

蒸发光散射检测器中药材专项应用

序 言

安徽皖仪科技股份有限公司是一家以国际化视野、按国际化标准运营的全球分析仪器专业供应商，主导产品涵盖色谱、光谱、质谱类及医用分析仪器。

皖仪科技按照国际化标准组建世界级产品研发平台，构建高品质、高标准、持续创新、全球同步的产品研发体系，并于 2012 年 1 月成立“博士后科研工作站”。2019 年 6 月建立“企业院士工作站”。公司坚持“完美产品”的制造理念，整合全球领先的制造资源，器件采购全球化，生产制造社会化，为客户提供国际品质的产品。皖仪科技以国际化的视野进行管理和运营，在集成产品开发（IPD）、集成供应链（ISC）、人力资源管理、财务管理和质量控制等方面进行深刻变革，建立了基于 IT 的管理体系，积极适应国际竞争。

皖仪科技秉承“品质皖仪 服务皖仪”的企业精神，致力于打造一个在分析仪器领域具有较强国际竞争力的企业，成为富有社会责任感、受人尊敬的中国企业典范！

《蒸发光散射检测器——中药专项应用（第一版）》的建立和编辑是根据 2015 年版中国药典编制大纲的要求，由皖仪科技应用开发中心的工程师针对中国药典中中药材和中药饮片的部分品种，建立的药品检查、含量测定的高效液相色谱分析方法；包括对照品的配制、样品的前处理方法，高效液相色谱仪的仪器条件，对照品及实际样品的液相色谱图，重复性数据，以及实验中可能存在的注意事项等。旨在为正在或有意愿使用皖仪高效液相色谱仪的用户提供参考和帮助。

如若您对该谱图集中的某些内容存在疑问或者建议，欢迎致电：

应用开发中心：0551-62521516；

感谢您长期以来对皖仪科技的关怀和支持，我们将秉承“品质皖仪 服务皖仪”的企业精神，努力给您提供服务和支持、为您创造价值，为社会创造价值。



蒸发光散射检测器中药专项应用手册

目 录

- 一、桔梗中桔梗皂苷 D 的含量测定
- 二、黄芪中黄芪甲苷的含量测定
- 三、地肤子中地肤子皂苷 Ic 的含量测定
- 四、山银花中绿原酸、灰毡毛忍冬皂苷乙、川续断皂苷乙的含量测定
- 五、路路通中路路通酸的含量测定
- 六、商陆中商陆皂苷甲的含量测定
- 七、急性子中凤仙萜四醇皂苷 K 和凤仙萜四醇皂苷 A 的含量测定
- 八、知母中知母皂苷 B II 的含量测定
- 九、酸枣仁中酸枣仁皂苷 A 的含量测定
- 十、益母草中的盐酸水苏碱的含量测定
- 十一、 马鞭草中齐墩果酸、熊果酸的含量测定
- 十二、 四季青中长梗冬青苷的含量测定
- 十三、 薏苡仁中甘油三油酸酯的含量测定及薏苡仁油对照品提取物指纹谱图

一、桔梗中桔梗皂苷 D 的含量测定

桔梗科植物桔梗 *Platycodon grandiflorum* (Jacq.) A.DC.干燥根。春、秋二季采挖，洗净，除去须根，趁鲜剥去外皮或不去外皮，干燥。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

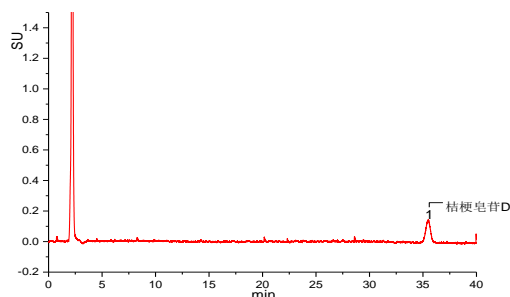
色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈：水=25：75
柱温	40°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	50

3. 样品制备

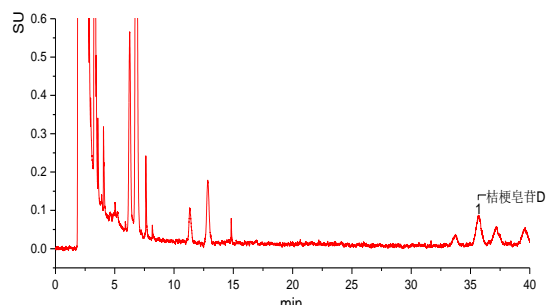
对照品制备：取桔梗皂苷 D 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

