



TOSOH

TSKgel® ODS-100V/Z系列 色谱柱应用数据集



目录 CONTENTS

前言

一、中国药典应用

紫芪克咳口服液 (补骨脂素、异补骨脂素)	1
复方天麻蜜环糖肽片 (腺苷)	2
沙棘糖浆 (槲皮素、山柰素、异鼠李素)	3
鸡血藤颗粒	4
益母草	5
水飞蓟	6
柴胡	7
甘草	8
赤芍	9
黄连	10
功劳木	11
蒲黄药材及饮片	12
乙酰唑胺	13
马来酸氟伏沙明	14
注射用氨茶碱	15
布美他尼	16
青霉素钠	17
卡比多巴	18
卡托普利	19
吡拉西坦	20
盐酸赖氨酸磷酸氢钙颗粒	21
单硝酸异山梨酯软胶囊	22
胰酶胆汁肠溶片	23
磷酸肌酸钠	24
普罗布考	25
多潘立酮	26
盐酸平阳霉素	27
氨甲环酸	28
米力农	29
布洛芬	30
尼莫地平片	31
甲氨蝶呤	32

二、化妆品·洗护用品检测国标应用

禁用物质对位红	34
禁用物质甲硫咪唑	35
禁用物质贝美格及其盐类	36
禁用物质米诺地尔	37
禁用物质马兜铃酸A	38
禁用物质维生素K1	39
禁用物质维甲酸、异维甲酸	40

限用组分二氨基嘧啶氧化物	41
8-羟基喹啉和硝基喹啉	42
吡咯烷酮羧酸钠	43
非那西丁	44
脱氢醋酸及其盐类	45
二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯	46
三氯卡班	47
芍药苷	48
连翘苷、连翘酯苷A	49

三、食品安全国家标准应用

三氮唑	51
氯丙啉	52
泰乐菌素	53
喹啉铜	54
乙氧酰胺苯甲酯	55
五氯酚	56
阿维菌素	57
左旋咪唑	58

四、食品添加剂、营养成分的分析

对香豆酸	60
芒果苷	61
蜂毒溶血肽	62
丁香酸甲酯	63
根皮苷	64
金丝桃苷	65
蜂胶中杨树胶	66
柠檬酸、酒石酸、苹果酸、琥珀酸、乳酸和富马酸	67
己二酸	68
牛磺酸	69
羟基柠檬酸	70
乙基麦芽酚	71
胆固醇	72
维生素B1	73
茶氨酸	74
氨基丁酸	75
泛酸	76
辣椒素	77

五、农业相关国标应用

饲料中叶酸的测定	79
饲料中巴氯芬的测定	80
附录：TSKgel反相色谱柱一览表	81

前言

反相色谱法（RPC）的分离性能高、分析对象类型广泛以及操作条件设置简便等优势，是液相色谱中使用最多的一种分离模式。

RPC 色谱柱中最常用的是 C18 键合硅胶为固定相的十八烷基硅胶（ODS）的 ODS 色谱柱。东曹生命科学开发的 TSKgel ODS-100V、ODS-100Z 系列色谱柱为通用型 C18 柱，采用了独特的表面结合及封端技术，有效限制了碱性、酸性和金属螯合物的次级相互作用，适用于质控及研发过程中大多数物质的分离。东曹可提供粒径 3 μm 和 5 μm 的 TSKgel ODS-100V、ODS-100Z 色谱柱产品。

本数据集是将 TSKgel ODS-100V、ODS-100Z 色谱柱在中国药典、化妆品检测、食品安全国标中的应用数据进行的汇总，希望能对广大客户的实验带来帮助。

01

中国药典应用

紫芪克咳口服液 (补骨脂素、异补骨脂素)

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：35°C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@248 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：乙腈 / (0.125% 磷酸水溶液)
= 25 : 75。

2. 标准溶液的配制：称取适量补骨脂素、异补骨脂素标准品，用甲醇溶解，并稀释至约 1 mL 中各含有约 5 μg 补骨脂素和异补骨脂素，进样分析计算理论塔板数和分离度。

分离谱图：

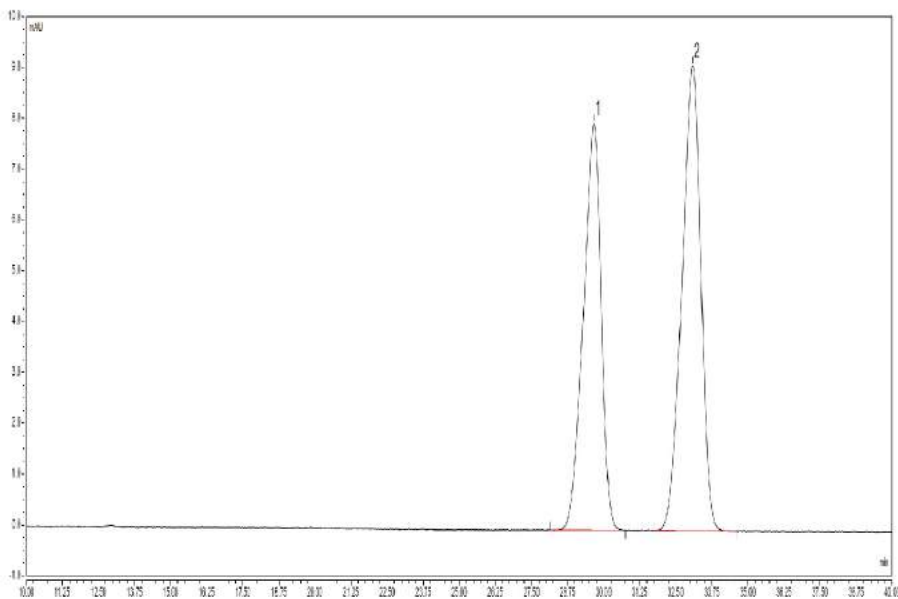


图1 混合样品的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	Rs	理论塔板数
1	补骨脂素	29.660	0.85	-	10511
2	异补骨脂素	33.090	0.88	2.87	11566

复方天麻蜜环糖肽片 (腺苷)

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V(4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25℃

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@260 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/(0.05mol/L 磷酸二氢钾) = 10/90。

2. 标准溶液的配制：称取适量腺苷标准品，用纯水溶解，并稀释至约 1 mL 中含有 6 μg，进样分析计算理论塔板数。

分离谱图：

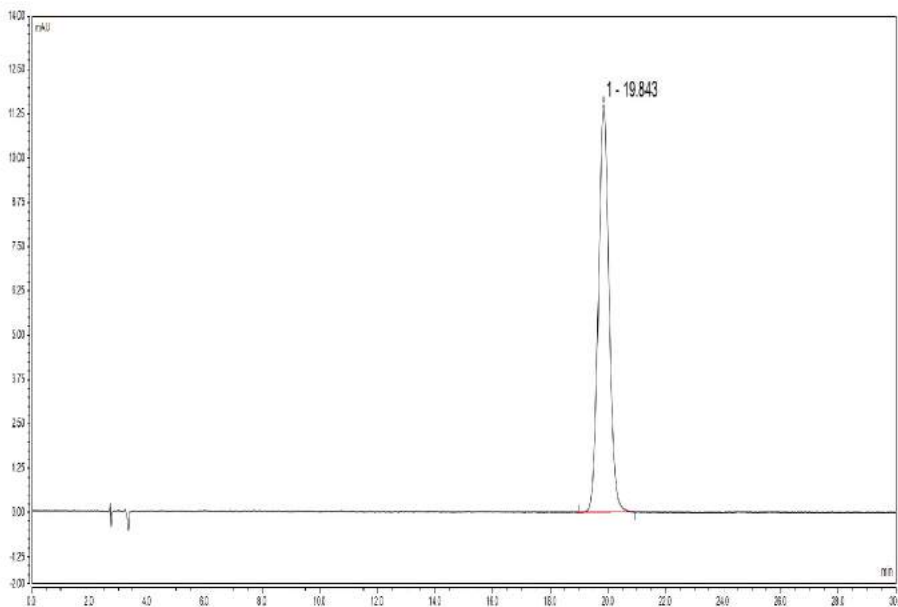


图1 腺苷的色谱图 (约 6 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	腺苷	19.843	1.08	14070

结论：

使用 TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析腺苷，腺苷的理论塔板数为 14070，满足公示稿中要求的 TP>3000。

沙棘糖浆 (槲皮素、山柰素、异鼠李素)

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

进样量：10 μL

检测器：UV@365 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：乙腈/ (0.4% 磷酸水溶液) = 30/70。

2. 标准溶液的配制：称取适量槲皮素、山柰素、异鼠李素标准品，用乙醇溶解，并稀释至约 1mL 中含有约 30μg 槲皮素、8μg 山柰素、60μg 异鼠李素，进样分析计算理论塔板数和分离度。

分离谱图：

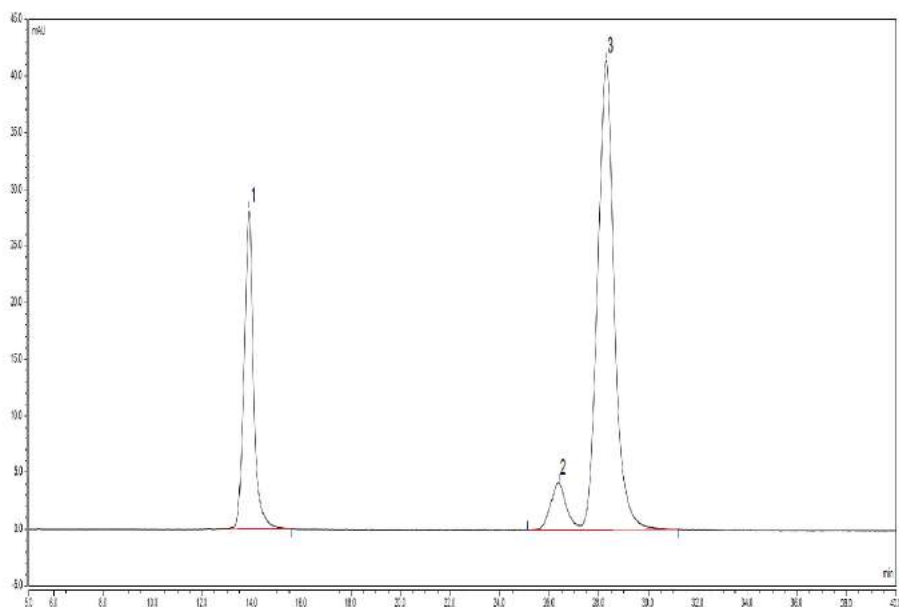


图1 混合样品的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	Rs	理论塔板数
1	槲皮素	13.883	1.12	-	6610
2	山柰素	26.380	-	13.88	8918
3	异鼠李素	28.287	1.12	1.65	8994

结论：

使用 TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析皮素、山柰素、异鼠李素，槲皮素的理论塔板数为 6610，满足公示稿中要求的 TP>3000。

鸡血藤颗粒

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：0.8 mL/min

柱 温：25℃

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@260 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/水/冰醋酸
= 25/75/0.2（体积比）。

2. 标准溶液的配制：称取适量原儿茶酸用流动相溶解，并配制成溶液约 1 mL 中含有 0.03 mg，进样分析。

分离谱图：

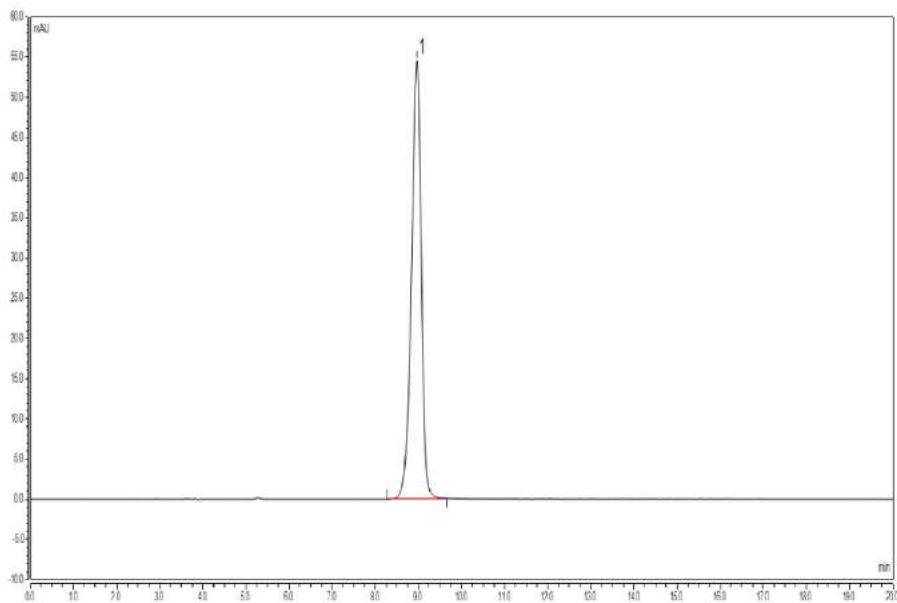


图1 原儿茶酸的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	原儿茶酸	8.967	0.88	7301

结论：

使用 TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析原儿茶酸，原儿茶酸的理论塔板数为7301，满足公示稿中要求的 TP>3000。

益母草

参考标准：中国药典2020年版（一部P302）

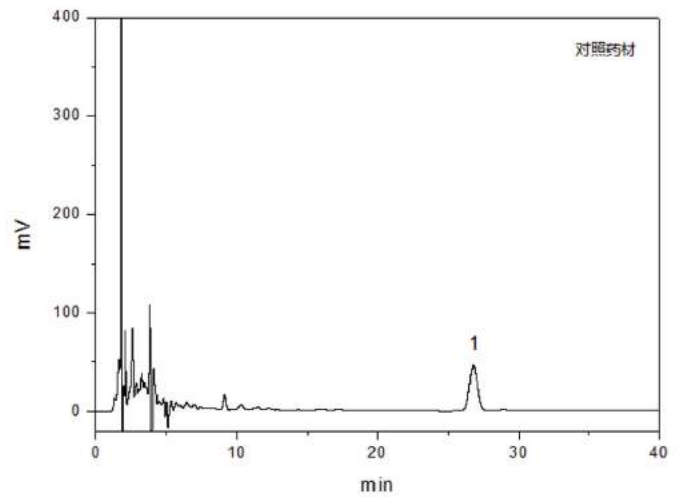
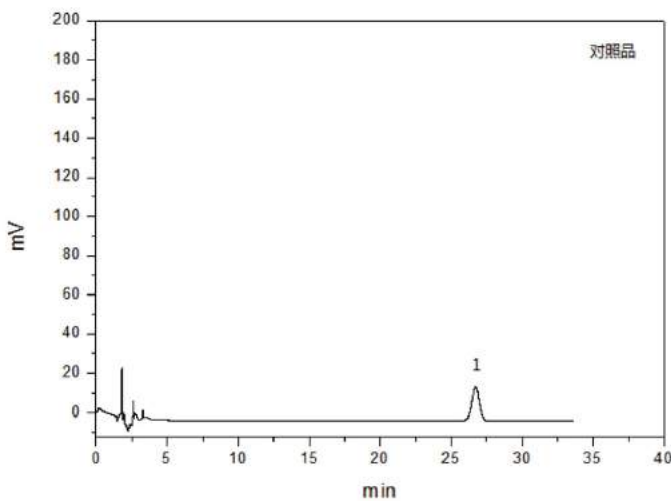
色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)
流 动 相：乙腈/ 0.4% 辛烷磺酸钠的 0.1% 磷酸溶液 (24/76)
流 速：1.0 mL/min
柱 温：室温
进 样 量：10 μL
检 测 器：UV@277nm

溶液配制：

1.对照品溶液制备：精密称取盐酸益母草碱 11.6 mg，置 10 mL 容量瓶中，精密加入 70% 乙醇至刻度，摇匀；精密吸取上述溶液 0.26 mL，用 70% 乙醇稀释到 10mL，即得。
2.对照药材的提取：精密称取本品粉末（过三号筛）1.0 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 25 mL，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。

分离谱图：



峰序号	名称	保留时间 (min)	理论塔板数	拖尾因子
1	盐酸益母草碱	26.698	11236	1.03

水飞蓟

参考标准：中国药典2020年版（一部P84）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 3 μm)

流 动 相：甲醇/水/冰醋酸 (48/52/1)

