

测试报告

样品信息			
样品名称	蜂蜜	编号	Z20220314-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/5/22	测试期间	2022/5/22-2022/5/23
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	雷公藤甲素		
参考标准			
参考标准	BJS 202108	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Boltimate® C18 Core Shell (2.1×100mm,2.7μm)		
流动相:	时间	流动相 A (0.1%甲酸水溶液)	流动相 B (甲醇)
	0.00	90	10
	0.5	90	10
	4.0	5	95
	6.0	3	97
	6.5	3	97
	7.0	90	10
	10.0	90	10



柱温：	25°C
流速：	0.3 mL/min
进样量：	5μL
注意事项：	/

● 流动相的配置：

流动相 A：取 1 mL 甲酸溶液，加水至 1000 mL，混匀，经 0.22 μm 滤膜抽滤，即得；

流动相 B：取色谱级甲醇，经 0.22 μm 滤膜抽滤，即得。

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，500°C，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：3.0 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
雷公藤甲素	381.2	145.1	30	24	Positive
		105.1		30	
		157.1		28	

● 样品溶液的配置：

称取 2.0135 g 试样，置于 50 mL 离心管中。加入水 4 mL 水与蜂蜜充分混匀，加入乙酸乙酯 15 mL，涡旋振荡 5 min，超声 10 min，以 10000 r/min 离心 5 min，取上清液，沉淀再加入乙酸乙酯 15 mL，重复提取 1 次，合并上清液，旋转蒸发至干，残渣用 2 mL 乙酸乙酯溶解。

净化：

Welchrom® PSA 1g/6 mL 固相萃取柱

活化：6 mL 乙酸乙酯，弃去；

移取：2 mL 乙酸乙酯，过柱，收集；

洗脱：6 mL 乙酸乙酯，收集；



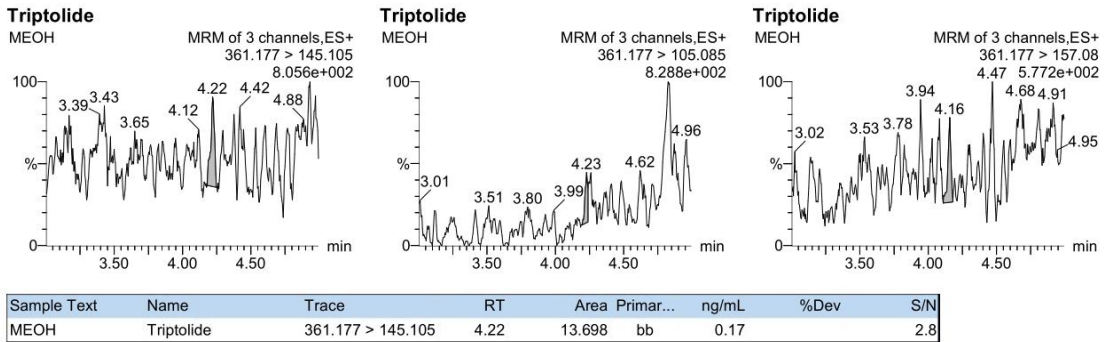
收集洗脱液 50°C 氮吹至干，用甲醇定容至 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，上机。

注：

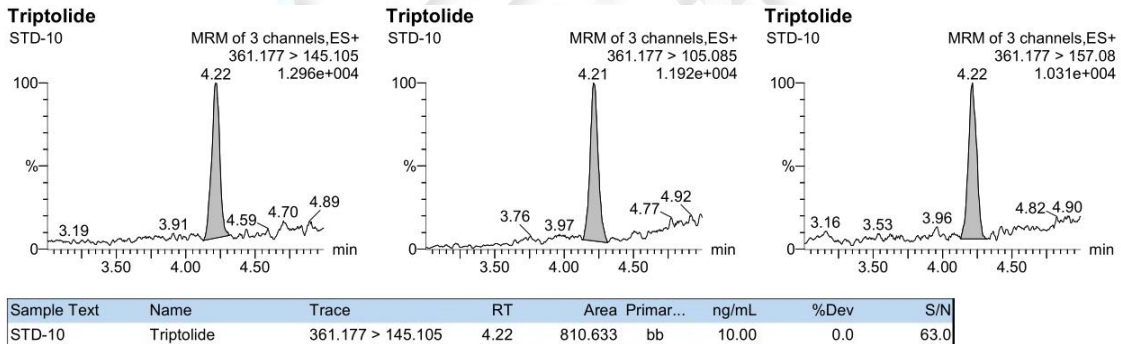
- 1、本次使用的是 Welchrom® PSA 1 g/6 mL 的 SPE 柱，可以使用 500 mg/6 mL 的 SPE 柱代替；
- 2、整个净化过程流速控制在 1 滴/秒；
- 3、加标的机读浓度是雷公藤甲素：10 ng/mL。

