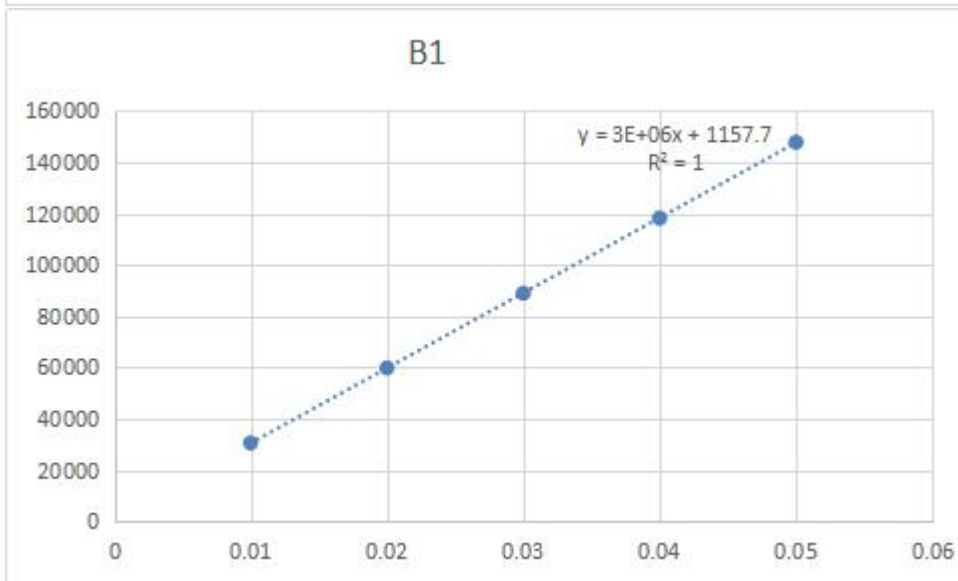
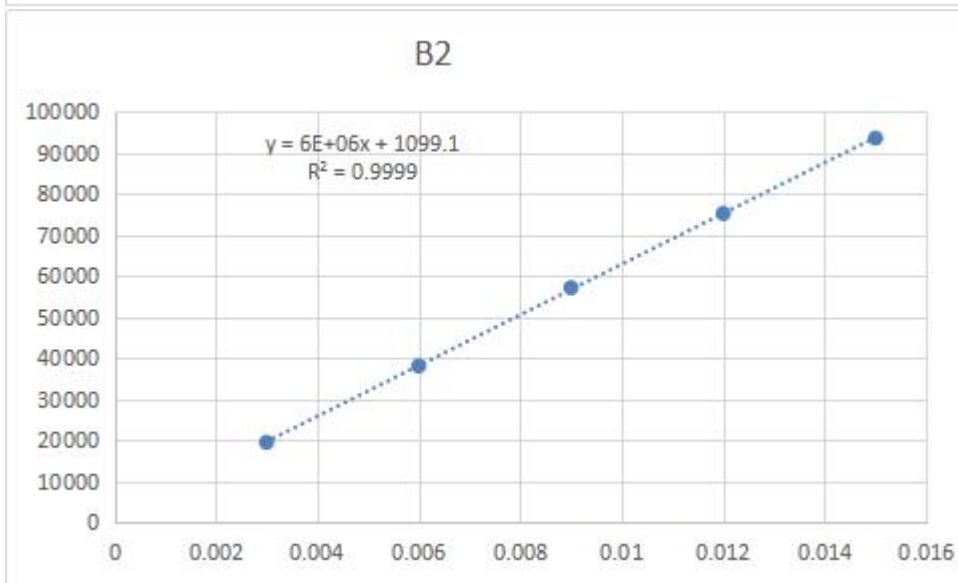
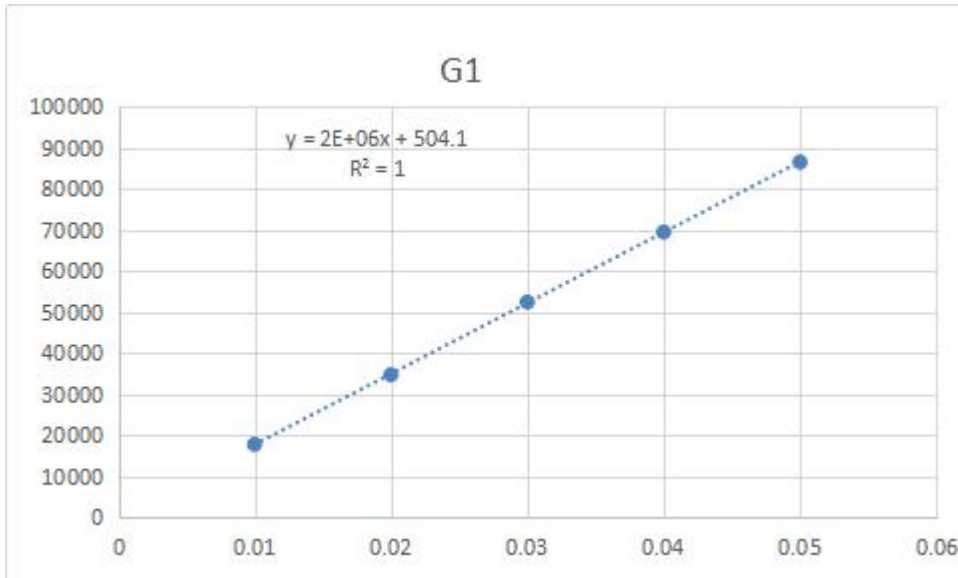
邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com