流 速：0.5 mL/min

柱 温：室温

进 样 量：5 μL

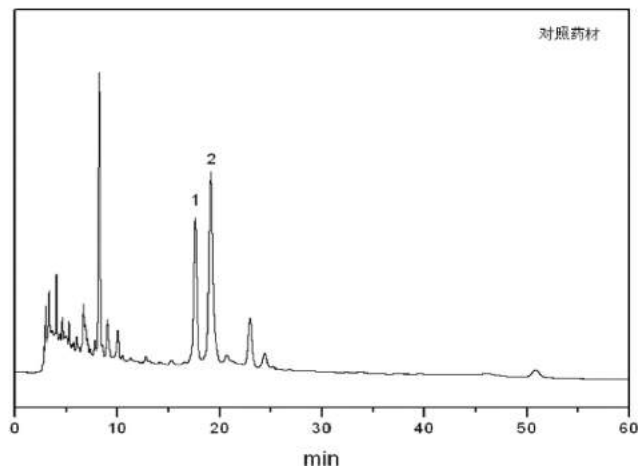
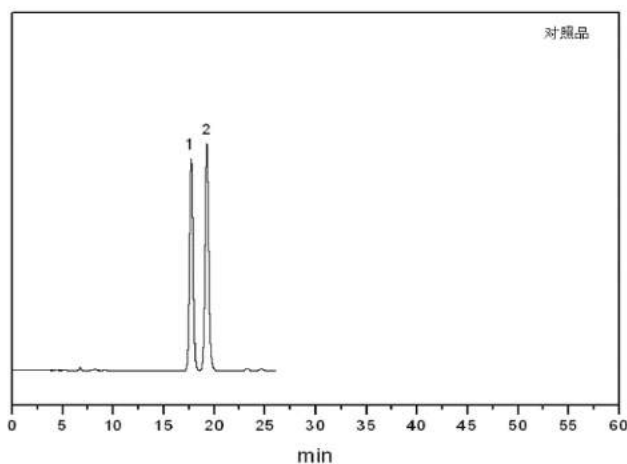
检 测 器：UV@287nm

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取水飞蓟宾对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 mL 含 0.12 mg 的溶液，既得。

2.对照药材的提取：精密称取当飞利肝胶囊粉末约 0.5 g，置具塞锥形瓶中，精密加入 75% 甲醇 50 mL，密塞，称定重量，加热回流 30 分钟，放冷，再称定重量，用 75% 甲醇溶液补足减失的重量，摇匀，静置，取上清液，既得。

分离谱图：



峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	拖尾因子
1	水飞蓟宾	17.72	13312(≥5000)	1.00
2	异水飞蓟宾	19.24	13004	1.10

柴胡

参考标准：中国药典2020年版（一部P293）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×75 cm, 5 μm)

流速：1.3 mL/min

柱温：室温

进样量：20 μL

检测器：UV@210nm

梯度：

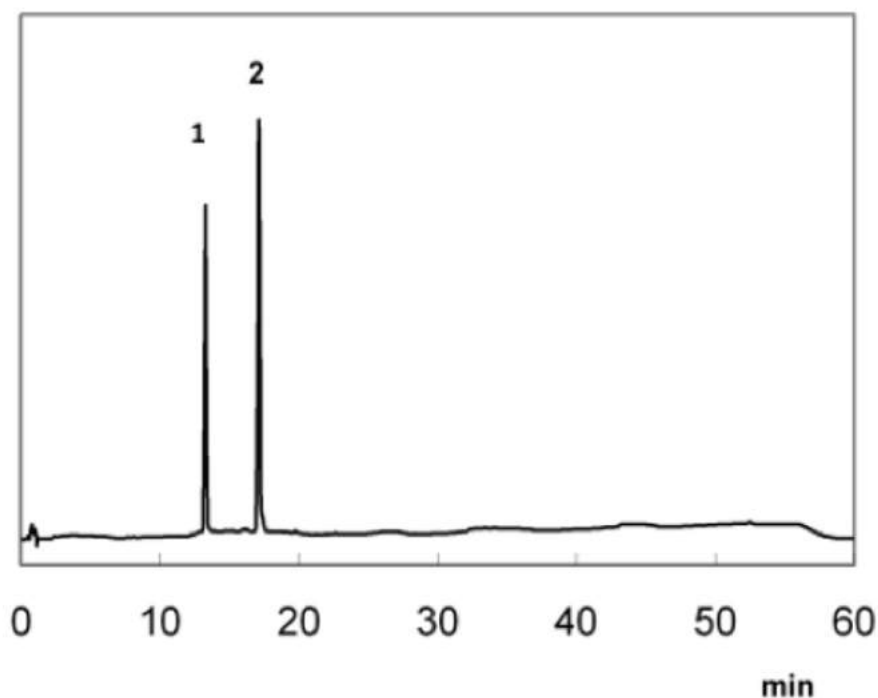
时间 (min)	乙腈(%)	水(%)
0-50	25%→90%	75%→10%
50-55	90%	10%

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取柴胡皂苷α对照品、柴胡皂苷d对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1 ml含柴胡皂苷α 0.4 mg、柴胡皂苷d 0.5 mg的溶液，摇匀，即得。

2.对照药材的提取：取本品粉末（过四号筛）约0.5 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加入含5%浓氨试液的甲醇溶液25 ml，密塞，30℃水温超声处理（功率200 W，频率40 kHz）30分钟，滤过，用甲醇20 ml分2次洗涤容器及药渣，洗液与滤液合并，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。

分离谱图：



峰序号	名称	理论塔板数
1	柴胡皂苷α	47900

甘草

参考标准：中国药典2020年版（一部P88）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V(4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40℃

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@237nm

梯 度：

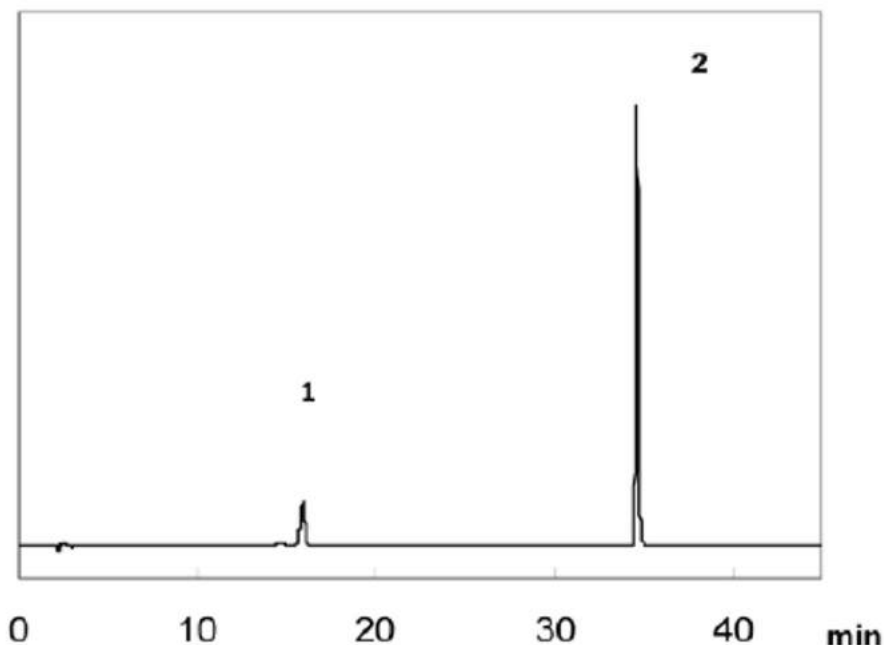
时间 (min)	乙腈(%)	0.05%磷酸(%)
0-8	19%	81%
8-35	19%→50%	81%→50%
35-36	50%→100%	50%→0%
36-40	100%→10%	0%→81%

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取甘草苷对照品、甘草酸铵对照品适量，精密称定，加 70% 乙醇分别制成每 1 ml 含甘草苷 20 μg、甘草酸铵 0.2 mg 的溶液，即得(甘草酸重量=甘草酸铵重量/ 1.0207)。

2.对照药材的提取：取本品粉末(过三号筛)约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入 70% 乙醇 100 ml，密塞，称定重量，超声处理(功率 250 W，频率 40 kHz) 30 分钟，放冷，再称定总量，用 70% 乙醇补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

分离谱图：



峰序号	名称	理论塔板数
1	甘草苷	19400(≥5000)

赤芍

参考标准：中国药典2020年版（一部P165）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-80Ts (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 动 相：甲醇/0.05 mol/L磷酸二氢钾溶液 (40/65)

流 速：0.8 mL/min

柱 温：室温

进 样 量：2 μL

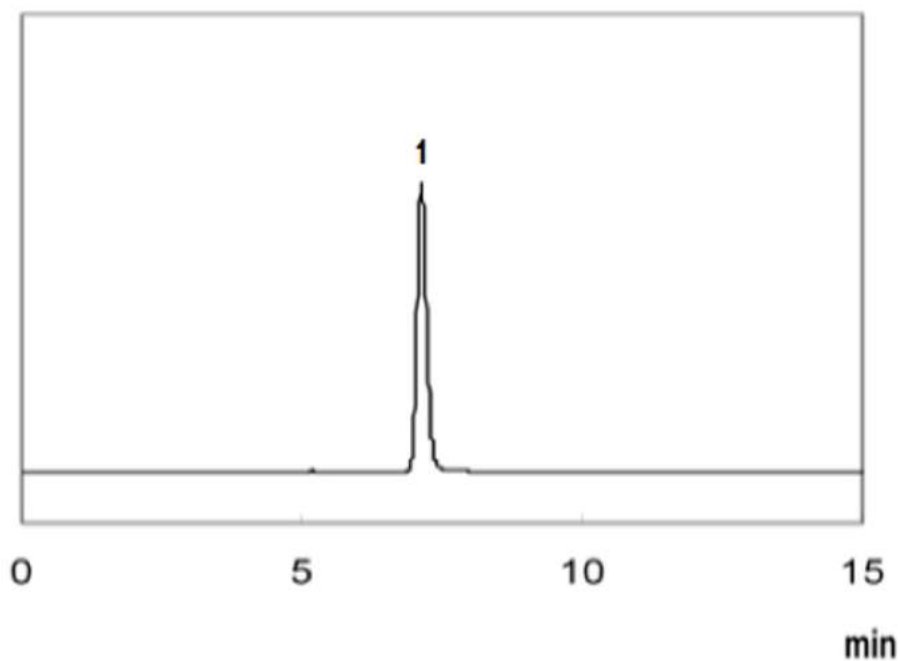
检 测 器：UV@230nm

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取经五氧化二磷减压干燥器中干燥 36 小时的芍药苷对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 0.5 mg 的溶液，即得。

2.对照药材的提取：取本品粗粉约 0.5g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25 ml，称定重量，浸泡 4 小时，超声处理 20 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。

分离谱图：



峰序号	名称	理论塔板数
1	芍药苷	8400(≥3000)

黄连

参考标准：中国药典2020年版（一部P316）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 动 相：乙腈-0.05mol/L磷酸二氢钾溶液(50:50)
(每100 ml中加十二烷基硫酸钠0.4 g)(pH 4.0)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：20 °C

进 样 量：10 μL

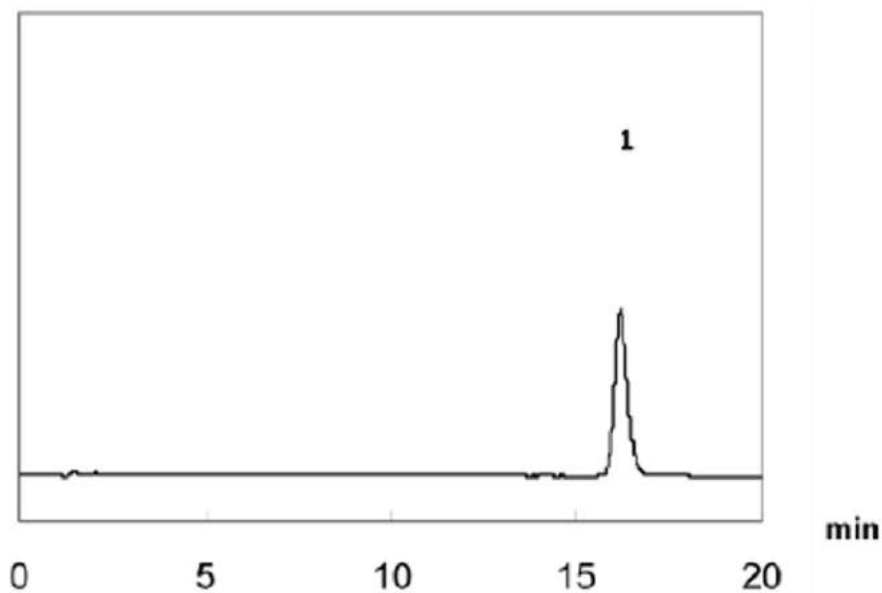
检 测 器：UV@345 nm

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取盐酸小檗碱对照品适量，精密称定，加甲醇制成每 1 ml 含 90.5 μg 的溶液，即得。

2.对照药材的提取：取本品粉末（过二号筛）约 0.2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇-盐酸（100:1）的混合溶液 50 ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 250W，频率 40 kHz）30 分钟，放冷，再称定重量，用甲醇补足减失的重量，摇匀，滤过，精密量取续滤液 2 ml，置 10 ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

分离谱图：



峰序号	名称	理论塔板数
1	盐酸小檗碱	10700(≥5000)

功劳木

参考标准：中国药典2020年版（一部P87）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 动 相：乙腈/0.05mol/L磷酸二氢钾(30/70)(pH 3.0)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：20℃

进 样 量：10 μL

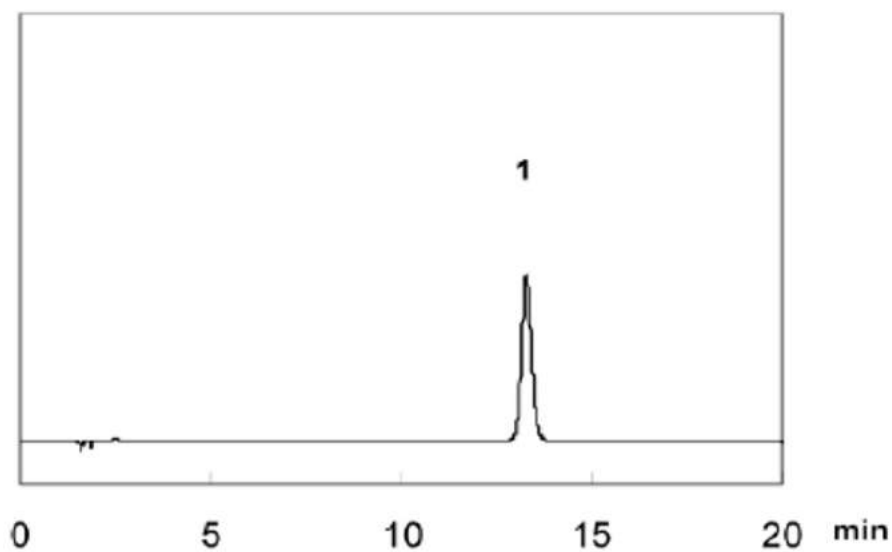
检 测 器：UV@265nm

溶液配制：

1.对照品溶液制备：取功劳木对照提取物（已标示非洲防己碱、药根碱、巴马汀、小檗碱的含量）适量，精密称定，加乙腈-水（25:75）混合溶液制成每1 ml 含 0.4 mg 的溶液，即得。

2.对照药材的提取：取本品粉末（过三号筛）约 0.25 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入盐酸-甲醇（1:100）混合溶液 50 ml，密塞，称定重量，超声处理（功率 500 W，频率 40 kHz）45 分钟，取出，放冷，再称定重量，用盐酸-甲醇（1:100）混合溶液补足减失的重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

分离谱图：



峰序号	名称	理论塔板数
1	小檗碱	11700(≥5000)

蒲黄药材及饮片

参考标准：中国药典2015年版（一部）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流动相：A：甲醇；B：20 mmol/L醋酸铵水溶液

流速：1.0 mL/min

柱温：室温

进样量：10 μL

检测器：UV@422 nm+428 nm+432 nm

梯度：

时间 (min)	A(%)	B(%)
0	10	90
5	10	90
6	30	70
30	95	5
30.01	10	90
45	10	90

溶液配制：

1.标准品混合溶液：称取柠檬黄、酸性黄、金胺O标准品各1 mg，用甲醇溶解，并稀释至25 μg/mL。

2.蒲黄提取液：称取2 g 蒲黄，加入20 mL 70%乙醇水溶液，超声20 min后，离心5 min，取上层清液经0.45μm微孔滤膜过滤。

分离谱图：

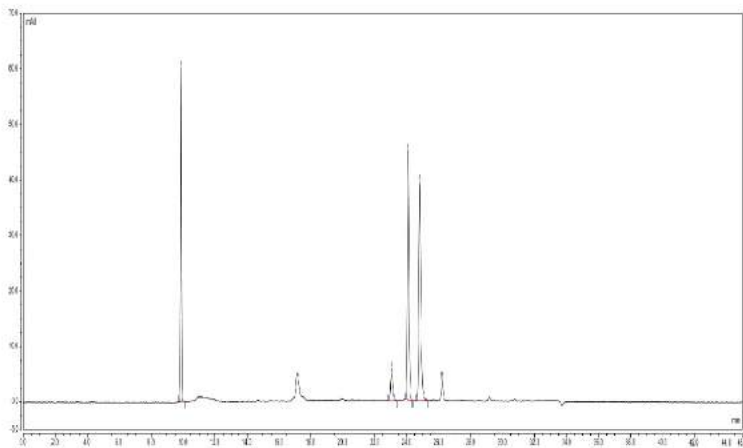


图1蒲黄提取液加标的色谱图 (428nm)

峰序号	名称	保留时间 (min)	不对称因子	分离度	理论塔板数
1	盐酸小檗碱	9.879	0.85	-	143703
2	金胺O杂质	23.032	1.33	81.89	178817
3	酸性黄36	24.092	1.20	5.39	298495
4	金胺O	24.792	1.38	3.51	197408