供试品制备：取本品粉末（过二号筛）约 2g，精密称定，精密加入 50% 甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 50% 甲醇补足缺失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 25ml，置水浴上蒸干，残渣加水 20ml，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 3 次，每次 20ml，合并正丁醇液，用氨试液 50ml 洗涤，弃去氨液，再用正丁醇饱和的水 50ml 洗涤，弃去水液，正丁醇液蒸干，残渣加甲醇 3ml 使溶解，加硅胶 0.5g 拌匀，置水浴上蒸干，加于硅胶柱[100~120 目，10g，内径为 2cm，用三氯甲烷-甲醇（9：1）混合溶液湿法装柱]上，以三氯甲烷-甲醇（9:1）混合溶液 50ml 洗脱，弃去洗脱液，再用三氯甲烷-甲醇-水（60:20：3）混合溶液 100ml 洗脱，弃去洗脱液，继用三氯甲烷-甲醇-水（60:29:6）混合溶液 100ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，即得。

4. 测试结果



10μl 进样量对照品检测谱图



10μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

序号	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	桔梗皂苷 D	35.272	16.021	0.495	--	26709	0
供试品	桔梗皂苷 D	35.336	7.803	0.242	--	26767	0

备注：无

二、黄芪中黄芪甲苷的含量测定

本品为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus*(Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao 或膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. 的干燥根。春、秋二季采挖，除去须根和根头，晒干。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

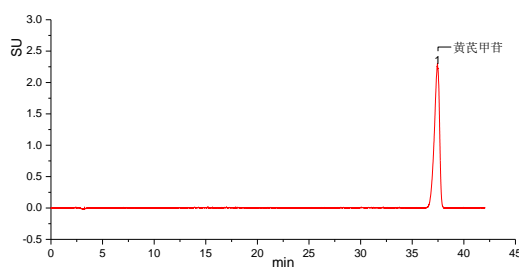
仪器配置		色谱条件			
M-P3100S 二元高压梯度泵		色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
ELSD 3100		流速	1.0ml/min	流动相	乙腈: 水=32: :68
CT3100 全温度柱温箱		柱温	40℃	检测室温度	50℃
AS3200 自动进样器		蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
		气体流量	0.8SLM	增益	50

3. 样品制备

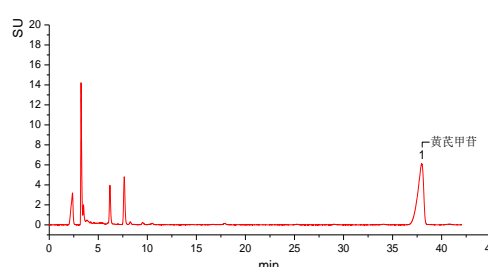
对照品制备: 取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液，即得。

供试品制备: 备取本品中粉约 4g，精密称定，置索氏提取器中，加甲醇 40ml，冷浸过夜，再加甲醇适量，加热回流 4 小时，提取液回收溶剂并浓缩至干，残渣加水 10ml，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取 4 次，每次 40ml，合并正丁醇液，用氨试液充分洗涤 2 次，每次 40ml，弃去氨液，正丁醇液蒸干，残渣加水 5 ml 使溶解，放冷，通过 D 10 1 型大孔吸附树脂柱（内径为 1.5cm，柱高为 12cm），以水 50ml 洗脱，弃去水液，再用 40% 乙醇 30ml 洗脱，弃去洗脱液，继用 70% 乙醇 80ml 洗脱，收集洗脱液，蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至 5 ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得。

4. 测试结果



20μl 进样量对照品检测谱图



20μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	黄芪甲苷	37.126	25.06	0.778	--	30625	0
供试品	黄芪甲苷	37.965	219.592	5.613	--	21500	15.007

备注: 无

三、地肤子中地肤子皂苷 Ic 的含量测定

本品为藜科植物地肤 *Kochia scoparia* (L.) Schrad. 的干燥成熟果实。秋季果实成熟时采收植株，晒干，打下果实，除去杂质。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

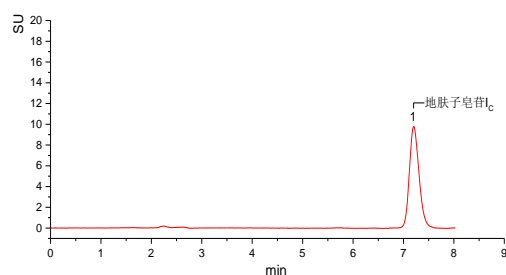
仪器配置		色谱条件			
M-P3100S 二元高压梯度泵		色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
ELSD 3100		流速	1.0ml/min	流动相	乙腈: 水: 冰醋酸 =85:15:0.2
CT3100 全温度柱温箱		柱温	35°C	检测室温度	50°C
AS3200 自动进样器		蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
		气体流量	0.4SLM	增益	50

