

蛹虫草

一、检测方法：

河北省《蛹虫草》中药标准

二、方法提要

试样按药典方法提取后，以甲醇水/甲醇磷酸盐溶液为流动相，使用 C18 为填料的不锈钢色谱柱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

三、试剂和材料

3.1 甲醇 (CH₃OH)：色谱纯

3.2 水：娃哈哈纯净水

3.3 磷酸：分析纯

3.4 磷酸二氢钠：分析纯

3.5 磷酸氢二钠：分析纯

3.6 磷酸盐缓冲液：取 0.01mol/L 磷酸二氢钠 68.5mL，与 0.01 mol/L 磷酸氢二钠 31.5mL 混合 (PH=6.5)

3.7 供试品及对照品由客户提供

四、仪器和装置

4.1 高效液相色谱仪：福立 LC5090 高效液相色谱仪，配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 四元低压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 双波长-紫外检测器。

4.2 色谱柱：Sunniest C18，4.6 mm * 250 mm，粒径为 5.0 μm 和 Sunniest C18-AQ，4.6 mm * 250 mm，粒径为 5.0 μm

4.5 微孔滤膜 0.45 μm。

4.6 一般实验室常用仪器。

五、实验

5.1 仪器条件（河北中药标准）

a) 色谱柱：Sunniest C18-AQ 色谱柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm；

b) 流动相：按下表进行梯度洗脱

时间/min	甲醇/%	水/%
0-40	0-20	100-80
40.1	80	20
50	0	100

c) 流速：1.0 mL/min;

d) 检测器：UV 260 nm;

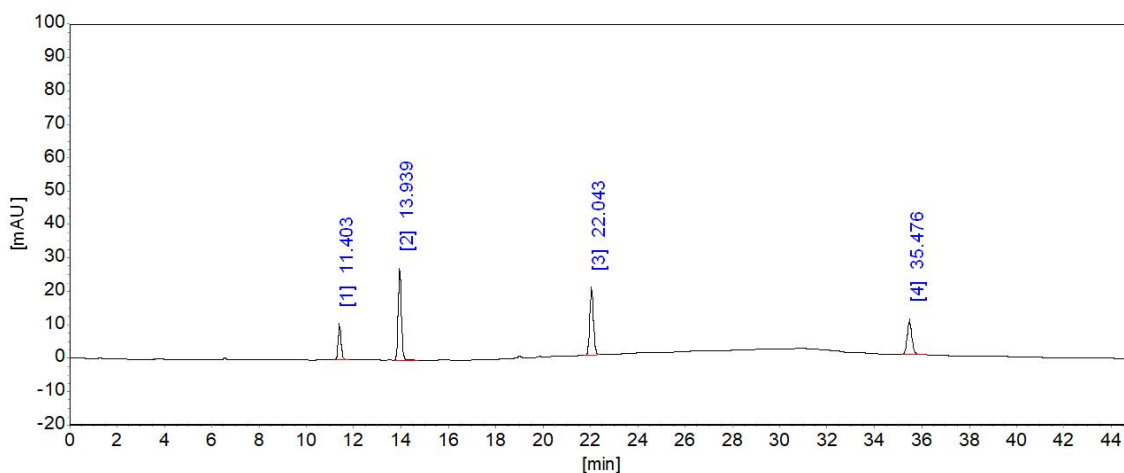
e) 柱温：35℃;

f) 进样量：10 μL

5.2 谱图及数据

5.2.1 特征典型谱图及定性谱图

5.2.1.1 特征谱图



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	腺苷	11.403	9997.4	92100.7	13.1767
2	尿苷	13.939	26645.8	258336.0	36.9596
3	鸟苷	22.043	19377.9	214290.1	30.6580
4	虫草素	35.476	9695.8	134241.9	19.2057
总计：			65716.9	698968.6	100.0000

地址：浙江温岭城东街道百丈南路95号

分析员：陈卿卿

电 话：15657600120

邮编：317500

审核：金迁

日期：2023.09.09.