● 谱图和数据

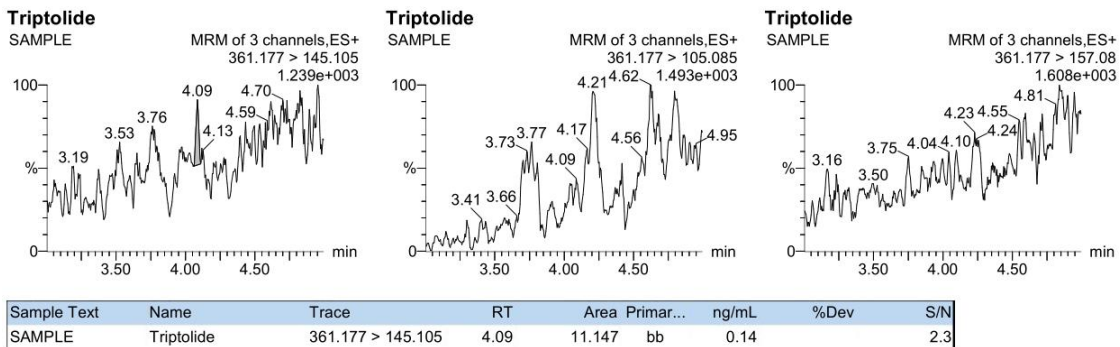
(1) 试剂空白。



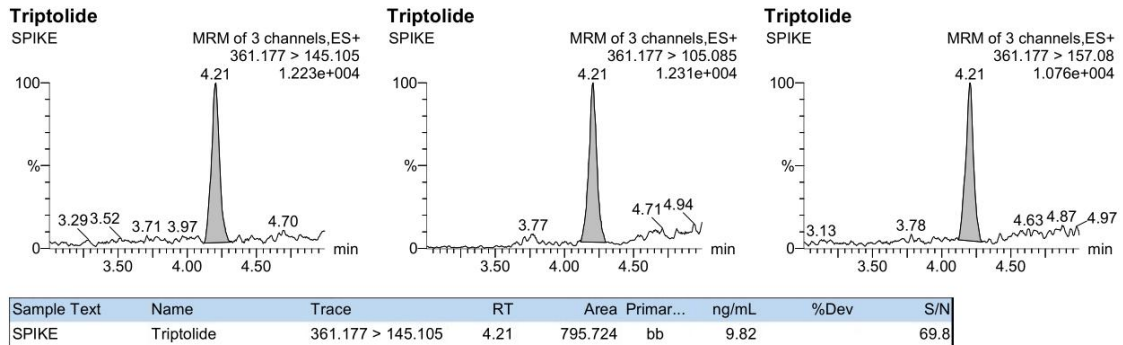
(2) 雷公藤甲素标准品溶液 10 ng/mL。



(3) 蜂蜜本底。



(4) 加标回收: 雷公藤甲素加标浓度 10 ng/mL



● 结论:

化合物	实际浓度 ng/mL	理论浓度 ng/mL	回收率, %
雷公藤甲素	9.82	10.0	98.2

使用 Welchrom® PSA 1 g/6 mL Part Number: 00508-11007 检测蜂蜜中雷公藤甲素, 回收率良好。

日期: 2022/05/23