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱可以将柠檬黄、酸性黄36与金胺O很好的分离，并且金胺O标准品中的杂质也与酸性黄36接近完全分离，酸性黄36的理论塔板数远大于10000，满足药典中的要求。

乙酰唑胺

参考标准：中国药典2020年版（二部 P10）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：室温

样品盘温度：室温

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@265nm

溶液配制：

1. 流动相配制：0.43% 无水醋酸钠溶液/甲醇/乙腈 (95/2/3, 用冰醋酸调节 pH 值至 4.0±0.05)。

2. 标准品溶液配制：称取 1 mg 左右乙酰唑胺标准品，加 10 mL 水，置于 80℃ 水浴加热溶解 5 min，用纯水稀释至约 5 μg/mL。

分离谱图：

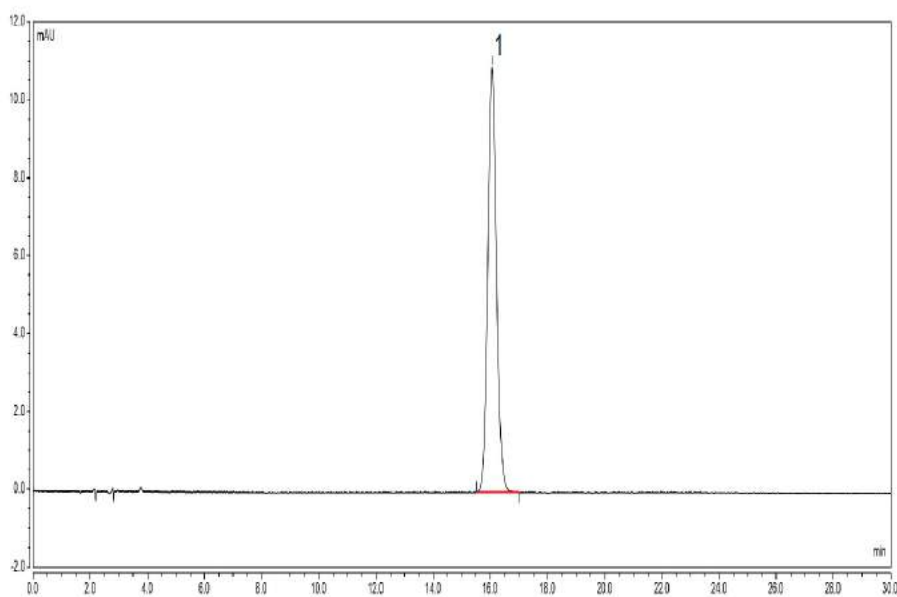


图1 乙酰唑胺标准品色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	乙酰唑胺	16.060	1.06	13085

结论：

使用 TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm) 色谱柱分析乙酰唑胺，其理论塔板数高达 13085，远大于药典要求的 TP>5000。

马来酸氟伏沙明

参考标准：中国药典2020年版（二部 P68）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25℃

进样量：20 μL

检测器：UV@234nm

溶液配制：

溶液配制：

1.流动相配制：磷酸盐缓冲液（含 1.25% 磷酸氢二铵与 0.275% 庚烷磺酸钠的水溶液，用磷酸调节 pH 值至 3.0）/甲醇（45/55）（体积比）。

2.样品溶液：取本品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 1.5 mg 的溶液，摇匀。

分离谱图：

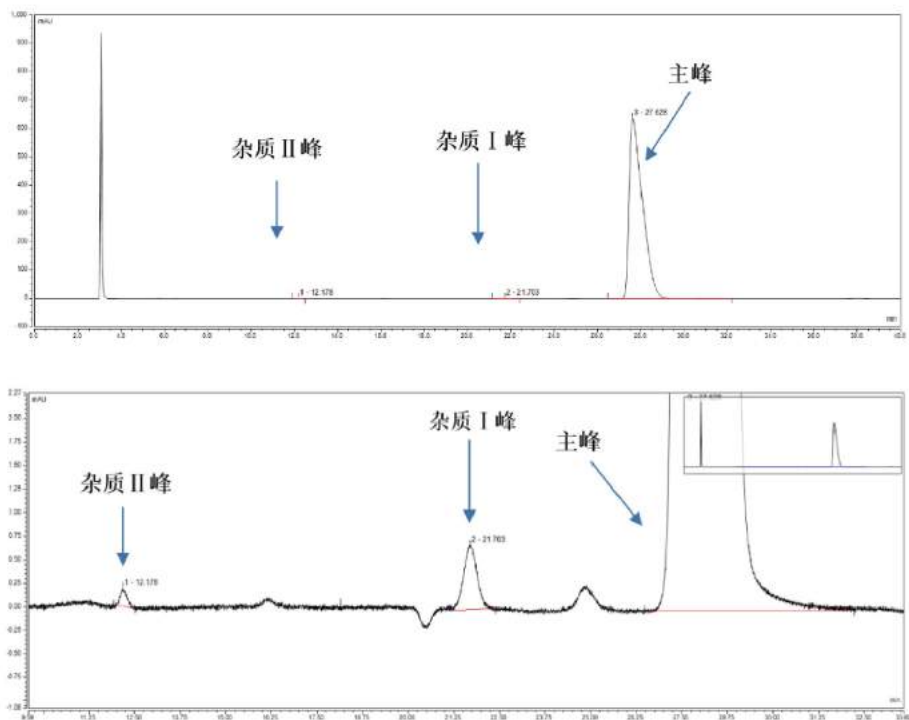


图1 马来酸氟伏沙明分离图谱

	杂质 II 峰 (相对保留时间 0.5) RT=12.178min	杂质 I 峰 (相对保留时间 0.8) RT=21.703min	马来酸氟伏沙明主峰 (相对保留时间 1) RT=27.628min
分离度	19.86	6.67	NA
信噪比	3.1	4.3	1176.4

结论：

使用 TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析马来酸氟伏沙明，主峰与杂质 I 峰之间的分离度为 6.67，高于药典要求的 >4.0，灵敏度溶液色谱图中，主成分峰高的信噪比为 1176.4，远高于药典要求的 >10。

注射用氨茶碱

参考标准：中国药典2020年版（二部 P1377）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@271 nm

溶液配制：

1.流动相配制：以醋酸盐缓冲液（取醋酸钠 1.36 g，加水 100 mL 使溶解，加冰醋酸 5 mL，再加水稀释至 1000 mL，摇匀）/乙腈（93/7）。

2.可可碱与茶碱对照品溶液：取茶碱与可可碱对照品适量，用流动相溶解并稀释至每 1 mL 中各含 10 μg 的溶液。

3.氨茶碱对照品溶液：取适量氨茶碱用流动相溶解并稀释至 1 mg/mL。

分离谱图：

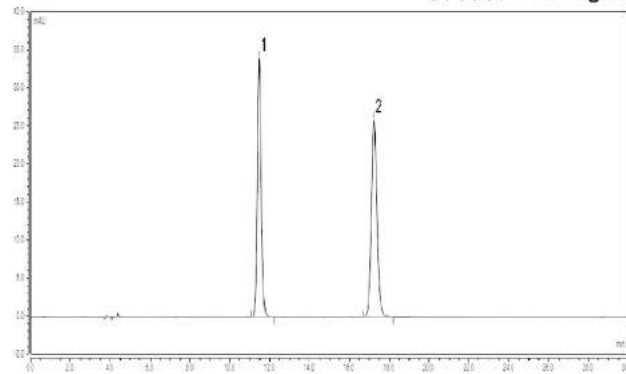


图1 可可碱与茶碱的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	不对称因子AS	分离度	理论塔板数
1	可可碱	11.477	1.10	-	17506
2	茶碱	17.235	1.10	13.25	17434

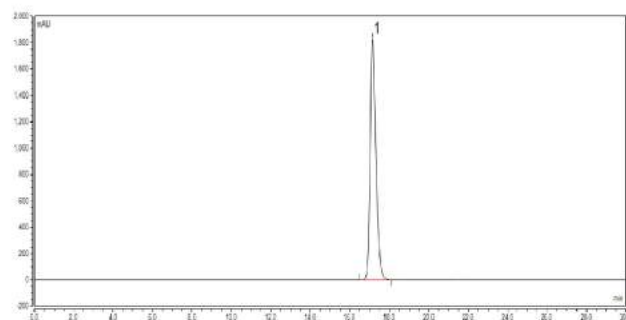


图2 氨茶碱的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	不对称因子As	理论塔板数
1	氨茶碱	17.145	1.34	15980

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析氨茶碱，可可碱与茶碱的分离度达到13.25，茶碱的理论塔板数为17434，满足药典的测试要求（可可碱与茶碱之间的分离度应>2.0，且茶碱的理论塔板数>5000）。

布美他尼

参考标准：中国药典2020年版（二部 P208）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：0.1%三氟乙酸水溶液/甲醇=42/58（体积比）

流 速：0.8 mL/min

柱 温：25 °C

样品盘温度：室温

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@220nm

分离谱图：

溶液配制：

1. 对照品溶液配制：称取适量布美他尼标准品，使用流动相将标准品溶解并稀释至约 0.25 mg/mL。

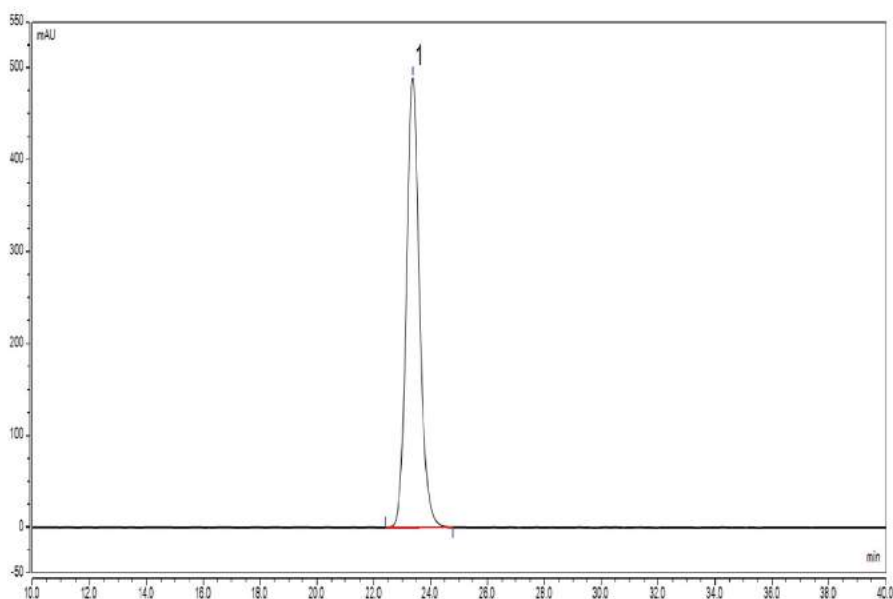


图1 布美他尼标准品色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	布美他尼	23.362	1.13	12432

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析布美他尼标准品，其峰型较为对称，理论塔板数为12432，远大于药典要求的TP>3000。

青霉素钠

参考标准：中国药典2020年版（二部 P732）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@235nm

梯 度：流动相 A: 流动相B=85:15（等度）

分离谱图：

溶液配制：

1.流动相配制：A：磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 10.6 g，加水至 1000 mL，用磷酸调节 pH 值至 3.4）/甲醇（72/14）；B：乙腈。

2.标准品溶液配制：取少量青霉素钠标准品，用水溶解并稀释至每毫升含约 1 mg。

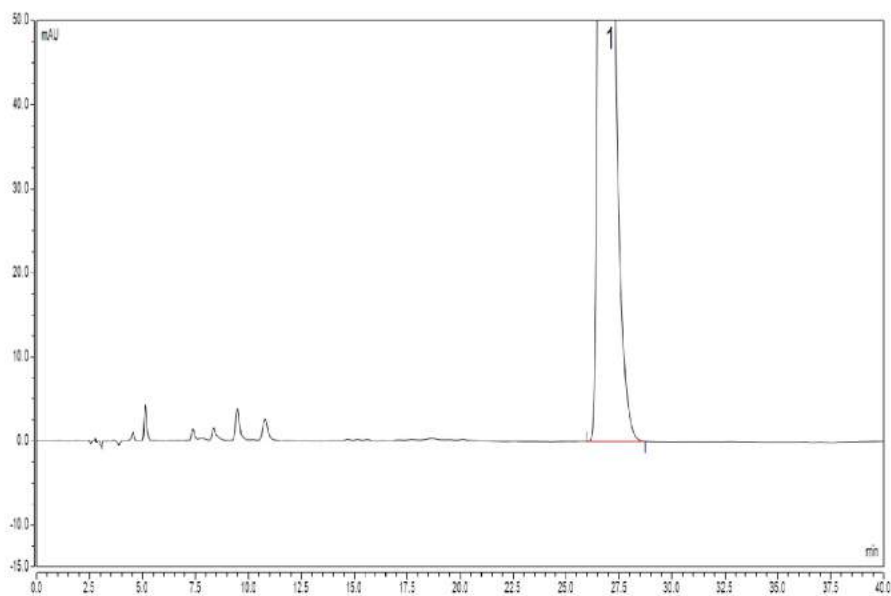


图1 青霉素钠标准品色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	青霉素钠	26.758	1.73	11748

结论：

使用TSKgel ODS-100V（4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm）色谱柱分析青霉素钠标准品，主峰附近没有相关物质干扰积分，满足药典的测试要求。

卡比多巴

参考标准：中国药典2020年版（二部 P220）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：磷酸二氢钠/乙醇 = 95/5（体积比）

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25℃

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@280 nm

溶液配制：

1.取本品，精密称定，加 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解并定量稀释制成每 1 mL 中约含 5 mg 的溶液。

2.对照品：取甲基多巴对照品约 5 mg,精密称定，置 200 mL 量瓶中，精密加样品溶液 1 mL，用 0.1 mol/L 盐酸溶液使甲基多巴溶解并稀释至刻度，摇匀。

分离谱图：

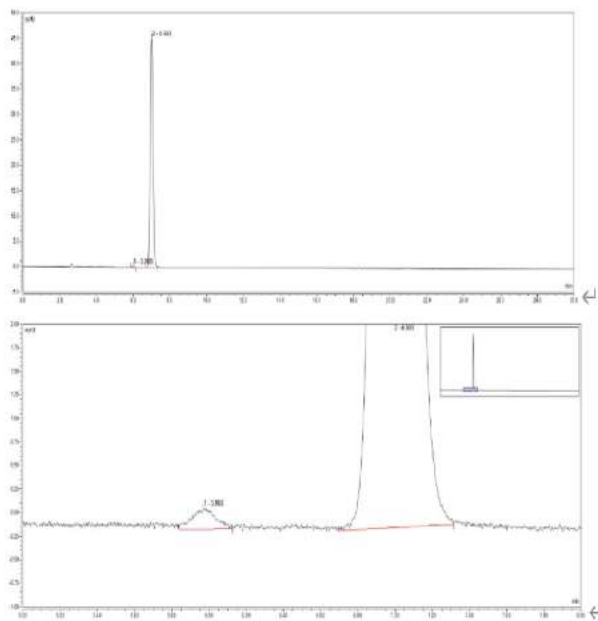


图1 卡比多巴色谱图

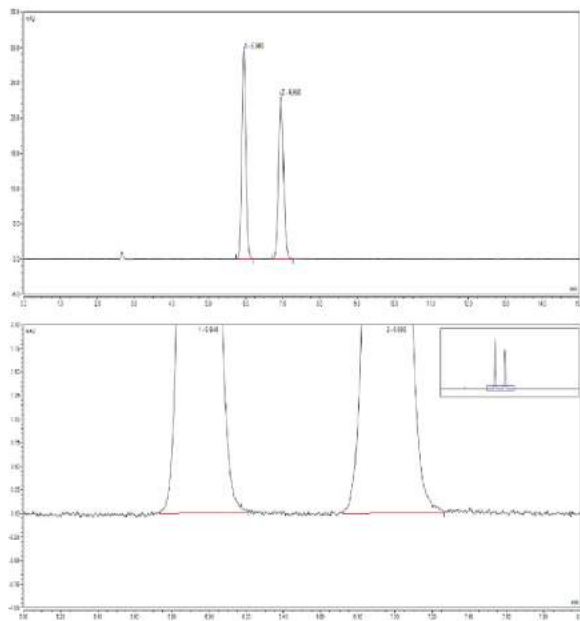


图2 混标色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	卡比多巴	6.993	1.08	12597

峰序号	名称	保留时间(min)	As	分离度	理论塔板数
1	甲基多巴	5.940	1.06	4.42	12684
2	卡比多巴	6.950	1.06	-	12777

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析卡比多巴，系统适用性溶液色谱图中，卡比多巴理论塔板数为12597，不低于5000。甲基多巴峰与卡比多巴峰的分离度为4.43，大于4.0，满足药典的测试要求。

卡托普利

参考标准：中国药典2020年版（二部 P222）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：50 μL

检 测 器：UV@215 nm

溶液配制：

1.系统适用性溶液：取卡托普利与杂质（卡托普利二硫化物）对照品，加甲醇适量溶解，用流动相稀释制成每 1 mL 中各约含 0.1 mg 与 15 μg 的混合溶液。