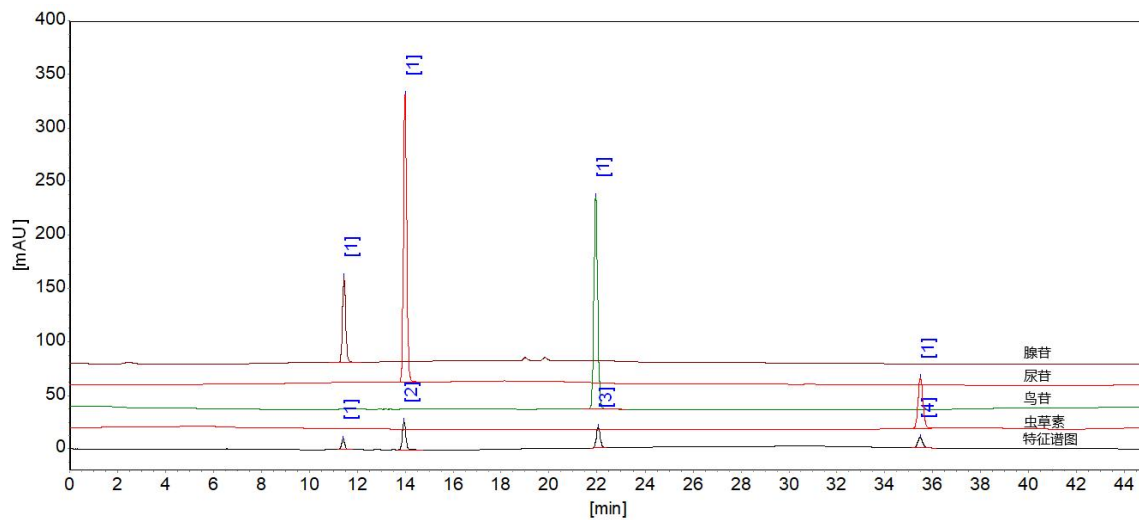
系统评价表

柱长：250mm

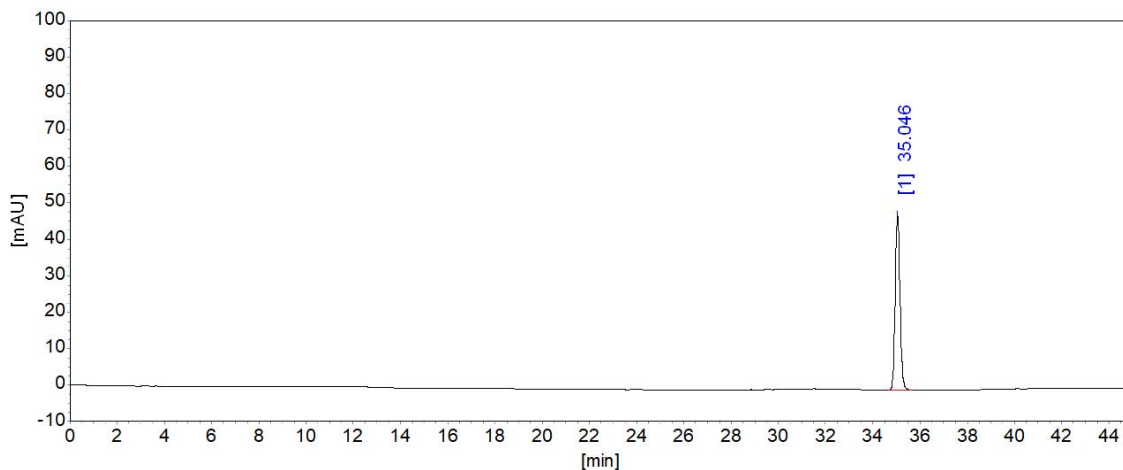
死时间：

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	腺苷	11.403	0.14057	36456	0.000	1.133
2	尿苷	13.939	0.14788	49222	10.377	1.101
3	鸟苷	22.043	0.17090	92162	29.996	1.080
4	虫草素	35.476	0.21333	153201	41.252	1.097

5.2.1.2 定性谱图



5.2.2 对照品溶液典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1	虫草素	35.046	48237.0	676837.6	100.0000
总计：			48237.0	676837.6	100.0000

地址：浙江温岭城东街道百丈南路95号

分析员：陈卿卿

电 话：15657600120

邮编：317500

审核：金迁

日期：2023.09.09.

