

## 测试报告

| 样品信息 |                |      |                  |
|------|----------------|------|------------------|
| 样品名称 | 决明子            | 编号   | Z20220531-002    |
| 样品重量 | /              | 剂型   | /                |
| 收样日期 | 2022/05/31     | 测试期间 | 2022/08/12-08/16 |
| 样品描述 | /              |      |                  |
| 测试需求 |                |      |                  |
| 测试成分 | 含量测定           |      |                  |
| 参考标准 |                |      |                  |
| 参考标准 | 中国药典 2020 版 一部 | 标样   | 有                |
| 仪器信息 |                |      |                  |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪        | 仪器型号 | 赛默飞 U3000        |

● 色谱条件：

|       |   |            |        |
|-------|---|------------|--------|
| 色谱柱：  | Ultimate <sup>®</sup> Plus C18 (4.6×250mm, 5μm) |            |        |
| 流动相：  | 时间 (min)  | 0.1%磷酸 (%) | 乙腈 (%) |
|       | 0   | 60         | 40     |
|       | 15  | 60         | 40     |
|       | 30  | 10         | 90     |
|       | 40  | 10         | 90     |
| 检测波长： | 284nm   |            |        |
| 柱温：   | 25℃   |            |        |
| 流速：   | 1.0ml/min                                       |            |        |
| 进样量：  | 10μL  |            |        |
| 注意事项： | \   |            |        |



● 流动相配置：

0.1%磷酸：取 1mL 磷酸加入 1000mL 娃哈哈水中，混匀，抽滤，超声脱气，即得。

乙腈：取色谱级乙腈，即得。

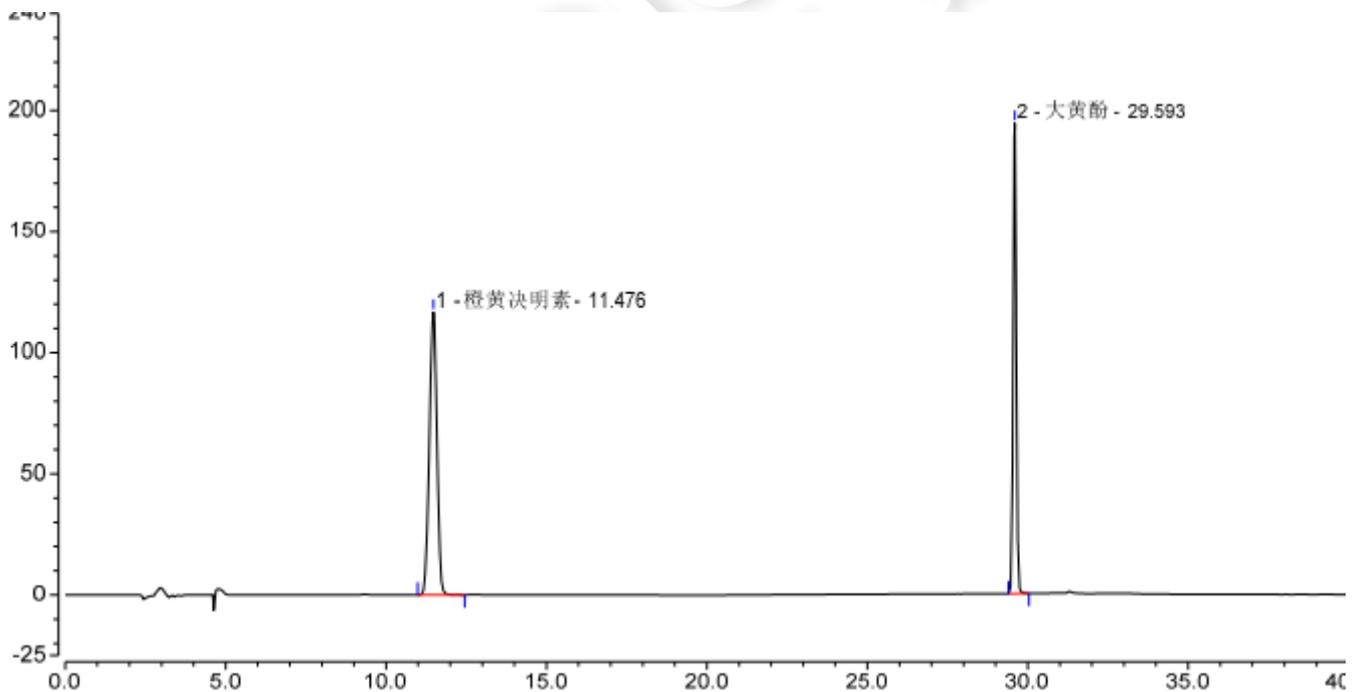
● 样品溶液的配置：

对照品溶液：取大黄酚对照品、橙黄决明素对照品适量，加无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）混合溶液制成每 1mL 含大黄酚 30 $\mu$ g、橙黄决明素 20 $\mu$ g 的混合溶液，即得。

供试品溶液：取本品粉末（过三号筛）约 0.5g，置具塞锥形瓶中，加入甲醇 50mL，加热回流 2 小时，放冷，摇匀，滤过，量取续滤液 25mL，蒸干，加稀盐酸 30mL，置水浴中加热水解 1 小时，立即冷却，用三氯甲烷振摇提取 4 次，每次 30mL，合并三氯甲烷液，回收溶剂至干，残渣用无水乙醇-乙酸乙酯（2:1）混合溶液使溶解，转移至 25mL 量瓶中，并稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