3. 样品制备

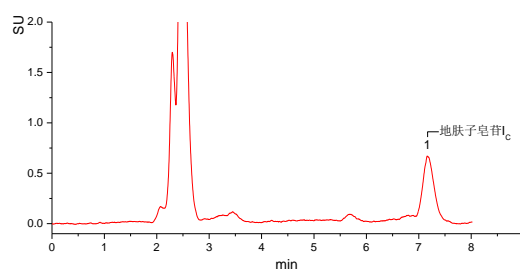
对照品制备: 取地肤子皂苷 Ic 对照品适量, 精密称定, 加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液, 即得。

供试品制备: 取本品粉末 (过三号筛) 约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 放置过夜, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

5. 测试结果



10μl 进样量对照品检测谱图



10μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	地肤子皂苷 Ic	7.215	125.627	9.464	--	6807	172.158
供试品	地肤子皂苷 Ic	7.218	22.273	1.666	--	7087	0

备注: 无

四、山银花中绿原酸、灰毡毛忍冬皂苷乙、川续断皂苷乙的含量测定

本品为忍冬科植物灰毡毛忍冬 *Lonicera macranthoides* Hand.-Mazz.、红腺忍冬 *Lonicera hypoglauca* Miq.、华南忍冬 *Lonicera confusa* DC.或黄褐毛忍冬 *Lonicera fulvotomentosa* Hsu et S.C.Cheng 的干燥花蕾或带初开的花。夏初花开放前采收，干燥。



1.参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2.色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈 (A) : 0.4% 醋酸 (B)
柱温	35°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	50

仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

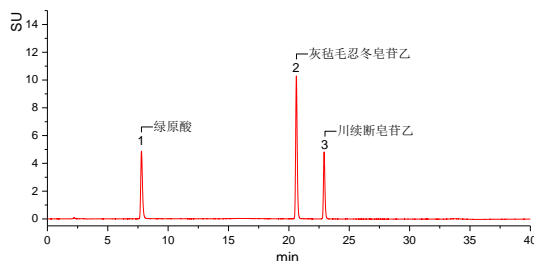
梯度洗脱程序		
时间 (分钟)	流动相 A% (乙腈)	流动相 B% (0.4%醋酸溶液)
0~10	11.5→15	88.5→85
10~12	15→29	85→71
12~18	29→33	71→67
18~30	33→45	67→55

3.样品制备

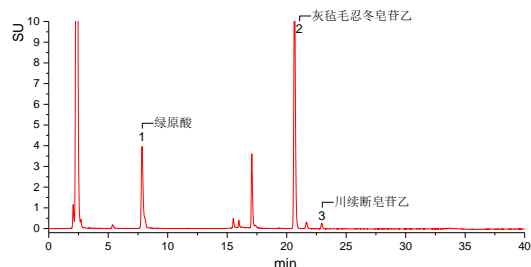
对照品制备: 取绿原酸对照品、灰毡毛忍冬皂苷乙对照品、川续断皂苷乙对照品适址, 精密称定, 加 50% 甲醇制成每 1ml 含绿原酸 0.5mg、灰毡毛忍冬皂苷乙 0.6mg、川续断皂苷乙 0.2mg 的混合溶液即得。

供试品制备: 取本品粉末 (过四号筛) 约 0.5g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 50ml, 称定重量, 超声处理 (功率 300W, 频率 40kHz) 40 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

4.测试结果



10μl 进样量对照品检测谱图



10μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	灰毡毛忍冬皂苷乙	20.621	91.572	10.277	10.234	126617	1.647
	川续断皂苷乙	22.918	40.692	4.829	--	178253	1.941
供试品	灰毡毛忍冬皂苷乙	20.658	115.08	12.699	10.017	122797	1.634
	川续断皂苷乙	22.946	2.374	0.275	--	172232	1.926

备注：山银花中绿原酸的检测为紫外检测器检测，此处标注只作为参考。

五、路路通中路路通酸的含量测定

本品为金缕梅科植物枫香树 *Liquidambar formosana* Hance 的干燥成熟果序。冬季果实成熟后采收，除去杂质，干燥。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	甲醇: 水: 冰醋酸 =87:13:0.1
柱温	35°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	50

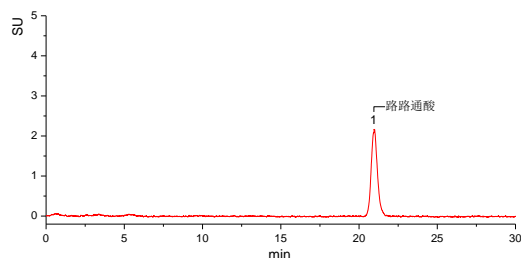
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3. 样品制备