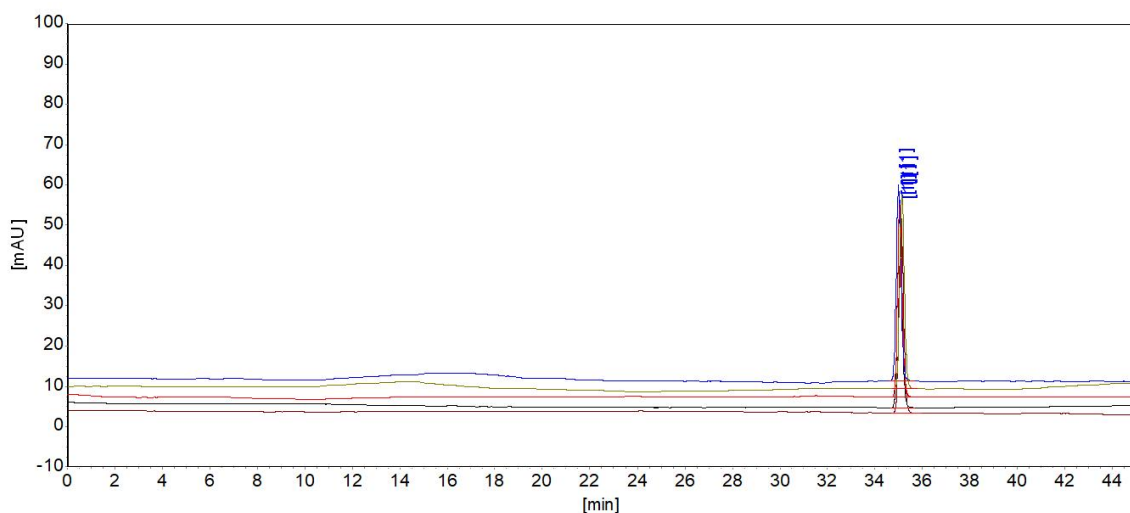
系统评价表

柱长：250mm

死时间：

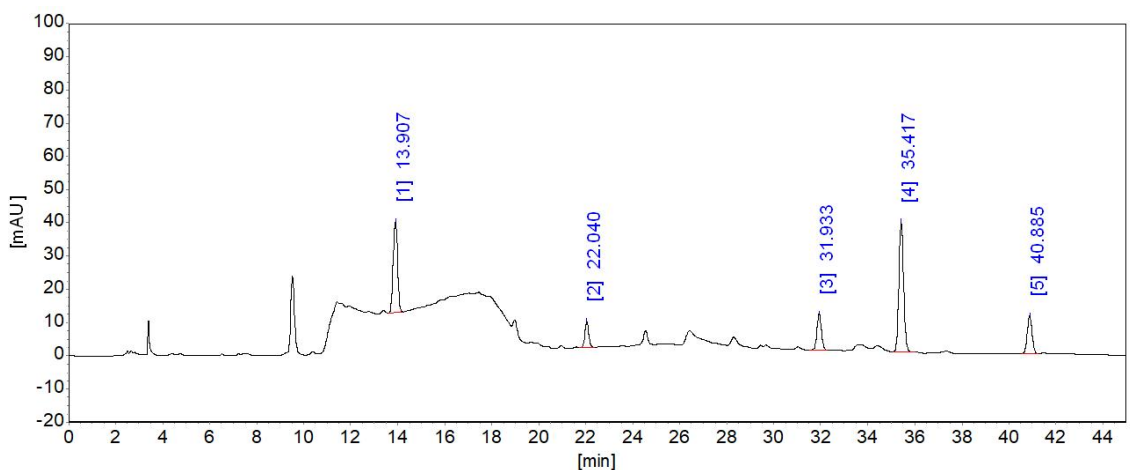
峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	虫草素	35.046	0.21579	146128	0.000	1.102

5.2.3 对照品溶液连续 5 针重复性谱图及结果



峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	虫草素	35.070	0.160	676061.4	0.345	48215.1	0.326

5.2.4 供试品溶液连续 2 针谱图及结果（以称样量 1.0g，定容到 25mL 计算含量）





分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1	腺苷	13.907	27458.6	359434.8	27.7543	0.0000
2	鸟苷	22.040	7858.5	87074.0	6.7236	0.0000
3		31.933	10889.5	142332.1	10.9904	0.0000
4	虫草素	35.417	39135.1	543449.0	41.9633	0.2010
5		40.885	11335.9	162768.3	12.5684	0.0000
总计：			96677.6	1295058.2	100.0000	0.2010

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [%]
1	腺苷	13.833	28174.6	358732.1	27.7034	0.0000
2	鸟苷	21.949	7784.4	86584.9	6.6866	0.0000
3		31.998	10696.1	142466.7	11.0021	0.0000
4	虫草素	35.538	38680.1	540974.6	41.7772	0.2001
5		41.039	11354.1	166144.4	12.8306	0.0000
总计：			96689.3	1294902.7	100.0000	0.2001

说明：

- 1.本实验中发现，腺苷的保留时间与药典中有明显差别（药典腺苷在鸟苷和虫草素之间出峰），怀疑邮寄的腺苷已经发生变质。
- 2.以上数据仅供参考，如有问题，请电话联系。