声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

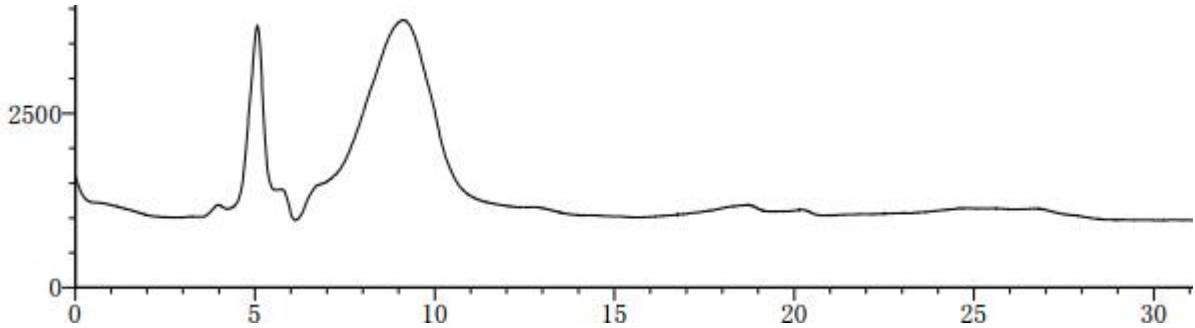
邮编: 321000

Tel:400-810-6969

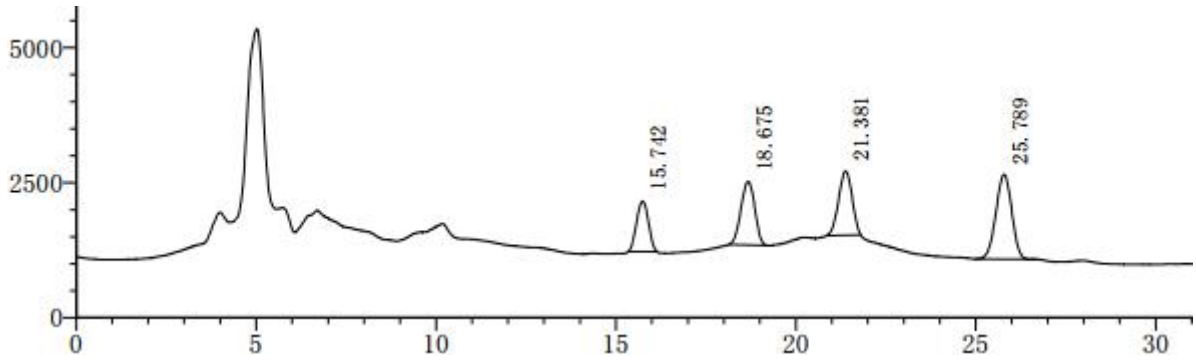
E-mail:yanzhichen@welchmat.com

## 2. 中药材样品溶液谱图:

### (1) 制元胡样品:

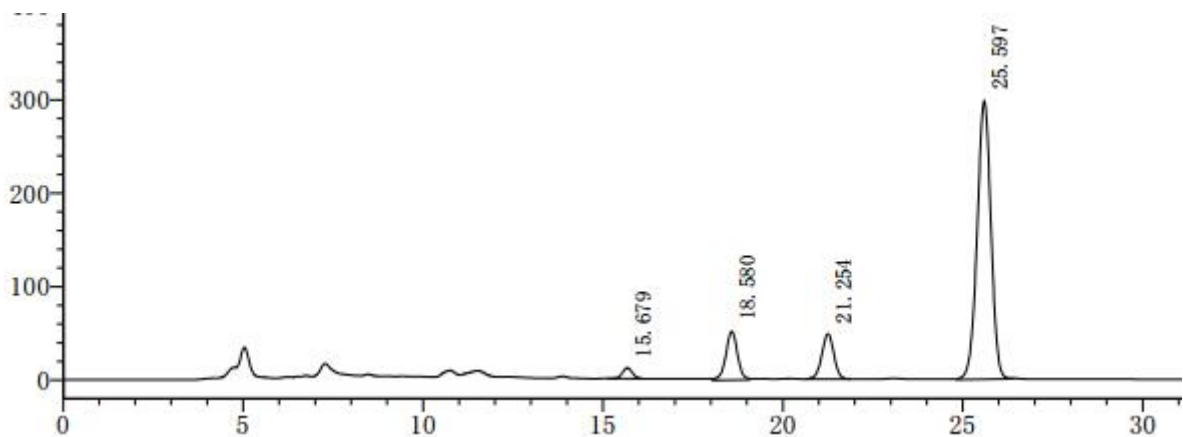


### (2) 制元胡样品加标:



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1	G2	15.742	21347	934	10274	--	0.996
2	G1	18.675	31436	1174	10806	4.379	0.961
3	B2	21.381	30829	1183	14626	3.796	0.944
4	B1	25.789	48122	1567	15752	5.765	0.968
总计			131733	4858			

### (3) 九香虫样品:



声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

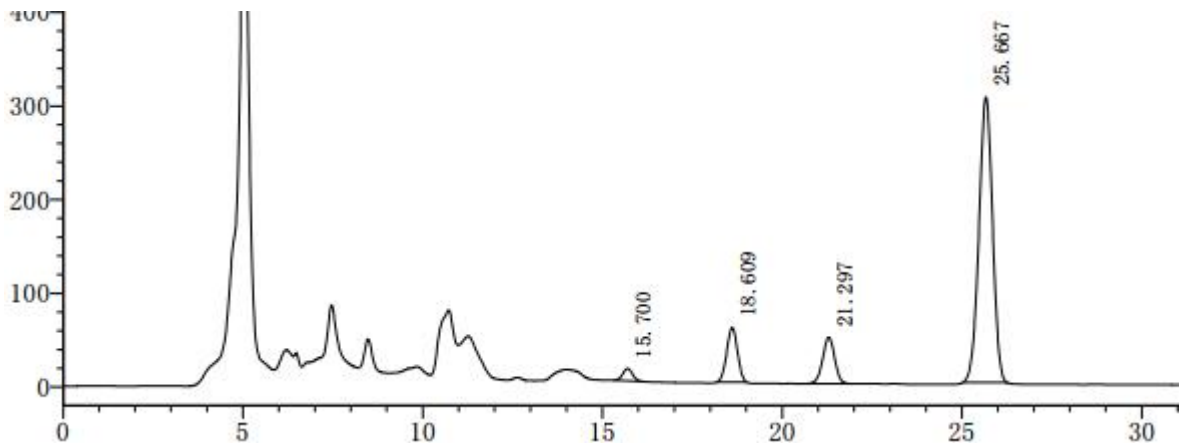
邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1		15.679	221273	11439	14781	--	1.027
2		18.580	1180867	52208	16179	5.273	0.972
3		21.254	1121169	48328	19109	4.459	0.977
4		25.597	7948922	297981	21199	6.590	0.968
总计			10472232	409956			

(4) 九香虫样品加标:



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	拖尾因子
1	G2	15.700	240379	12891	15356	--	1.028
2	G1	18.609	1213275	58313	17550	5.444	0.985
3	B2	21.297	1148089	49487	19103	4.562	0.979
4	B1	25.667	8000214	304394	21487	6.638	0.968
总计			10601957	425085			

● 结论总结:

中药中黄曲霉毒素测定结果汇总表

中药品种	加标水平	加标回收率 (%)			
		G2	G1	B2	B1
制元胡	B1:1.0μg/kg	116.36	103.11	118.25	109.49
	B2:0.3μg/kg				
九香虫	G1:1.0μg/kg	103.91	106.35	103.77	116.55
	G1:0.3μg/kg				

报告签字:

测试: 陈艳芝

日期: 2020-08-01

审核: 陈再洁

日期: 2020-08-01

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com