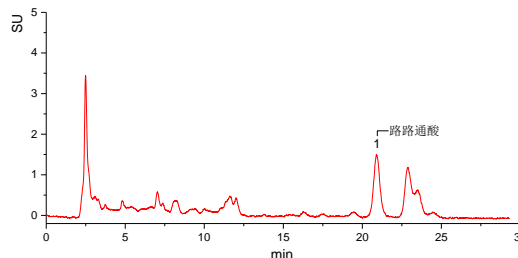
对照品制备: 取路路通酸对照品适量，精密称定，置棕色量瓶中，加无水乙醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，即得。

供试品制备: 取本品粉末（过三号筛）约 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入无水乙醇 20ml，称定重量，超声处理 15 分钟，放冷，再称定重量，用无水乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 10ml，蒸干，残渣加无水乙醇溶解，转移至 2ml 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4. 测试结果



5μl 进样量对照品检测谱图



5μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	路路通酸	20.971	59.123	2.162	--	13777	0
供试品	路路通酸	20.944	41.547	1.472	2.864	12835	7.4

备注: 无

六、商陆中商陆皂苷甲的含量测定

本品为商陆科植物商陆 *Phytolacca acinosa* Roxb.或垂序商陆 *Phytolacca americana* L.的干燥根。秋季至次春采挖，除去须根和泥沙，切成块或片，晒干或阴干。



1.参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2.色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	甲醇：0.4%冰醋酸=70:30
柱温	35℃	检测室温度	50℃
蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
气体流量	0.4SLM	增益	50

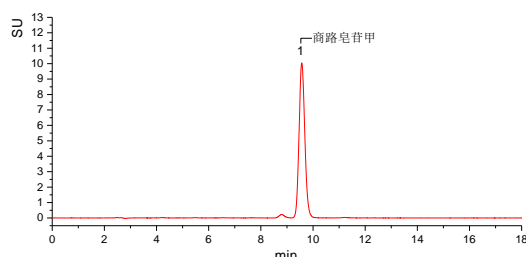
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3.样品制备

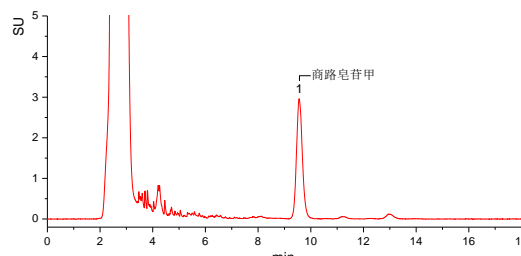
对照品制备：取商陆皂苷甲对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

供试品制备：取本品粉末（过三号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入稀乙醇 25ml，称定重量，超声处理（功率 500W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用稀乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4. 测试结果



20μl 进样量对照品检测谱图



20μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	商陆皂苷甲	9.565	153.504	10.039	--	9005	0
供试品	商陆皂苷甲	9.587	46.139	3.069	--	9530	0

备注：无

七、急性子中凤仙萜四醇皂苷 K 和凤仙萜四醇皂苷 A 的含量测定

本品为凤仙花科植物凤仙花 *Impatiens balsamina* L. 的干燥成熟种子。夏、秋季果实即将成熟时采收，晒干，除去果皮和杂质。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈: 水 (梯度洗脱)
柱温	35°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	20

仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

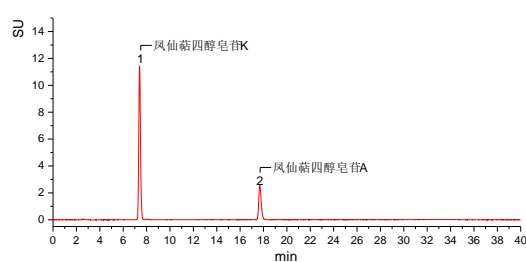
梯度洗脱程序		
时间 (分钟)	流动相 A% (乙腈)	流动相 B% (水)
0~15	24→28	76→72
15~25	28	72
25~30	28→40	72→60

3. 样品制备

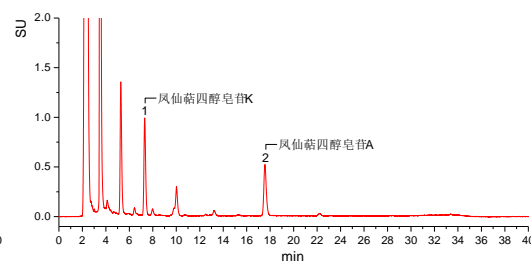
对照品制备: 取凤仙萜四醇皂苷 K 对照品、凤仙萜四醇皂苷 A 对照品适量，精密称定，加甲醇分别制成每 1ml 各含凤仙萜四醇皂苷 K 0.5mg、凤仙萜四醇皂苷 A 0.25mg 的溶液，即得。