2.流动相：0.01 mol/L 磷酸二氢钠溶液/甲醇/乙腈（70/25/5）（用磷酸调节 pH 值至 3.0）。

分离谱图：

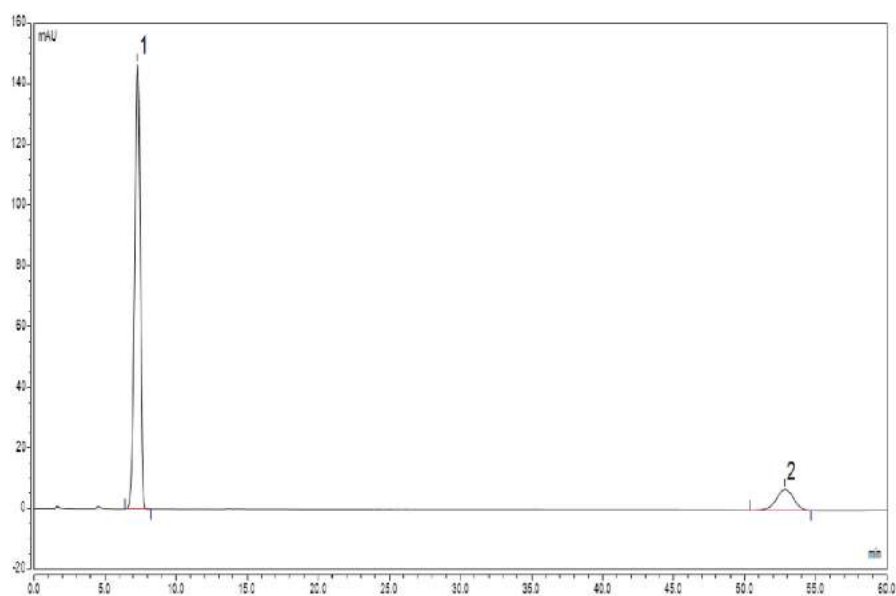


图1 卡托普利及其二硫化物的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	卡托普利	7.298	29.53	1789
2	卡托普利二硫化物	52.850	-	7794

结论：

使用 TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm) 色谱柱分析卡托普利、卡托普利二硫化物，分离度为 29.53，远大于药典要求的 $R_s > 4.0$ 。

吡拉西坦

参考标准：中国药典2020年版（二部 P576）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@210 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/水=10/90 (v/v)

2. 对照品溶液配制：取少量吡拉西坦对照品用流动相溶解并稀释至每 1 mL 含有约 0.1 mg 吡拉西坦的溶液。

分离谱图：

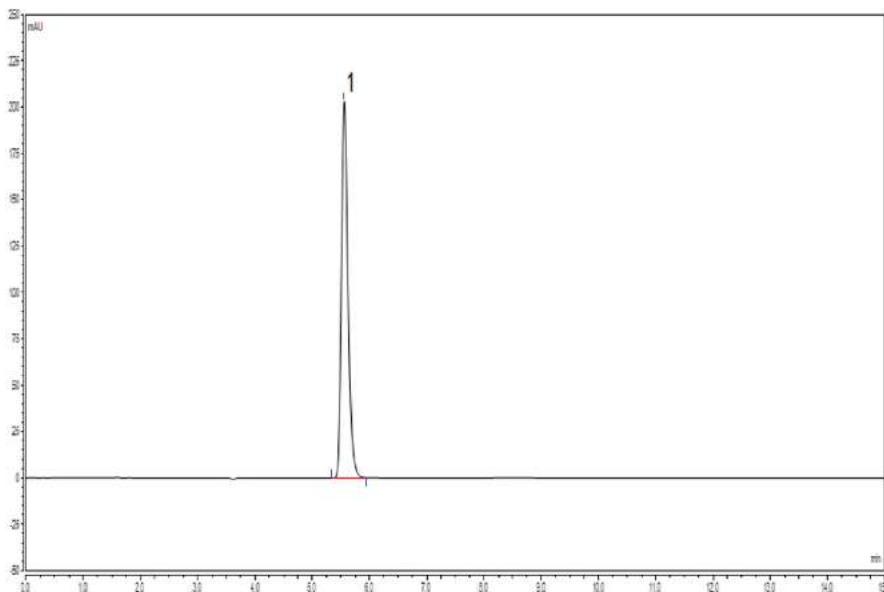


图1 吡拉西坦色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	吡拉西坦	5.562	1.27	11248

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析吡拉西坦，其理论塔板数为11248，远大于药典要求的TP>2000。

盐酸赖氨酸磷酸氢钙颗粒

参考标准：参考中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：0.8 mL/min

柱 温：25 °C

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@360 nm

溶液配制：

1.盐酸赖氨酸对照品溶液：称取适量盐酸赖氨酸标准品，用纯水溶解并稀释至约 0.1 mg/mL。量取上述溶液 1 mL 至 10 mL 容量瓶中，加入 0.5 mol/L 碳酸氢钠溶液 1 mL 和 2% 2,4 -二硝基氟苯乙腈溶液 0.2 mL，摇匀，避光置 60°C 水浴中加热 60 分钟，放置室温冷却，用 pH 7.0 磷酸盐缓冲液（取磷酸二氢钾 0.68 g，加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液 29.1 mL，用水稀释至 100 mL）稀释至刻度，摇匀过滤后进样 10 μL。

2.流动相：甲醇/0.05 mol/L 醋酸钠缓冲液 (用醋酸调pH至6.8) =65/35

分离谱图：

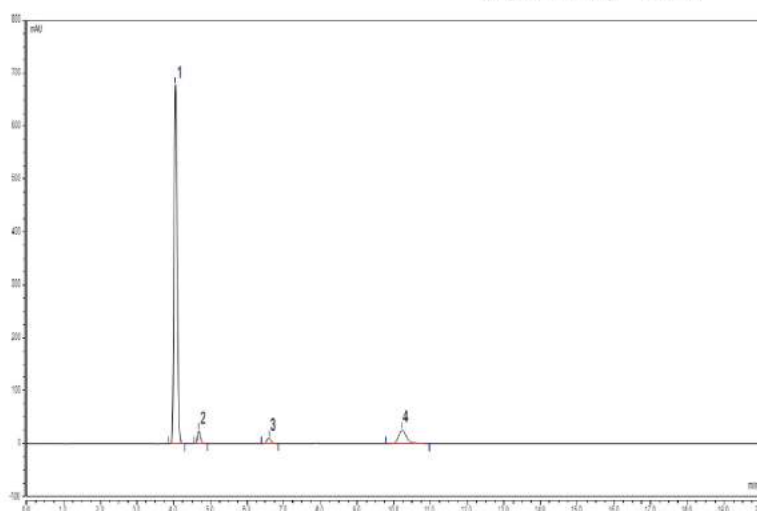


图1 赖氨酸衍生物的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	赖氨酸衍生物	4.043	1.21	11568
2	杂质	4.680	1.22	16793
3	杂质	6.593	1.15	19415
4	杂质	10.230	12.49	10847

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析盐酸赖氨酸磷酸氢钙中盐酸赖氨酸的含量，赖氨酸的理论塔板数为11568，远高于药典公示稿中要求的TP不低于2000。

单硝酸异山梨酯软胶囊

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：甲醇/水=25/75

流 速：0.8 mL/min

柱 温：25°C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@210nm

溶液配制：

1.标准溶液的配制：称取适量单硝酸异山梨酯、硝酸异山梨酯、2-单硝酸异山梨酯，用流动相溶解，并配制成混合溶液约 1 mL 中各含有 0.1 mg，进样分析计算分离度。

分离谱图：

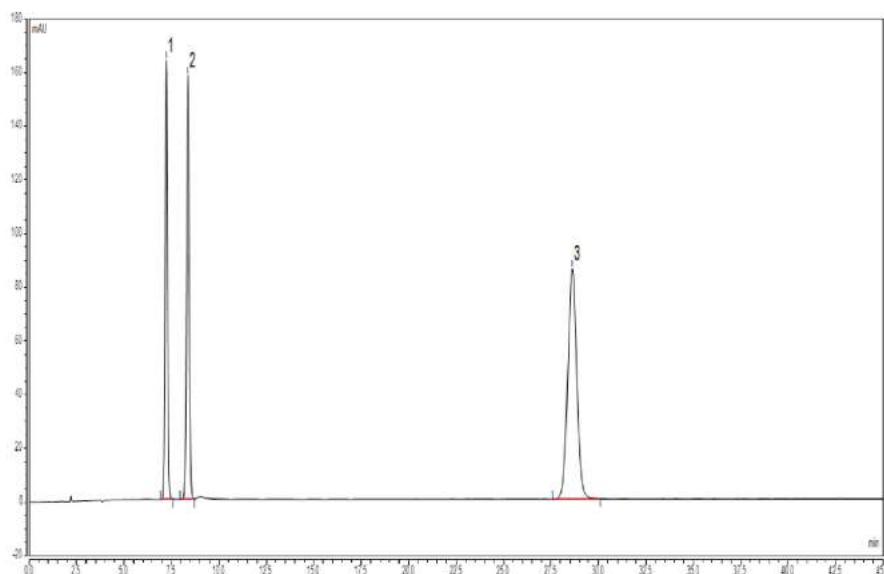


图1 混合样品的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	分离度	理论塔板数
1	2-单硝酸异山梨酯	7.220	1.05	4.70	16334
2	单硝酸异山梨酯	8.357	1.03	36.28	16869
3	硝酸异山梨酯	28.613	1.04	-	17743

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析单硝酸异山梨酯及其相关物质，单硝酸异山梨酯与2-单硝酸异山梨酯分离度为 4.70，满足公示稿要求的>2.0，单硝酸异山梨酯与硝酸异山梨酯分离度为36.28，满足于公示稿要求的>6.0。

胰酶胆汁肠溶片

参考标准：参考中国药典公示稿

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25 °C

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@192 nm

溶液配制：

1.牛磺猪去氧胆酸对照品溶液：称取适量牛磺猪去氧胆酸标准品，用甲醇超声溶解并稀释至0.5 mg/mL。

2.流动相：乙腈/磷酸溶液 (0.1→65, 用 2M 氢氧化钠调 pH 至 3.0) = 35/65。

分离谱图：

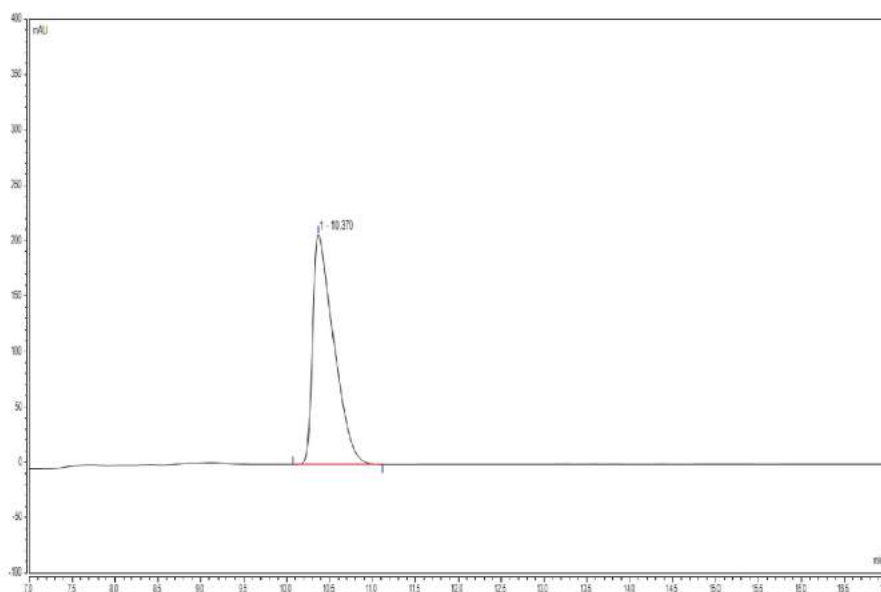


图1 牛磺猪去氧胆酸标准品的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	牛磺猪去氧胆酸	10.37	2.10	7750

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析胰酶胆汁肠溶片中牛磺猪其氧胆酸，其理论塔板数为7750，满足药典公式中的要求TP不低于2000。

磷酸肌酸钠

参考标准：中国药典2020年版（二部 P1852）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@210 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：含 0.2% 磷酸二氢钾和 0.1% 四丁基氢氧化铵的水溶液。

2. 对照品溶液配制：取磷酸肌酸钠对照品、肌酸对照品和肌酐对照品适量，置于同一量瓶中，加流动相溶解并稀释制成每 1 mL 中分别含 1 mg、7.5 μg 和 7.5 μg 的溶液，进样 20 μL。

分离谱图：

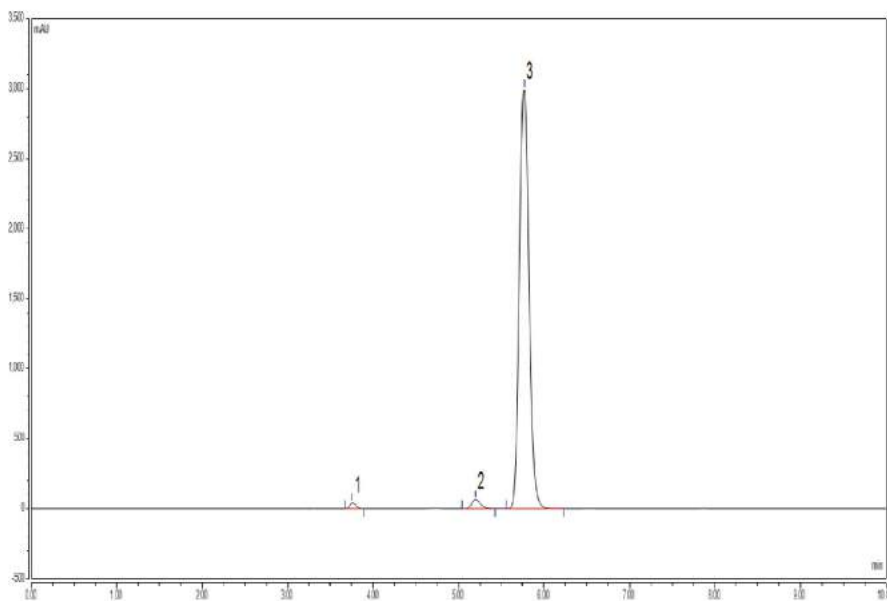


图1 对照品溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	分离度	理论塔板数
1	肌酸	3.760	1.19	-	16731
2	肌酐	5.200	1.26	10.06	14957
3	磷酸肌酸	5.765	1.14	3.09	13951

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱可满足药典中的测试要求，磷酸肌酸峰理论塔板数不低于2000，肌酸峰与肌酐峰的分离度大于3.0。

普罗布考

参考标准：中国药典2020年版（二部 P1699）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@242 nm

溶液配制：

1.色谱流动相配制：乙腈/水 = 85/15

2.普罗布考对照品溶液：称取适量普罗布考，用流动相溶解并稀释至每 1 mL 含约 0.15 mg 普罗布考。

分离谱图：

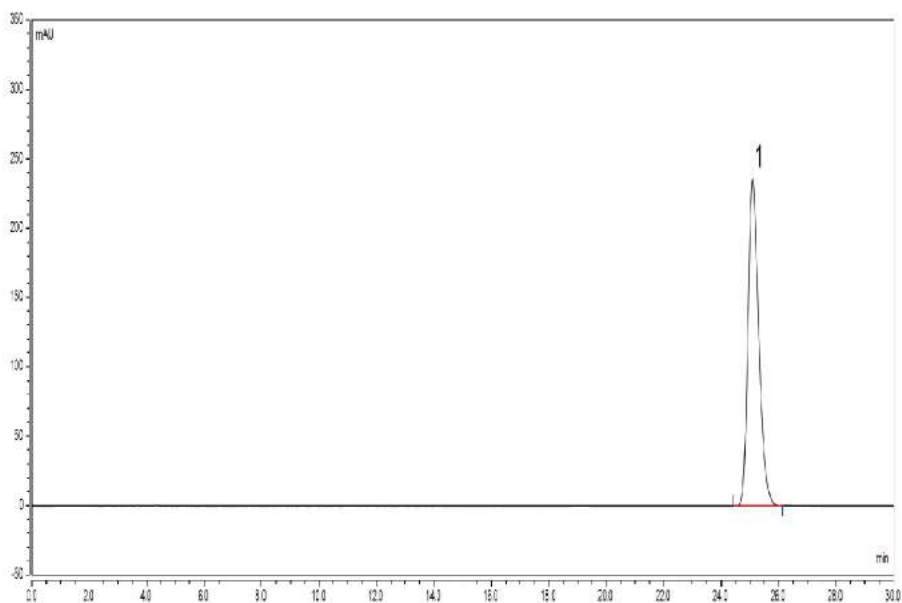


图1 普罗布考对照品的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	普罗布考	25.085	1.33	20835

结论：

使用TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱测定普罗布考的含量，其理论塔板数为20835，远高于药典要求的TP>2500。

多潘立酮

参考标准：中国药典公示稿

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：30 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@285 nm