● 谱图和数据

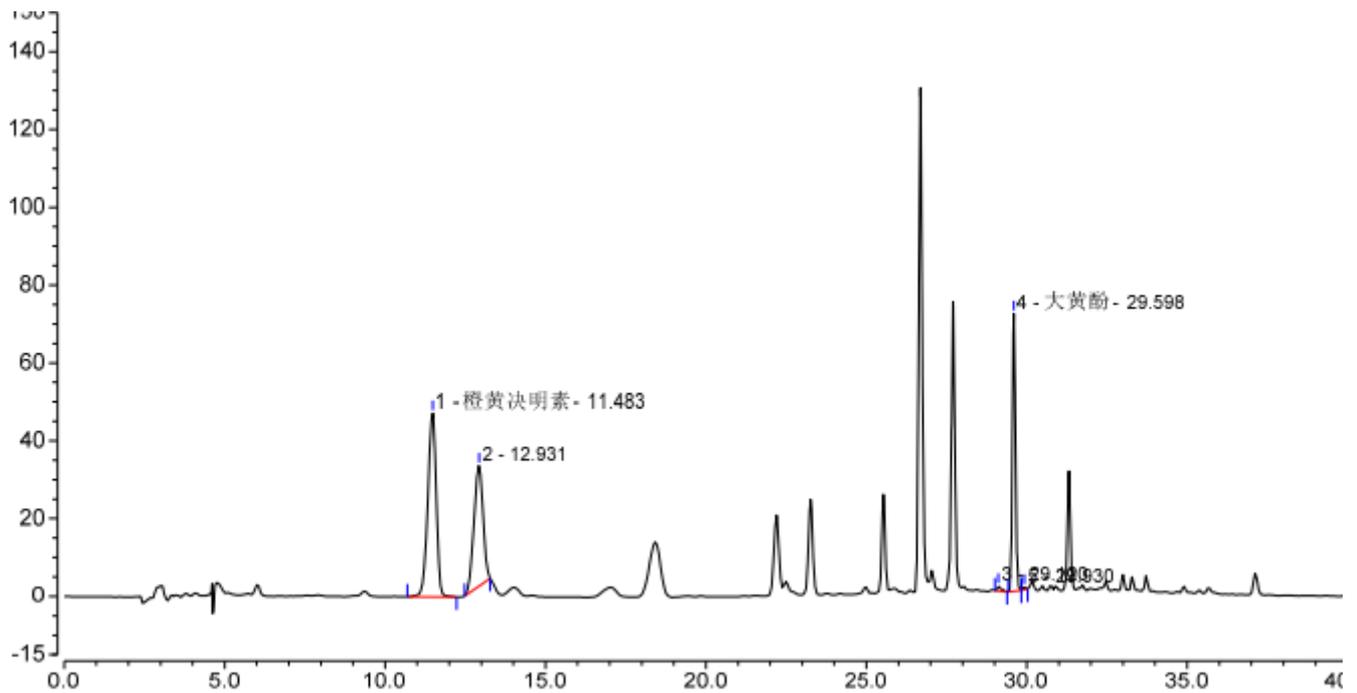
1、对照品溶液



| Integration Results |           |                    |              |            |             |                |                 |
|---------------------|-----------|--------------------|--------------|------------|-------------|----------------|-----------------|
| No.                 | Peak Name | Retention Time min | Area mAU*min | Height mAU | Plates (EP) | Asymmetry (EP) | Resolution (EP) |
| 1                   | 橙黄决明素     | 11.476             | 31.834       | 116.738    | 11019       | 0.97           | 59.03           |
| 2                   | 大黄酚       | 29.593             | 21.999       | 194.183    | 441450      | 1.06           | n.a.            |
| Total:              |           |                    | 53.833       | 310.921    | 452469.00   | 2.03           |                 |



## 2、供试品溶液



| Integration Results |           |                    |               |                |                   |                |                 |
|---------------------|-----------|--------------------|---------------|----------------|-------------------|----------------|-----------------|
| No.                 | Peak Name | Retention Time min | Area mAU*min  | Height mAU     | Plates (EP)       | Asymmetry (EP) | Resolution (EP) |
| 1                   | 橙黄决明素     | 11.483             | 14.408        | 47.235         | 9204              | 0.88           | 2.86            |
| 2                   |           | 12.931             | 10.284        | 30.980         | 9318              | 0.92           | 44.84           |
| 3                   |           | 29.120             | 0.177         | 1.222          | 383487            | 1.81           | 2.63            |
| 4                   | 大黄酚       | 29.598             | 8.000         | 71.355         | 448579            | 1.08           | 2.03            |
| 5                   |           | 29.930             | 0.059         | 0.658          | 630423            | 1.04           | n.a.            |
| <b>Total:</b>       |           |                    | <b>32.927</b> | <b>151.449</b> | <b>1481011.00</b> | <b>5.72</b>    |                 |

## ● 结论

用 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5µm), 在此色谱条件下测定, 能满足检测的要求。