供试品制备: 取本品粉末 (过三号筛) 约 1g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚 (60~90°C) 适量，加热回流 2 小时，弃去石油醚，药渣挥去溶剂，转移至具塞锥形瓶中，精密加入 80% 甲醇 50ml，称定重量，加热回流 1 小时，放冷，再称定重量，用 80% 甲醇补足缺失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 20ml，回收溶剂至干，残渣加甲醇适量使溶解并转移至 2ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

5. 测试结果



15μl 进样量对照品检测谱图



10μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	凤仙萜四醇皂苷 K	7.428	20.565	2.086	32.666	13316	1.76
	凤仙萜四醇皂苷 A	17.707	5.438	0.38	15.003	36282	5.578
供试品	凤仙萜四醇皂苷 K	7.312	9.862	0.979	2.539	12515	2.214
	凤仙萜四醇皂苷 A	17.555	7.46	0.516	17.812	35691	6.717

备注: 无

八、知母中知母皂苷 B II 的含量测定

本品为百合科植物知母的干燥根茎。春、秋二季采挖，除去须根和泥沙，晒干，习称“毛知母”；或除去外皮，晒干。



1.参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2.色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	辛烷基硅烷键合硅胶柱，4.6×250mm，5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈：水=25:75
柱温	30℃	检测室温度	50℃
蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
气体流量	0.8SLM	增益	50

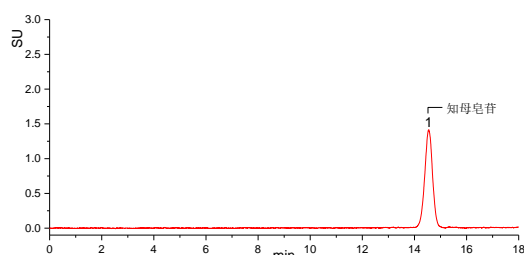
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3.样品制备

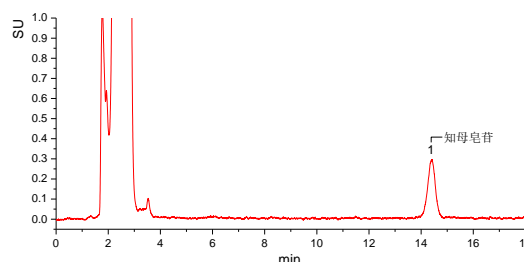
对照品制备：取知母皂苷 B II 对照品适量，精密称定，加 30%丙酮制成每 1ml 含 0.50mg 的溶液，即得。

供试品制备： 备取本品粉末（过三号筛）约 0.15g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 30%丙酮 25ml，称定重量，超声处理（功率 400W，频率 40kHz）30 分钟，取出，放冷，再称定重量，用 30%丙酮补足减失的重量，摇匀。滤过，取续滤液，即得。

4.测试结果



10μl 进样量对照品检测谱图



8μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	知母皂苷	14.413	28.687	1.375	--	11090	0
供试品	知母皂苷	14.33	5.878	0.291	--	11380	7.088

备注：无

九、酸枣仁中酸枣仁皂苷 A 的含量测定

本品为鼠李科植物酸枣 *Ziziphus jujuba* Mill. var. *spinosa* (Bunge) H. F. Chou 的干燥成熟种子。秋末冬初采收成熟果实，除去果肉和核壳，收集种子，晒干。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈：水（梯度洗脱）
柱温	40℃	检测室温度	50℃
蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
气体流量	0.8SLM	增益	50

仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

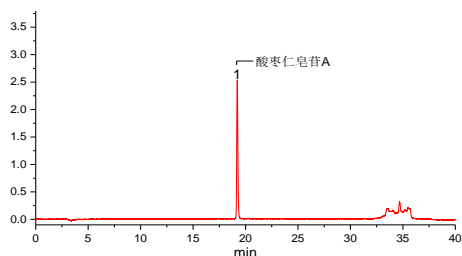
梯度洗脱程序		
时间（分钟）	流动相 A%（乙腈）	流动相 B%（水）
0~15	20→40	80→60
15~28	40	60
28~30	40→70	60→30
30~32	70→100	30→0