溶液配制：

1.流动相配制：0.5% 乙酸铵溶液/甲醇 = 40/60（体积比）。

2.标准曲线的制备：称取适量多潘立酮标准品，用甲醇溶解至约 1 mg/mL，并用甲醇稀释至0.4mg/mL 作为对照品溶液。

分离谱图：

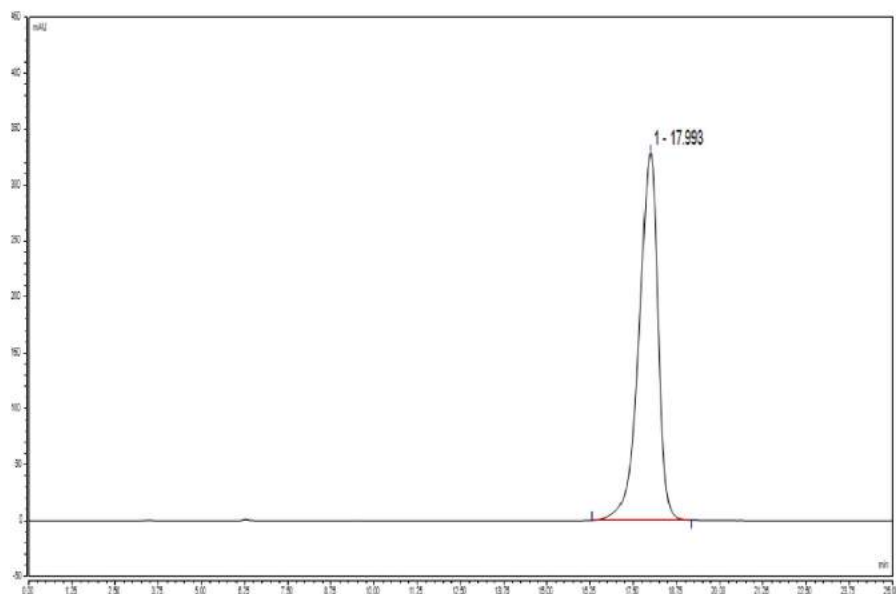


图1 多潘立酮色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	理论塔板数
1	多潘立酮	17.993	0.81	5392

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析多潘立酮标准品，多潘立酮的理论塔板数为5392，高于药典公示稿中要求的TP>3000。

盐酸平阳霉素

参考标准：参考中国药典公示稿

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@254 nm

梯度：

时间min	流动相A(%)	流动相B(%)
0	70	30
15	68	32
35	60	40
36	70	30
40	70	30

分离谱图：

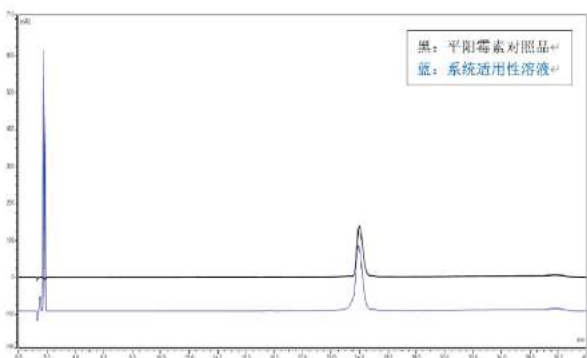


图1 系统适用性溶液与平阳霉素标准品对比图

溶液配制：

1.系统适用性的配制：称取约 2 mg 盐酸平阳霉素标准品，加入 1 mL 1mol/L 盐酸溶液静置 1 小时，然后加入 1 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液，此样品为酸破坏降解溶液。另称取 2 mg 标准品，加入 1 mL 3% 双氧水静置 1 小时，然后加 1 mL 超纯水，此样品为氧化产物溶液。将此两份样品混合得到酸降解产物、平阳霉素、氧化产物三者的混合系统适用性溶液。

2.平阳霉素对照品溶液：称取 1 mg 平阳霉素标准品，用超纯水溶解。

3.流动相配制：流动相 A：以己烷磺酸钠溶液（取己烷磺酸钠 7.53g 与乙二胺四醋酸二 3.72g，加 0.08 mol/L 醋酸溶液使溶解并稀释至 1000ml，用氨溶液调节 pH 值至 4.3）；流动相 B：甲醇/乙腈（7/3）

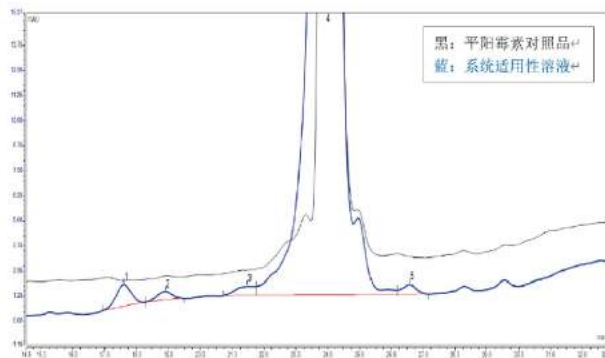


图2 局部放大图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	分度离	理论塔板数
1	酸降解物	17.61	0.95	1.05	1816
2	酸降解物	18.90	0.97	2.12	8832
3	酸降解物	21.48	-	2.00	2761
4	平阳霉素	23.928	0.95	2.93	13970
5	氧化产物	26.575	-	-	11366

结论：使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm) 色谱柱分析盐酸平阳霉素，对比系统适用性溶液和对照品溶液，酸降解产物和氧化产物的峰能够明显观察到，分离度也能达到公示稿中的要求。

氨甲环酸

参考标准：中国药典2020年版（二部P1364）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：25 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@220 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：以 0.23% 十二烷基磺酸钠溶液（取磷酸二氢钠 18.3 g，加水 800 mL 溶解，加三乙胺 8.3 mL 混匀后，再加十二烷基硫酸钠 2.3 g，振摇使溶解，用磷酸调节 pH 值至 2.5，加水至 1000 mL，摇匀定容）- 甲醇（60/40）。

2. 对照品溶液配制：取氨甲环酸与氨甲苯酸，加水溶解并稀释制成每 1 mL 中含氨甲环酸 0.2 mg 与氨甲苯酸 2 μg 的溶液。

分离谱图：

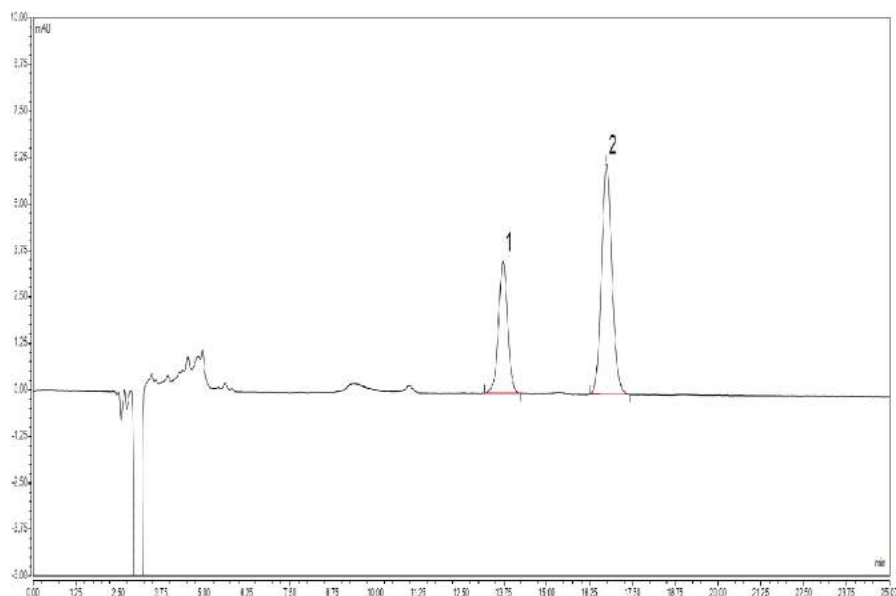


图1 氨甲环酸色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	As	分度度	理论塔板数
1	氨甲环酸	13.720	0.99	-	13767
2	氨甲苯酸	16.742	1.10	5.80	13604

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析氨甲环酸，氨甲环酸保留时间约13 min，氨甲环酸与氨甲苯酸分离度应大于5.0，满足药典要求。

米力农

参考标准：中国药典2020年版（二部 P491）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：(磷酸二氢钾2.7 g+水800mL+三乙胺2.4 mL，
磷酸调节pH7.5)/乙腈 (4/1)

流 速：0.5 mL/min

柱 温：室温

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@220 nm

溶液配制：

1. 取本品适量，精密称定，加流动相溶解并定量稀释成每 1 mL 中含有 2 mg 的溶液（必要时，在 80°C 水浴中溶解），作为供试品溶液。

2. 精密量取 1mL，置 10 0mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，精密量取此溶液 1mL，置 10mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液。

3. 另取杂质I对照品适量，精密称定，用流动相溶解并定量稀释制成 1 mL 中约含 2 ug 的溶液，作为对照品溶液。

4. 另取米力农与杂质I对照品适量，加流动相溶解并稀释制成每 1 mL 中含有 20 μg 的溶液，作为系统适用性溶液。

分离谱图：

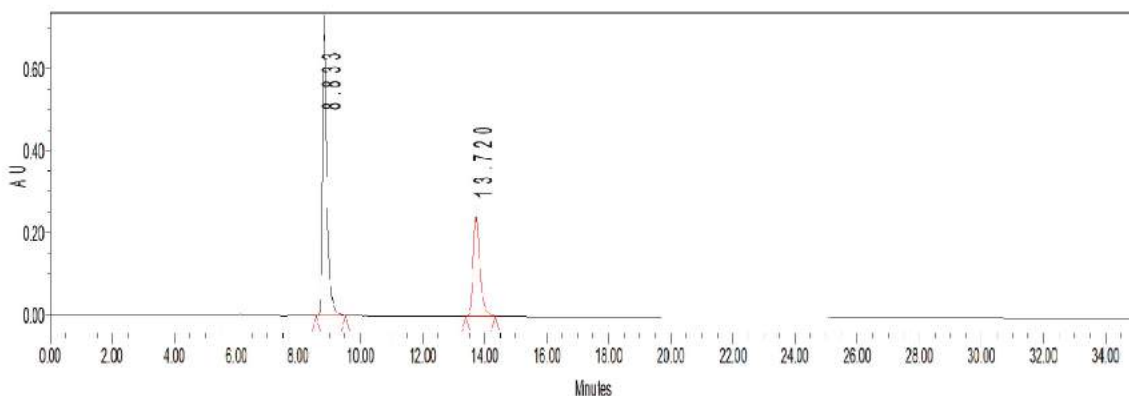


图1 米力农系统适用性实验谱图结果

峰序号	名称	保留时间(min)	不对称因子	分离度	理论塔板数
1	杂质 I	8.83	1.61	-	22854
2	米力农	13.72	1.41	16.5(>4.0)	23337

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析盐酸赖氨酸磷酸氢钙中盐酸赖氨酸的含量，赖氨酸的理论塔板数为11568，远高于药典公示稿中要求的TP不低于2000。

布洛芬

参考标准：中国药典2020年版（二部 P211）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel Octyl-80Ts (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流动相：醋酸钠缓冲液(称取6.13 g醋酸钠，加水750 mL使溶解，用冰醋酸调节pH值至2.5)/乙腈=40/60

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@263 nm

溶液配制：

1.布洛芬标准储备溶液：准确称取0.02538 g 布洛芬标准品置于50 mL容量瓶中，加25 mL 甲醇使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。

2.布洛芬杂质A标准储备溶液：准确称取0.01005 g 布洛芬杂质A(2-(4-异丁酰苯基)丙酸)标准品置于50 mL容量瓶中，加25 mL 乙腈使溶解，用水稀释至刻度，摇匀。

3.醋酸钠缓冲液：准确称取醋酸钠6.13 g，加入750 mL 超纯水进行溶解，用冰醋酸调节pH至2.5，经0.45 μm微孔滤膜过滤。

分离谱图：

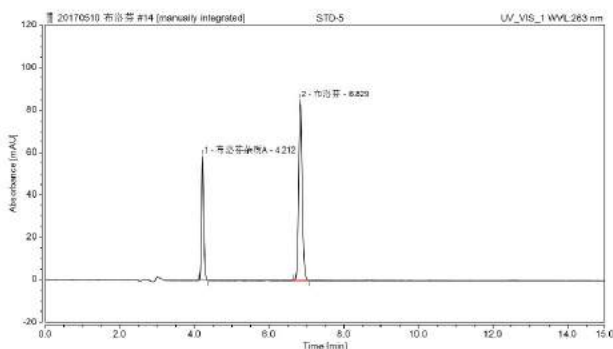


图1 布洛芬和布洛芬杂质A对照品溶液色谱图

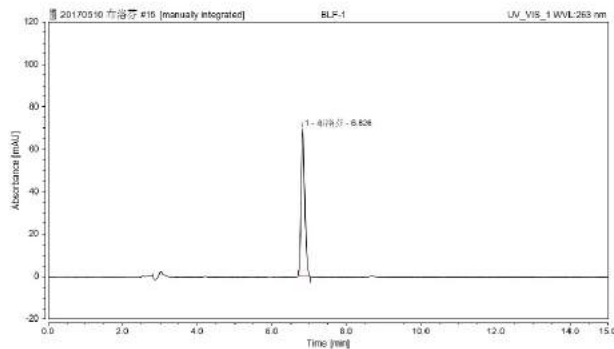


图2 布洛芬供试品溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数
1	布洛芬杂质A	4.212	27462
2	布洛芬	6.826	26653(≥2500)

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析单硝酸异山梨酯及其相关物质，单硝酸异山梨酯与2-单硝酸异山梨酯分离度为4.70，满足公示稿要求的>2.0，单硝酸异山梨酯与硝酸异山梨酯分离度为36.28，满足于公示稿要求的>6.0。

尼莫地平片

参考标准：中国药典2020年版（二部 P375）

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流动相：甲醇/乙腈/水 (35/38/27)

流速：0.8 mL/min

柱温：室温

进样量：10 μL

检测器：UV@235 nm

溶液配制：

1.取2片，研细置5mL容量瓶中，加流动相适量，超声约15 min 使尼莫地平溶解，放冷，流动相稀释至刻度，摇匀，离心10分钟（每分钟3000转），精密量取上层清液0.5 mL，置5 mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀，作为供试品溶液，精密量取10 μL 注入液相色谱仪，记录色谱图。
2.另取尼莫地平对照品，精密称定，加流动相溶解并定量稀释制成每1 mL中含有20 μg的溶液，同法测定。

分离谱图：

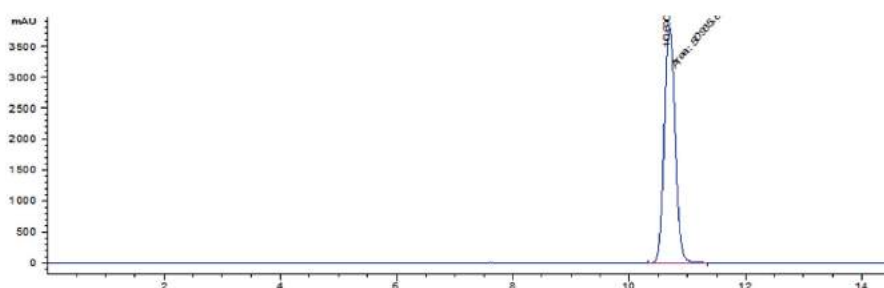


图1 尼莫地平对照品溶液谱图

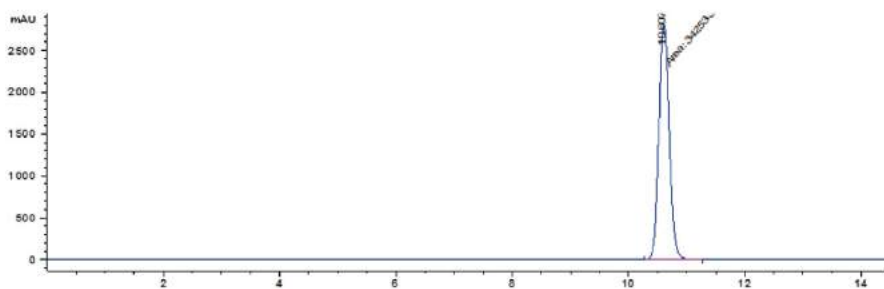


图2 尼莫地平供试品溶液谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	拖尾因子
1	尼莫地	10.81	19071(≥8000)	1.13

结论：

使用TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱分析盐酸赖氨酸磷酸氢钙中盐酸赖氨酸的含量，赖氨酸的理论塔板数为11568，远高于药典公示稿中要求的TP不低于2000。

甲氨蝶呤

参考标准：中国药典2020年版（二部 P249）

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：乙腈/7.0%枸橼酸溶液/2.0%无水磷酸氢二钠溶液
(8.5/ 10 / 80体积比) pH=6.0

流 速：1.0 mL/min

柱 温：室温

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@302 nm

溶液配制：

1.乙腈/7.0%枸橼酸溶液/ 2.0% 无水磷酸氢二钠溶液
(8.5/10 / 80 体积比) (用 7.0% 枸橼酸溶液或
2.0% 无水磷酸氢二钠溶液调节 pH 值至 6.0)。