3. 样品制备

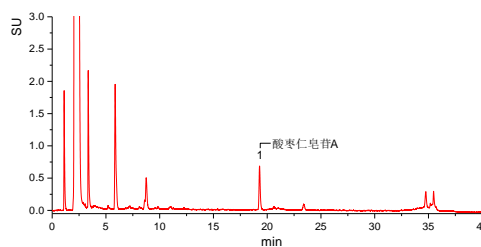
对照品制备：取酸枣仁皂苷 A 对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 0.1 mg 的溶液，即得。

供试品制备：取本品粉末（过四号筛）约 1g，精密称定，置索氏提取器中，加石油醚（60~90℃）适量，加热回流 4 小时，弃去石油醚液，药渣挥去溶剂，转移至锥形瓶中，加入 70%乙醇 20ml，加热回流 2 小时，滤过，滤渣用 70%乙醇 5 ml 洗涤，合并洗液与滤液，回收溶剂至干，残渣加甲醇溶解，转移至 5 ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4. 测试结果



20μl 进样量对照品检测谱图



10μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	酸枣仁皂苷 A	19.342	18.84	2.513	--	157347	0
供试品	酸枣仁皂苷 A	19.374	6.101	0.749	38.672	139700	16.376

十、益母草中的盐酸水苏碱的含量测定

本品为唇形科植物益母草 *Leonurus japonicus* Houtt. 的新鲜或干燥地上部分。鲜品春季幼苗期至初夏花前期采割；干品夏季茎叶茂盛、花未开或初开时采割，晒干，或切段晒干。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	丙基酰胺键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈: 0.2%冰醋酸 溶液=80:20
柱温	35℃	检测室温度	50℃
蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
气体流量	0.4SLM	增益	50

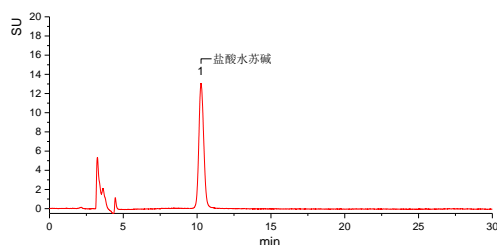
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3. 样品制备

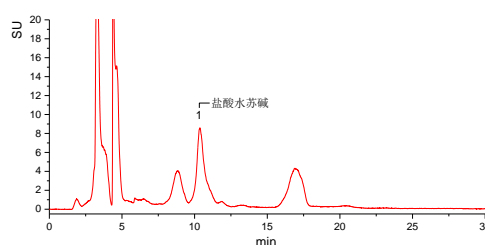
对照品制备：取盐酸水苏碱对照品适量，精密称定，加 70% 乙醇制成每 1ml 含 0.5mg 的溶液，即得。

供试品制备：取本品粉末（过三号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 25ml，称定重量，加热回流 2 小时，放冷，再称定重量，用 70% 乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4. 测试结果



10μl 进样量对照品检测谱图



20μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	盐酸水苏碱	10.267	298.831	13.002	--	4583	0
供试品	盐酸水苏碱	10.369	299.469	7.933	--	2324	0

备注：无

十一、马鞭草中齐墩果酸、熊果酸的含量测定

本品为马鞭草科植物马鞭草 *Verbena Officinalis* L.的干燥地上部分。6~8月花开时采割，除去杂质，晒干。



1.参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2.色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	甲醇: 0.2%冰醋酸溶液=85:15
柱温	35°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	50

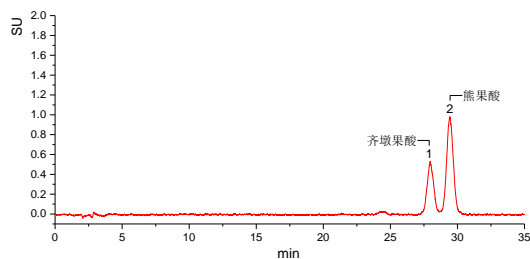
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3.样品制备

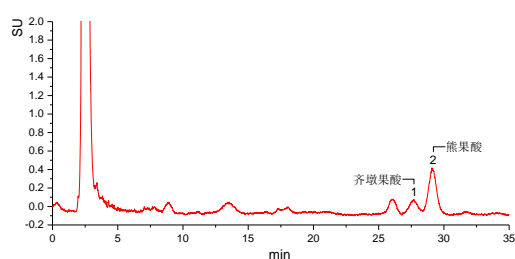
对照品制备: 取齐墩果酸对照品、熊果酸对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1ml 含齐墩果酸 5μg、熊果酸 0.1mg 的混合溶液，即得。

供试品制备: 取本品粉末（过四号筛）约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入无水乙醇 25ml，称定重量，加热回流 4 小时，放冷，再称定重量，用无水乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过。精密量取续滤液 10ml，加 1%氨水溶液 3ml，混匀，用石油醚（30~60°C）振荡提取 3 次，每次 15ml，弃去石油醚液，取乙醇液蒸干，残渣加甲醇溶解，转移至 5ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4.测试结果



20μl 进样量对照品检测谱图



20μl 进样量供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	齐墩果酸	27.649	17.345	0.461	1.351	11637	0
	熊果酸	29.074	35.494	0.891	--	11494	0.052
供试品	齐墩果酸	27.682	4.708	0.127	1.351	10566	13.064
	熊果酸	29.136	18.286	0.464	--	11751	13.802

备注: 无

十二、四季青中长梗冬青苷的含量测定

本品为冬青科植物冬青 *Ilex chinensis* Sims 的干燥叶。秋、冬二季采收，晒干。



1.参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2.色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	甲醇（含 10%异丙醇）：水（含 10%异丙醇）梯度洗脱
柱温	35℃	检测室温度	50℃
蒸发管温度	80℃	雾化器温度	80℃
气体流量	0.4SLM	增益	50

仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

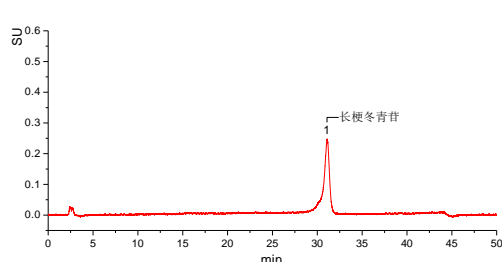
梯度洗脱程序		
时间（分钟）	流动相 A%（甲醇，含 10%异丙醇）	流动相 B%（水，含 10%异丙醇）
0~10	30→35	70→65
10~12	35→43	65→57
12~30	43	57
30~40	43→57	57→43

3.样品制备

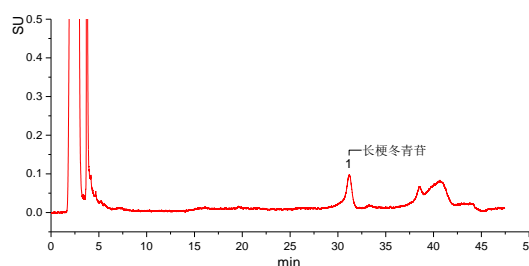
对照品制备：取长梗冬青苷对照品适量，精密称定，加 80%甲醇制成每 1ml 含 0.3mg 的溶液，即得。

供试品制备：取本品粉末（过四号筛）约 1g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 80%甲醇 50ml，称定重量，超声处理（功率 300W，频率 40kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用 80%甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4.测试结果



20μl 进样量对照品检测谱图



20μl 进样量供试品检测谱图

结果数据：

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	长梗冬青苷	31.096	10.357	0.239	--	16366	0
供试品	长梗冬青苷	31.205	2.208	0.07	--	19745	0

备注：无

十三、薏苡仁中甘油三油酸酯的含量测定及薏苡仁油对照品提取物

本品为禾本科植物薏苡 *Coix lacryma-jobi* L.var.*ma-yuen*(Roman.) Stapf 的干燥成熟种仁。秋季果实成熟时采割植株，晒干，打下果实，再晒干，除去外壳、黄褐色种皮和杂质，收集种仁。



1. 参考依据

中华人民共和国药典 2015 年版第一部。

2. 色谱条件及仪器配置

色谱条件			
色谱柱	十八烷基硅烷键合硅胶柱 4.6×250mm, 5μm		
流速	1.0ml/min	流动相	乙腈:二氯甲烷=65:35
柱温	35°C	检测室温度	50°C
蒸发管温度	80°C	雾化器温度	80°C
气体流量	0.4SLM	增益	50

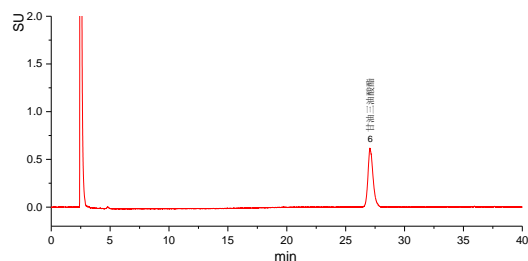
仪器配置
M-P3100S 二元高压梯度泵
ELSD 3100
CT3100 全温度柱温箱
AS3200 自动进样器