2.叶酸对照品溶液：称取 0.5 mg 叶酸标准品，用流
动相溶解至 0.1 mg/mL。

3.混合溶液的配制：称取叶酸与甲氨蝶呤标准品各
0.5 mg 粉末混合，用流动相溶解至各物质浓度为
0.1 mg/mL。

分离谱图：

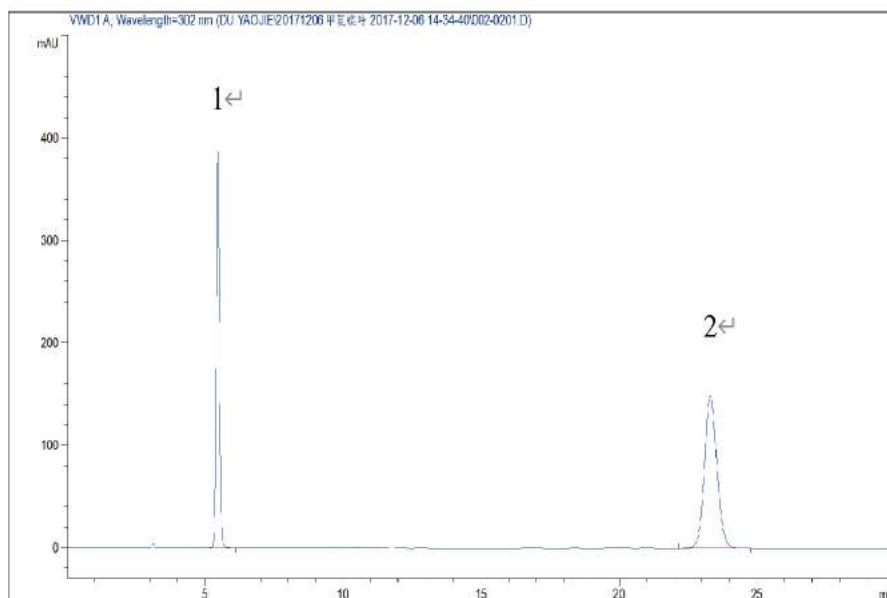


图1 混合溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	对称因子	理论塔板数	分离度
1	叶酸	5.459	0.94	9986	-
2	甲氨蝶呤	23.313	0.90	13166	34.72

结论：

TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm) 色谱柱满足药典要求，甲氨蝶呤理论塔板数大于1000，甲氨蝶呤与叶酸的分离度大于8.0。

02

化妆品、洗护用品检测国标应用

对位红

参考标准：GB/T 39946-2021《唇用化妆品中禁用物质对位红的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@485 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：乙腈+水= 85+15（体积比）

2. 取对位红（乙腈溶解）标准品适量，加流动相稀释制成每 1 ml 中各约含 100 μg 或 10 μg，作为样品。

分离谱图：

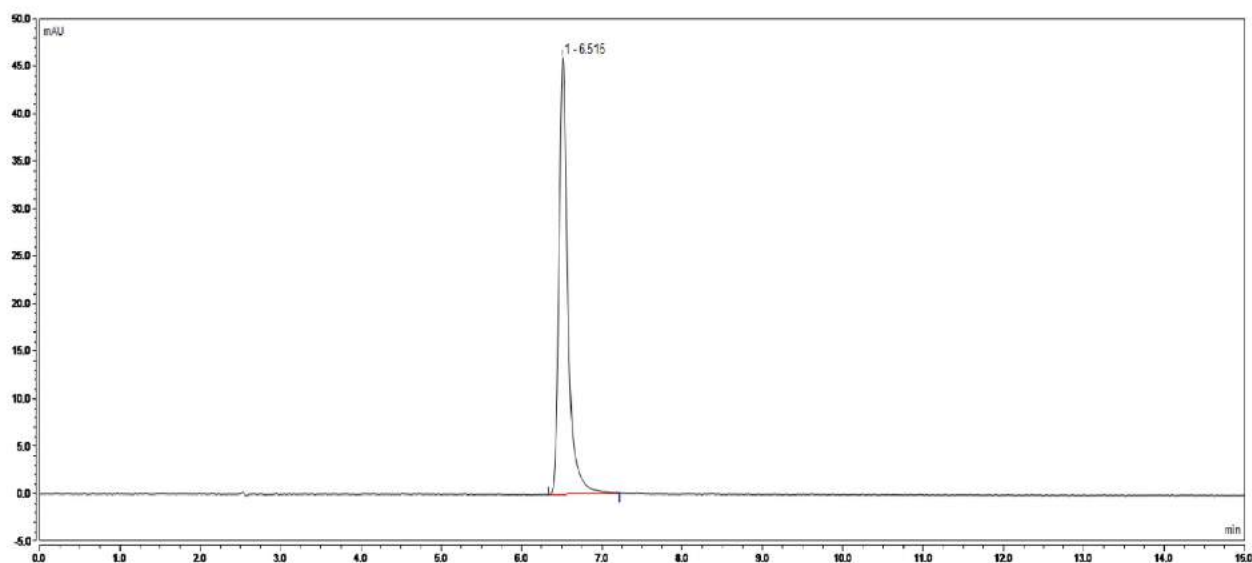


图1 对位红10 μg/mL的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	对位红	6.515	1.45	19306

甲巯咪唑

参考标准：GB/T 40894-2021 《化妆品中禁用物质甲巯咪唑的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：35 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@253 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：水/甲醇=9/1（体积比）

2. 标准曲线的制备：称取适量甲巯咪唑标准品，用100%甲醇溶解至约1 mg/mL。用50%乙醇水溶液逐级稀释至0.05 g/mL、0.1 g/mL、0.2 g/mL、0.5 g/mL、1 g/mL 作标准曲线。

分离谱图：

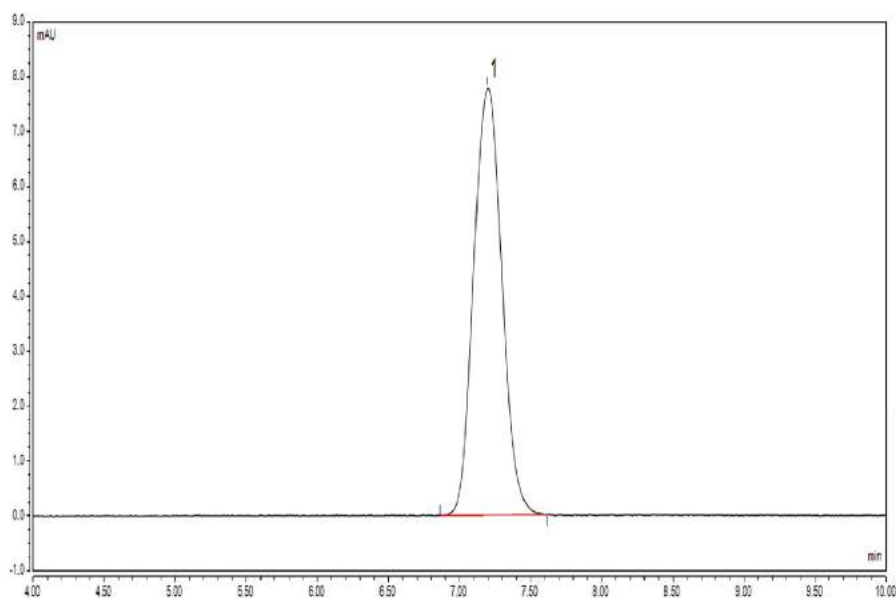


图1 甲巯咪唑 (0.717 g/mL) 色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	甲巯咪唑	7.198	1.08	6433

贝美格及其盐类

参考标准：GB/T 40898-2021 《化妆品中禁用物质贝美格及其盐类的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@210 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/水 = 50/50 (体积比)

2. 标准曲线的制备：称取适量贝美格标准品，用甲醇溶解至约 1 mg/mL。用甲醇逐级稀释至 0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 作标准曲线。

分离谱图：

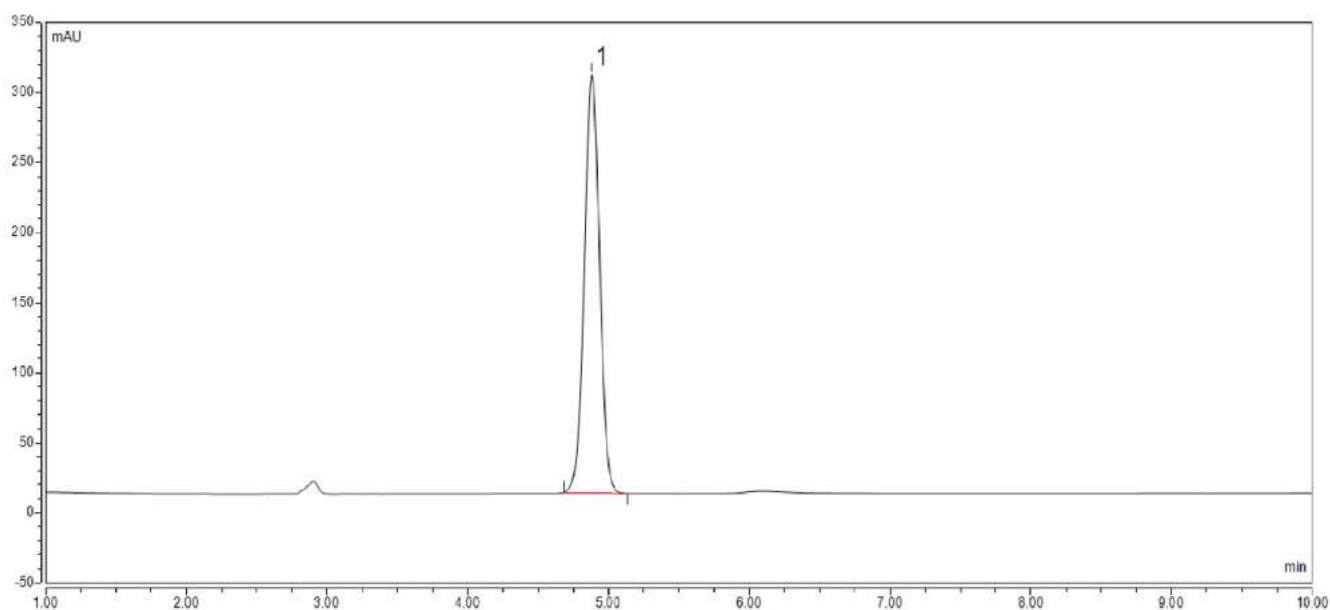


图1 贝美格的色谱图 (约0.1mg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	贝美格	4.882	1.00	9768

8-羟基喹啉和硝羟喹啉

参考标准：GB/T 37644-2019 《化妆品中8-羟基喹啉和硝羟喹啉的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@240 nm

流动相：A: 甲醇；B: 0.01 mol/L 辛烷磺酸钠

梯度：

时间min	流动相A(%)	流动相B(%)
0	50	50
6	80	20
7	90	10
10	90	10
10.1	50	50
18	50	50

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：A: 甲醇；B: 0.01 mol/L 辛烷磺酸钠，用磷酸调 pH 至 2.5。

2. 标准品溶液配制：称取适量 8-羟基喹啉与硝羟喹啉混合，使用混合溶液（甲醇: 0.01 mol/L 辛烷磺酸钠 = 7:3）溶解并稀释至约 0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、2 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL。

分离谱图：

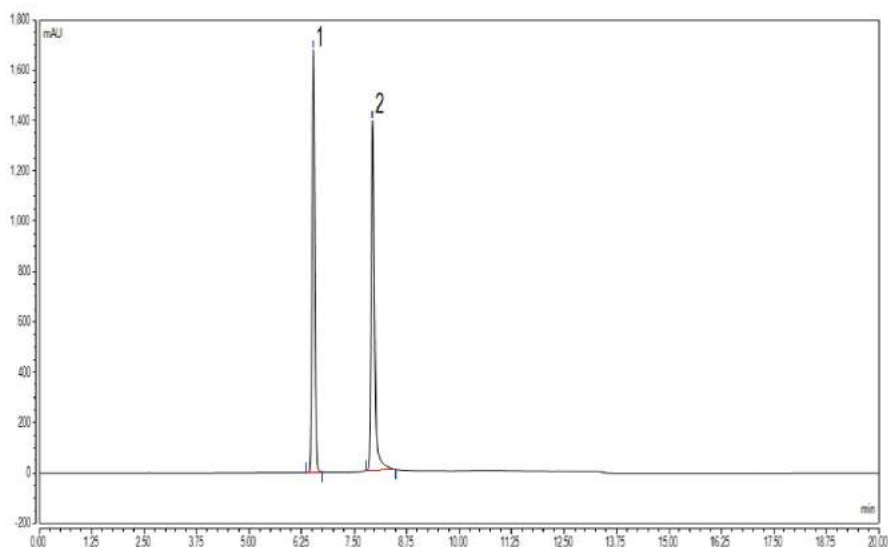


图1 8-羟基喹啉与硝羟喹啉混合的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	8-羟基喹啉	6.528	1.07	-	45416
2	硝羟喹啉	7.947	1.31	11.36	62415

芍药苷

参考标准：GB/T 37628-2019 《化妆品中黄芪甲苷、芍药苷、连翘苷和连翘酯苷A的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@232 nm

样品：芍药苷 (1.5 mg/L、4.1 mg/L、7.1 mg/L、
53.6 mg/L、177.9 mg/L)

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：0.1% 磷酸水溶液/乙腈 = 85/15

分离谱图：

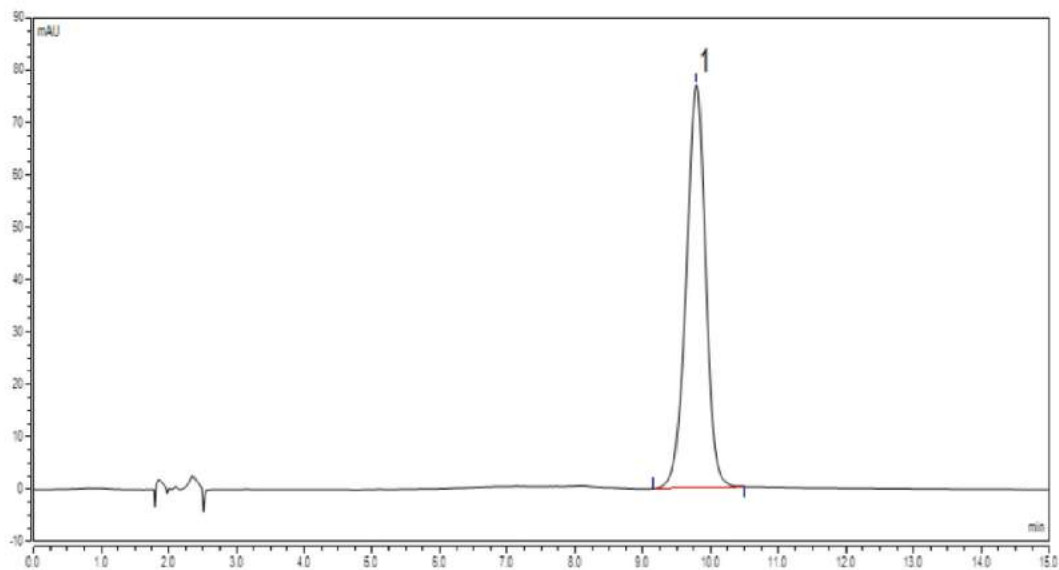


图1 芍药苷 (177.9 mg/L) 的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	芍药苷	9.792	0.95	5710

连翘苷、连翘脂苷A

参考标准: GB/T 37628-2019 《化妆品中黄芪甲苷、芍药苷、连翘苷和连翘脂苷A的测定 高效液相色谱法》

色谱条件:

色谱柱: TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30 °C

进样量: 20 μL

检测器: UV@280 nm

样品: 连翘苷 (1.9 mg/L、4.6 mg/L、9.4 mg/L、
11.2 mg/L、13.8 mg/L、18.6 mg/L),
连翘脂苷A (2.2 mg/L、4.4 mg/L、9.5 mg/L、
11.7 mg/L、14.0 mg/L、18.6 mg/L)

溶液配制:

1. 色谱流动相配制: 甲醇/ 1% 乙酸水溶液 = 70/30

分离谱图:

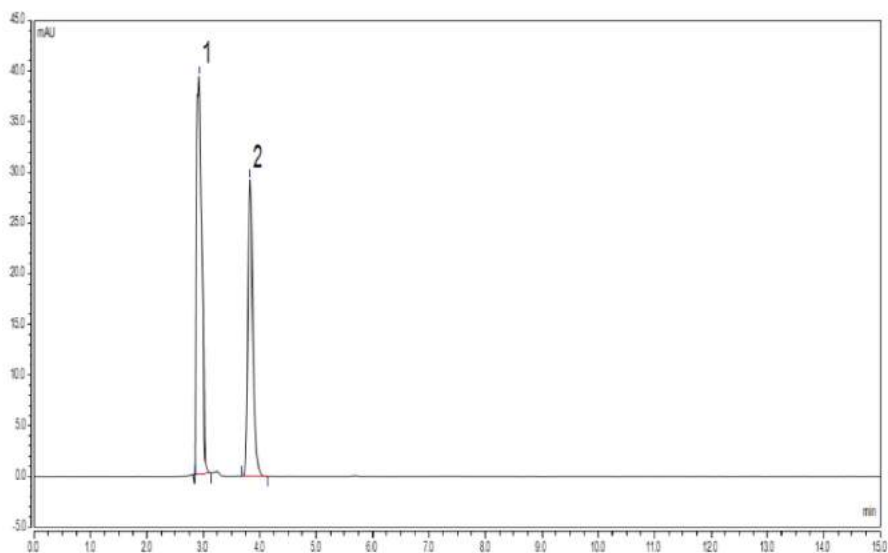


图1 连翘苷、连翘脂苷A (18.6 mg/L) 的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分度度	理论塔板数
1	连翘脂苷A	2.923	1.22	-	4951
2	连翘苷	3.830	1.24	5.76	10656