3. 样品制备

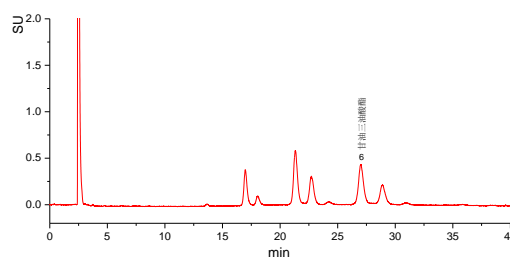
对照品制备: 取甘油三油酸酯对照品适量，精密称定，加流动相制成每 1ml 含 0.14mg 的溶液，即得。

供试品制备: 取本品粉末（过三号筛）约 0.6g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入流动相 50ml，称定重量，浸泡 2 小时，超声处理（功率 300W，频率 50kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用流动相补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

4. 测试结果



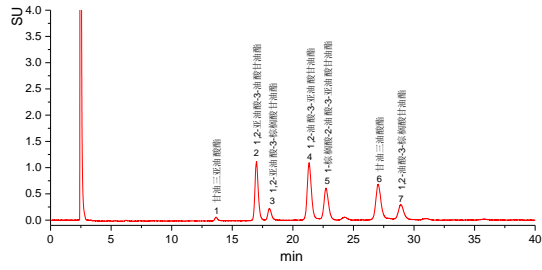
10μl 进样量薏苡仁对照品检测谱图



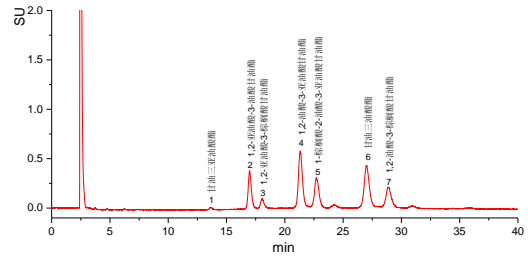
10μl 进样量薏苡仁供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	甘油三油酸酯	27.057	0.035	0.618	--	11713	0
供试品	甘油三油酸酯	27.017	12.74	0.425	--	19367	10.012



10μl 进样量薏苡仁油对照品提取物检测谱图



10μl 进样量薏苡仁供试品检测谱图

结果数据:

样品名称	化合物名	保留时间	峰面积	峰高	分离度	理论塔板数	容量因子
对照品	甘油三亚油酸酯	13.641	1.161	0.071	7.461	17324	0
	1, 2-亚油酸-3-油酸甘油酯	16.993	21.194	1.119	2.123	19717	0.246
	1, 2-亚油酸-3-棕榈酸甘油酯	18.075	4.474	0.222	5.621	18241	0.325
	1, 2-油酸-3-亚油酸甘油酯	21.338	26.283	1.088	2.185	18621	0.564
	1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯	22.751	15.593	0.601	6.048	18542	0.668
	甘油三油酸酯	27.044	18.895	0.664	2.443	20735	0.983
	1, 2-油酸-3-棕榈酸甘油酯	28.898	8.107	0.28	--	22752	1.118
供试品	甘油三亚油酸酯	13.648	0.409	0.024	7.212	15177	0
	1, 2-亚油酸-3-油酸甘油酯	16.973	7.213	0.383	2.118	20076	0.244
	1, 2-亚油酸-3-棕榈酸甘油酯	18.057	1.988	0.095	5.666	17617	0.323
	1, 2-油酸-3-亚油酸甘油酯	21.319	13.183	0.566	2.195	19710	0.562
	1-棕榈酸-2-油酸-3-亚油酸甘油酯	22.725	7.627	0.296	5.923	18249	0.665
	甘油三油酸酯	27.017	12.74	0.425	2.381	19367	0.98
	1, 2-油酸-3-棕榈酸甘油酯	28.909	6.347	0.203	--	20228	1.118

备注: 无

皖仪蒸发光散射检测器



特点

- ◇ 低温蒸发设计，满足热不稳定物质检测需求
- ◇ 全新分流模式，拓展了蒸发光散射检测器应用范围
- ◇ 雾化、蒸发、检测三路独立气流控制，满足不同特性物质分析
- ◇ 进口光电倍增管，确保了极高的灵敏度
- ◇ 全触控 7"液晶屏，操作便捷

主要性能指标

基线噪声	≤0.02 mV (1mV=1SU)
基线漂移	≤0.05 mV/30min (1mV=1SU)
最小检验浓度	≤2.5 ug/mL (国标进样 20uL, 胆固醇/甲醇)
	≤1 ng (直接进样, 葡萄糖)
蒸发气体流量范围	0 ~ 3 SLM
雾化温度范围	室温 ~ 90°C
蒸发温度范围	室温 ~ 110°C
输入气压	4 ~ 7bar
流动相流量范围	0.2 ~ 3mL/min (甲醇)
定量重复性	RSD≤2%