米诺地尔

参考标准：GB/T 35837-2018 《化妆品中禁用物质米诺地尔的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@230 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/ 0.3% 三氟乙酸水溶液 = 45/55

2. 米诺地尔标准储备溶液：称取米诺地尔标准品 10 mg（精确至 0.0001 g）置于 100 mL 容量瓶中，用 70% 甲醇水溶液溶解并定容，摇匀，配制成浓度为 100 mg/L 的标准储备溶液，于 4 °C 保存。

分离谱图：

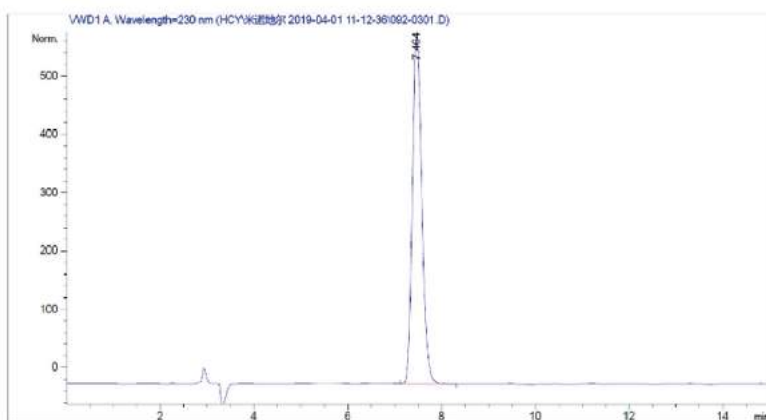


图1 标准溶液色谱图

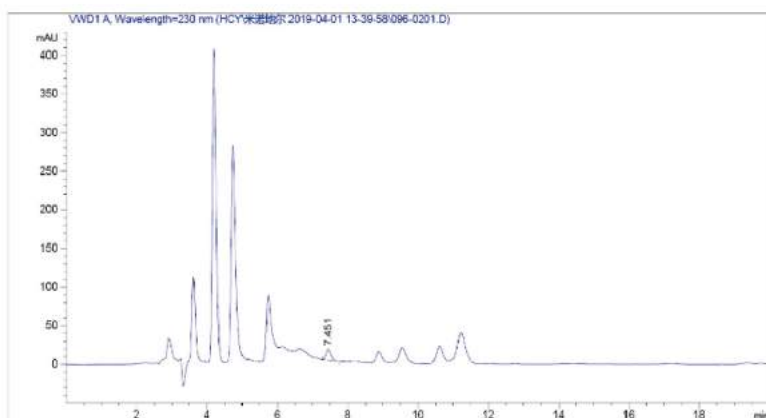


图2 洗发水样品溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	米诺地尔	7.464	12707	3.31%

马兜铃酸A

参考标准：GB/T 35949-2018 《化妆品中禁用物质马兜铃酸A的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@315 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/ 0.5% 冰醋酸 = 70/30 (体积比)。

2. 对照品溶液配制：马兜铃酸 A 标准储备溶液：称取标准品 0.01g (精确至 0.0001 g)，置 10mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容至刻度，配制成浓度约为 1mg/mL 的标准储备溶液，4°C 保存。

分离谱图：

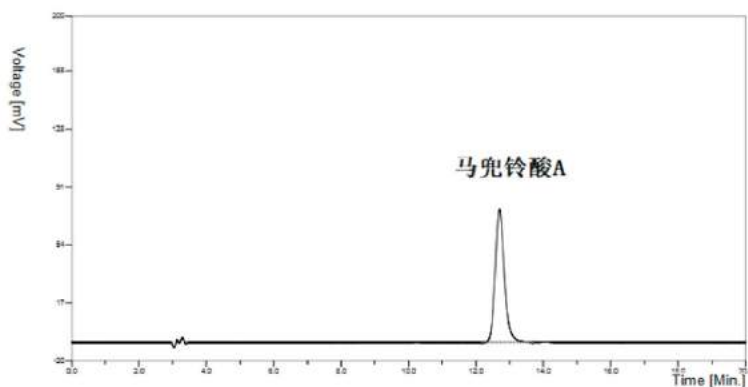


图1 马兜铃酸A对照品溶液色谱图 (50 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数
1	马兜铃酸A	12.69	11699

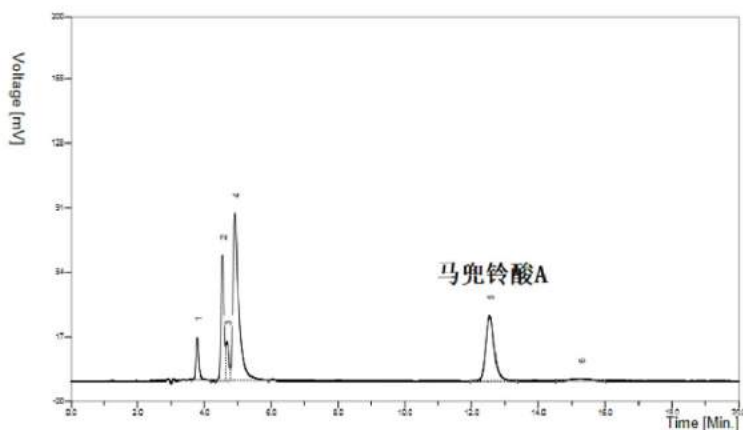


图2 化妆品样品加标色谱谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	分离度 (峰5与峰6)
5	马兜铃酸A	12.54	12861	3.38

维生素K1

参考标准：QB/T 5292-2018 《化妆品中禁用物质维生素K1的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：室温

进样量：10 μL

检测器：UV@271 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/异丙醇 = 85/15

2. 混合溶液：乙醇/正己烷 = 4/1 (体积比)

3. 维生素K1标准工作溶液：称取 10 mg 维生素 K1，用少量丙酮溶解，并用混合溶液稀释至 1 mg/mL。取出少量母液，用混合溶液配制成 0.2 mg/L、0.5 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、20.0 mg/L 的系列标准工作溶液，于 4 °C 避光保存。

分离谱图：

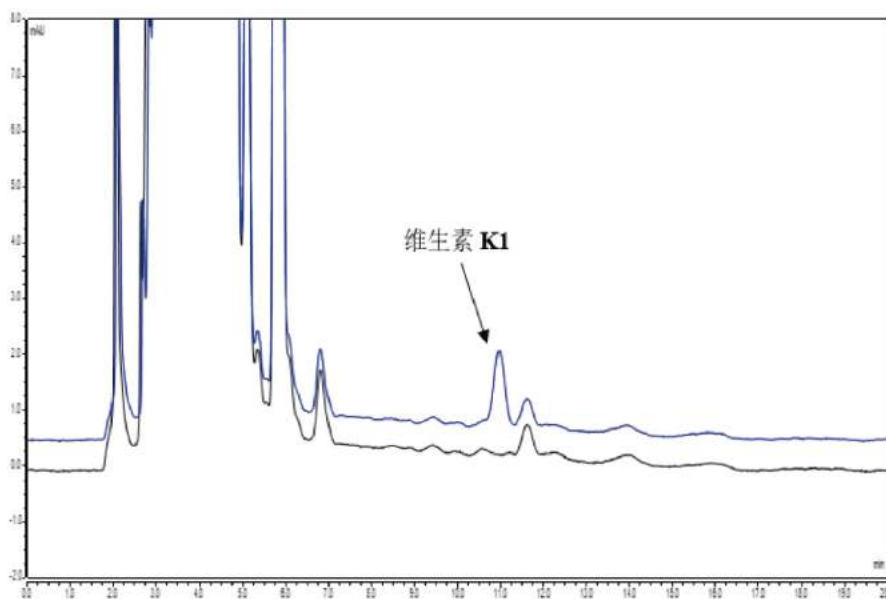


图1 某品牌防晒霜提取液色谱图（黑色：提取液；蓝色：加标）

吡咯烷酮羧酸钠

参考标准：GBT 35799-2018 《化妆品中吡咯烷酮羧酸钠的测定高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：室温

进样量：20 μL

检测器：UV@205 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：0.02 mol/L 磷酸二氢钾 (pH=3.0) / 甲醇 = 98/2

2. 吡咯烷酮羧酸钠标准储备溶液 (1.000 mg/mL)：准确称取吡咯烷酮羧酸钠标准品 0.1 g 于 100 mL 的容量瓶中，用水溶解并定容至刻度。即得吡咯烷酮羧酸钠溶液浓度为 1000 mg/L 的标准储备液。4 °C 冰箱冷藏保存，一周内有效。

分离谱图：

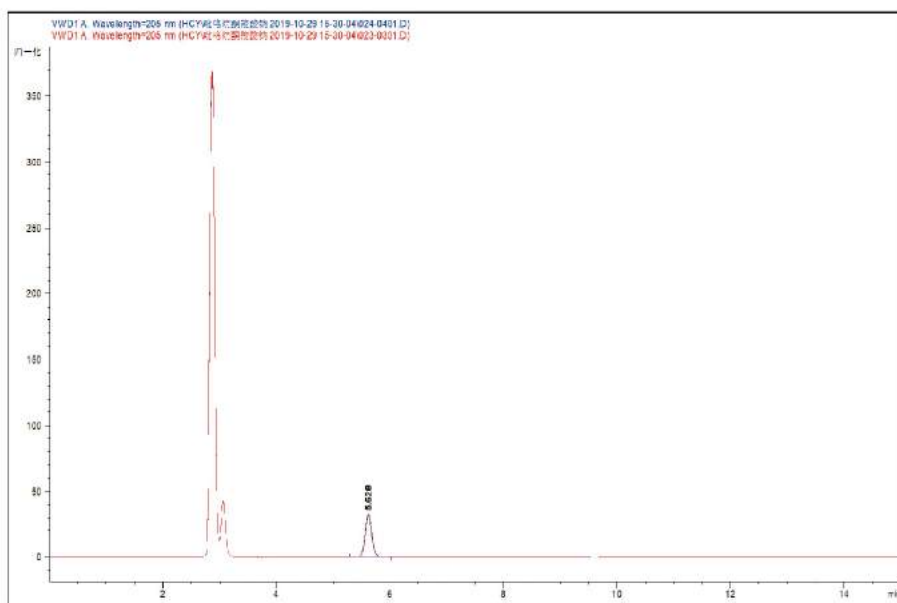


图1 加标样品重复性谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	吡咯烷酮羧酸钠	5.662	12298	0.41%

非那西丁

参考标准：GB/T 31408-2015《染发剂中非那西丁的测定 液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

样品盘温度：室温

进样量：10 μL

检测器：UV@247 nm

溶液配制：

1、色谱流动相配制：乙腈：水 = 3：7（体积比）

2. 对照品溶液配制：称取适量非那西丁用甲醇溶解并稀释至约 1 mg/mL，逐级稀释至 0.5、2、10、20 和 50 μg/mL 的标准工作溶液作标准曲线。

分离谱图：

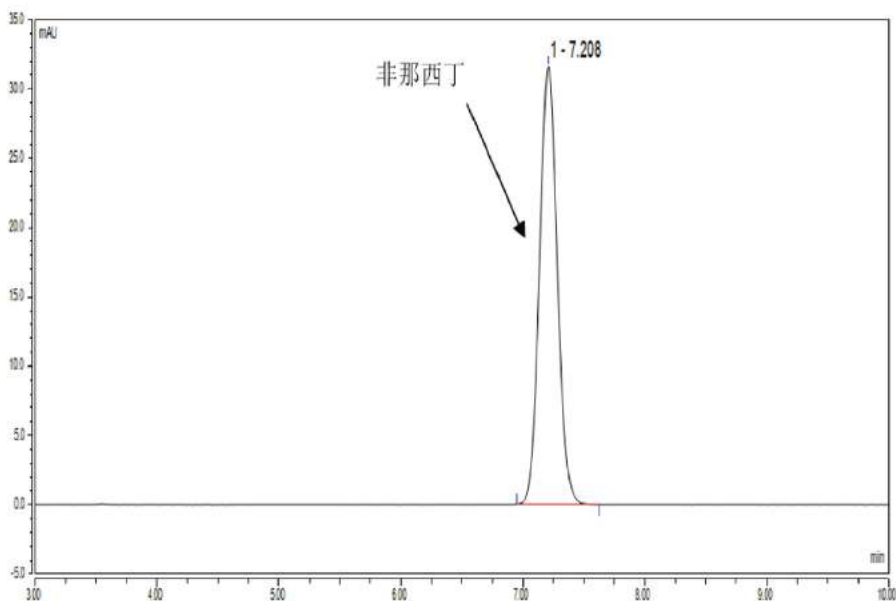


图1 非那西丁的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	非那西丁	7.208	1.06	11879

二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯

参考标准：GBT 30933-2014 《化妆品中防晒剂二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@335 nm

流动相：A：水；B：甲醇

梯度：

时间min	流动相A(%)	流动相B(%)
0	20	80
10	0	100
20	0	100
21	20	80
25	20	80

溶液配制：

1.标准曲线的制备：称取适量二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯标准品，用甲醇溶解至约 1 mg/mL，并用 80% 甲醇逐级稀释至 0.5 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL 作标准曲线。

分离谱图：

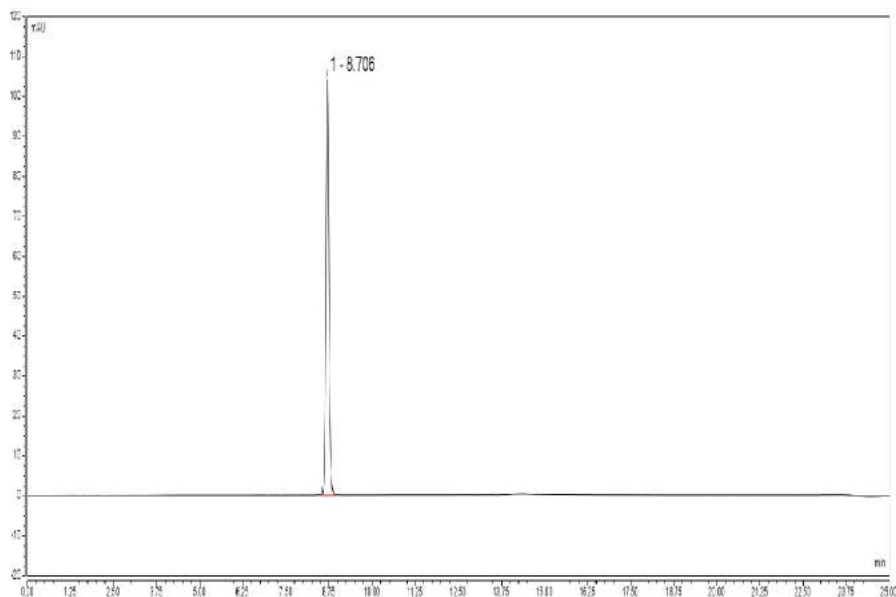


图1 二乙氨基羟苯甲酰基苯甲酸己酯的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	二乙氨基羟苯甲酰基 苯甲酸己酯	8.706	1.07	44713

脱氢醋酸及其盐类

参考标准：GBT 30934-2014 《化妆品中脱氢醋酸及其盐类的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：5 μL

检测器：UV@290 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：乙酸铵溶液/甲醇 = 93/7（体积比）

2. 标准曲线的制备：称取适量脱氢醋酸标准品，用甲醇溶解至约 1 mg/mL，并用甲醇逐级稀释至 2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL 作标准曲线。

3. 三乙胺水溶液：吸取 1mL 三乙胺于 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

4. 乙酸铵溶液：称取 1.54 g 乙酸铵置于烧杯中，加水溶解并定容至 1 L，用 1% 三乙胺水溶液调节 pH 至 7.5。

分离谱图：

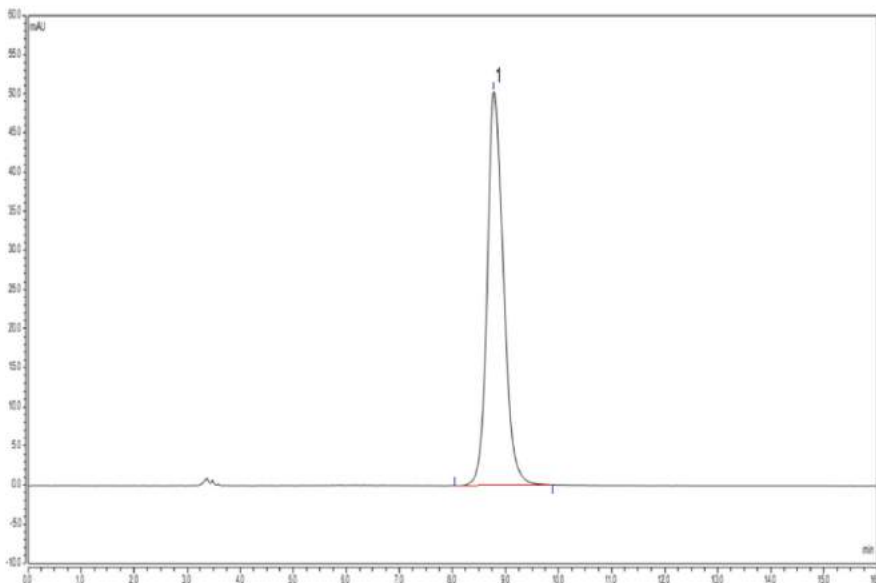


图1 脱氢乙酸的色谱图 (约92.754 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分度度	理论塔板数
1	脱氢乙酸	8.783	1.20	-	4260

维甲酸、异维甲酸

参考标准：GBT 30940-2014 《化妆品中禁用物质维甲酸、异维甲酸的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@358 nm

流动相：A：0.5% 冰醋酸甲醇溶液；B：0.5% 冰醋酸

溶液配制：

1.流动相配制：流动相 A：0.5% 冰醋酸甲醇溶液；流动相 B：0.5% 冰醋酸水溶液。

2.标准曲线的配制：称取适量维甲酸、异维甲酸标准品，用甲醇溶解至约 1 mg/mL，并用甲醇逐级稀释含有维甲酸和异维甲酸混合液至 0.15mg/L~50 mg/L 作标准曲线。

时间min	流动相A(%)	流动相B(%)
0	80	20
30	95	5
30.1	80	20
36	80	20

分离谱图：

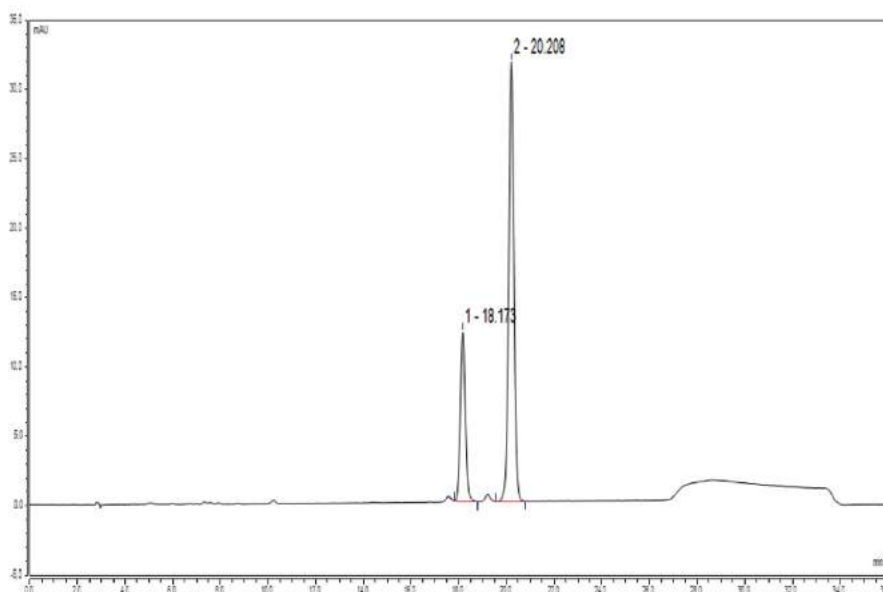


图1 维甲酸、异维甲酸的色谱图 (约7 mg/L)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分度度	理论塔板数
1	异维甲酸	18.173	1.06	5.11	34514
2	维甲酸	20.208	1.01	-	39504

二氨基嘧啶氧化物

参考标准：《化妆品中限用组分二氨基嘧啶氧化物的测定 高效液相色谱法》征求意见稿

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：25 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@287 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/水 = 9/1

2. 取本品适量，二氨基嘧啶氧化物标准曲线工作液：分别吸取二氨基嘧啶氧化物标准中间液，用10%甲醇（实际检测有很强的溶剂效应出峰异常，因此采取流动相90%甲醇稀释后解决）定容。改标准系列浓度分别为：0.5 μg/mL，1.0 μg/mL，2.0 μg/mL，5 μg/mL，10 μg/mL，25 μg/mL，50 μg/mL 临用时配制。

分离谱图：

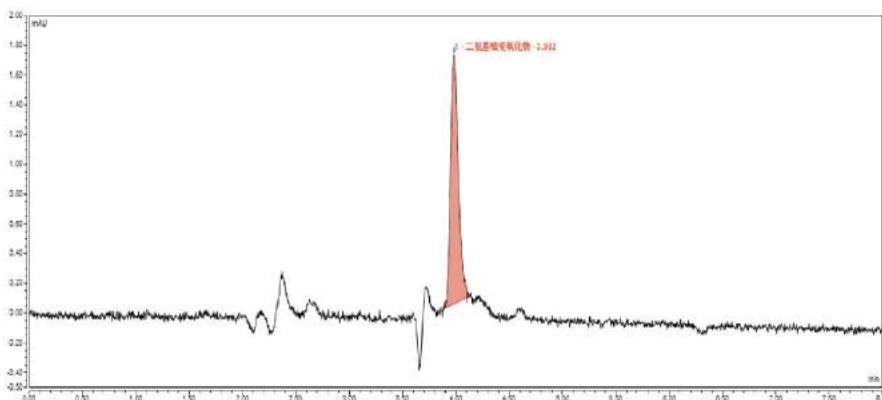


图1 二氨基嘧啶氧化物0.5 μg/mL紫外检测器分离图谱

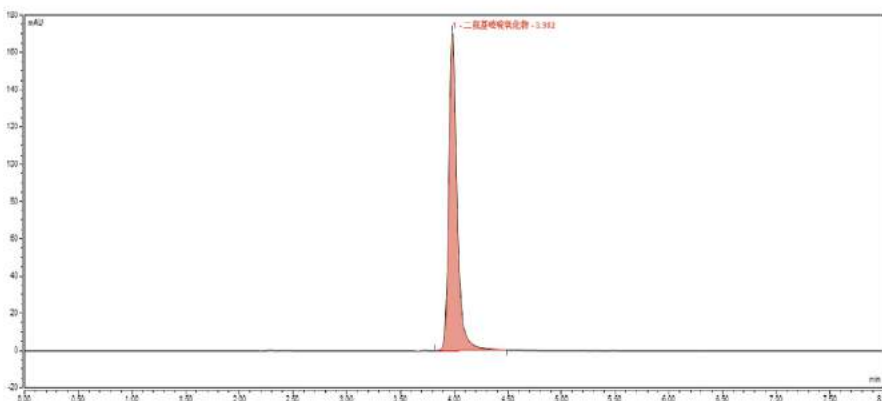


图2 二氨基嘧啶氧化物50 μg/mL紫外检测器分离图谱

三氯卡班

参考标准：GB/T 34856-2017 《洗涤用品三氯卡班含量的测定》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

样品盘温度：10 °C

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@264 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：甲醇/水 = 70/30

2. 三氯卡班标准品溶液配制：取适量涕灭威用甲醇溶解，并稀释至约 1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL 五种浓度作标准曲线。

分离谱图：

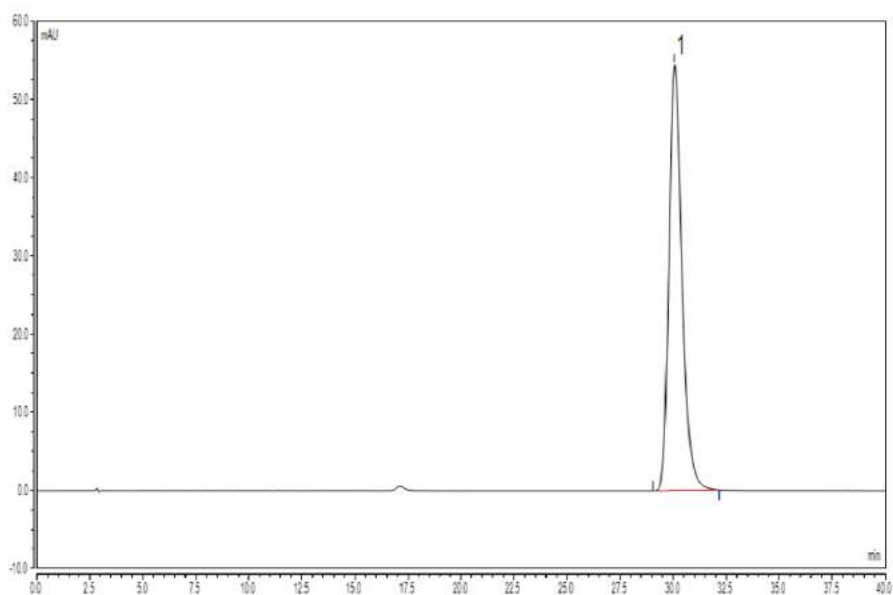


图1 三氯卡班标准品的色谱图 (50 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	三氯卡班	30.07	1.28	11739

食品安全国家标准应用

03

三氮脒

参考标准：GB 31658.18-2022+《动物性食品中三氮脒残留量的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@370 nm

流动相：A: 0.02 mol/L 甲酸铵 (pH=4.0) ; B: 甲醇

梯度：

时间 (min)	A(%)	B(%)
0	90	10
1	90	10
5	80	20
10	10	90
12	10	90
12.5	90	10
20	90	10

溶液配制：

1. 乙酸铵甲醇溶液：量取6 mL 乙酸，94 mL 甲醇，用氨水调 pH 至 7.0。

2. 定容液：水/乙酸铵甲醇溶液 = 1/1

3. 标准曲线的制备：称取适量二乙酰胺三氮脒（三氮脒实际含量为二乙酰胺三氮脒的 54.6%）标准品，用水溶解至约含三氮脒 1 mg/mL，并用纯水稀释至 10 μg/mL，备用为储备液。用定容液将 10 μg/mL 储备液逐级稀释至 0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL 作标准曲线。

分离谱图：

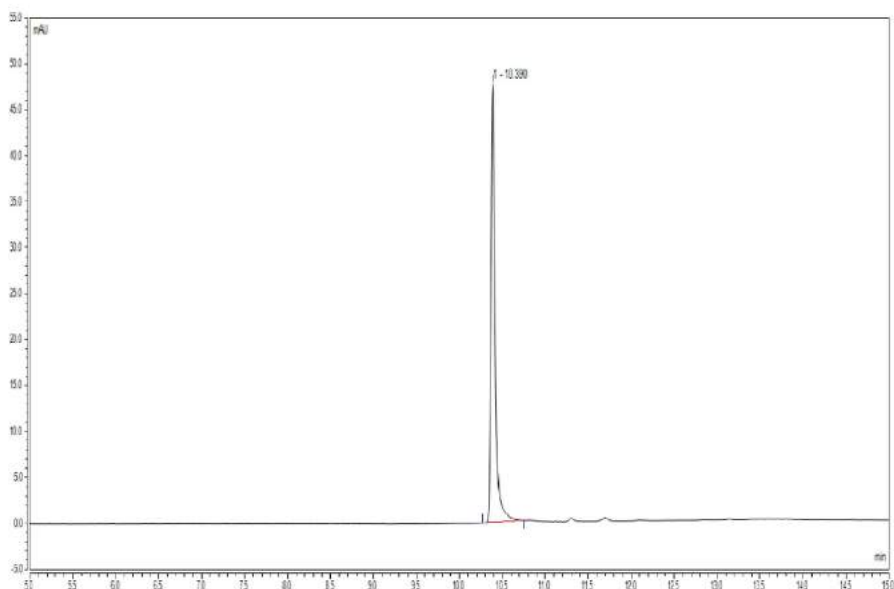


图1 三氮脒的色谱图 (约1.99μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	三氮脒	10.390	1.45	-	270882

氨丙啉

参考标准: GB 31613.1-2021 《牛可食性组织中氨丙啉残留量的测定 液相色谱-串联质谱和高效液相色谱法》

色谱条件:

色谱柱: TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30 °C

样品盘温度: 10 °C

进样量: 20 μL

检测器: UV@267 nm

溶液配制:

1.标准曲线的制备: 称取适量氨丙啉盐酸盐标准品, 用甲醇溶解至约1 mg/mL。用甲醇逐级稀释至 0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL作标准曲线。

2.流动相配制: 庚烷磺酸钠溶液/甲醇/乙腈 =60/35/5 (体积比)

3.庚烷磺酸钠溶液配制: 1.2 g 庚烷磺酸钠用 1 L 水溶解, 再加 24 mL 冰醋酸, 6 mL 三乙胺, 混匀。

分离谱图:

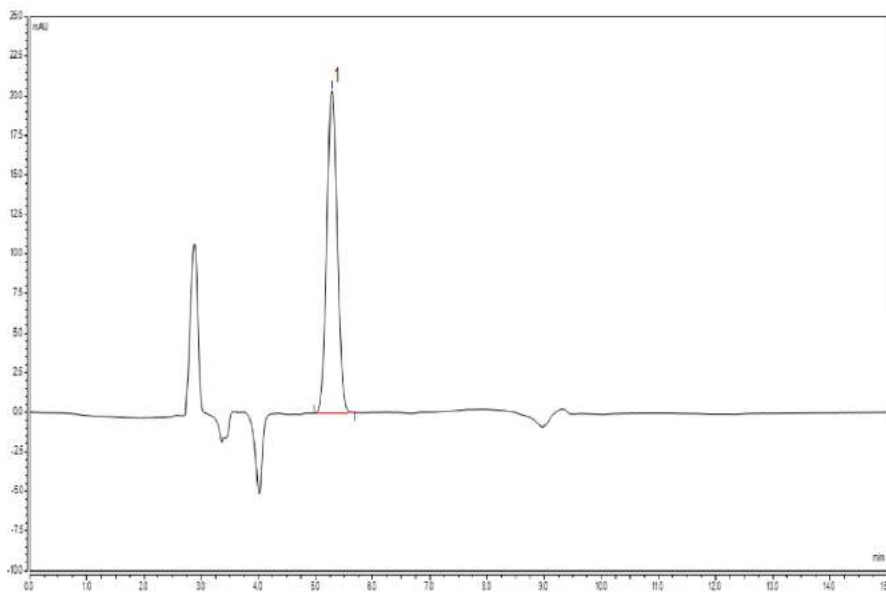


图1 氨丙啉的色谱图 (约0.01 mg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	氨丙啉	5.285	1.06	-	4088

泰乐菌素

参考标准：参考GB 31656.2-2021《水产品中泰乐菌素残留量的测定高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：35 °C

进样量：50 μL

检测器：UV@285 nm

流动相：A: 0.01 mol/L 磷酸二氢钾 (pH=2.5); B: 乙腈

梯度：

时间 (min)	A(%)	B(%)
0	75	25
3	75	25
9	50	50
16	50	50
19	75	25
25	75	25

溶液配制：

1.标准曲线的制备：称取适量泰乐菌素酒石酸盐标准品，用乙腈溶解至约 1 mg/mL。用甲醇逐级稀释至 0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、5 μg/mL、作标准曲线。

分离谱图：

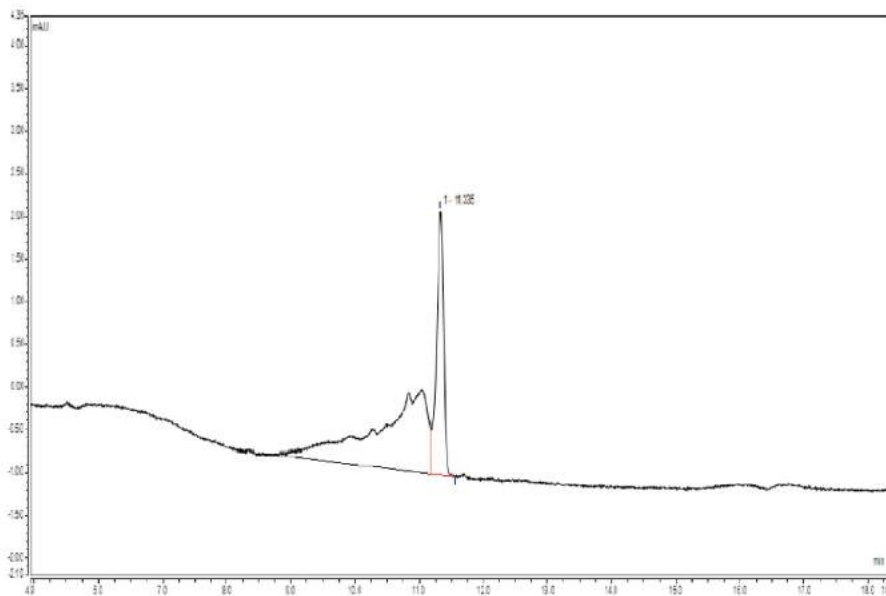


图1 泰乐菌素的色谱图 (约0.892μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	泰乐菌素	11.335	-	54874

喹啉铜

参考标准：GB 23200.117-2019《植物源性食品中喹啉铜残留量的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：40 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@252 nm

梯度：

时间(min)	草酸水溶液(%)	甲醇(%)
0	95	5
10	95	5
13	10	90
14	10	90
16	95	5
22	95	5

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：10 mmol/L 草酸水溶液，100%甲醇

2. 喹啉铜对照品溶液配制：取适量喹啉铜用甲醇溶解，并稀释至约5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL五种浓度作标准曲线。

分离谱图：

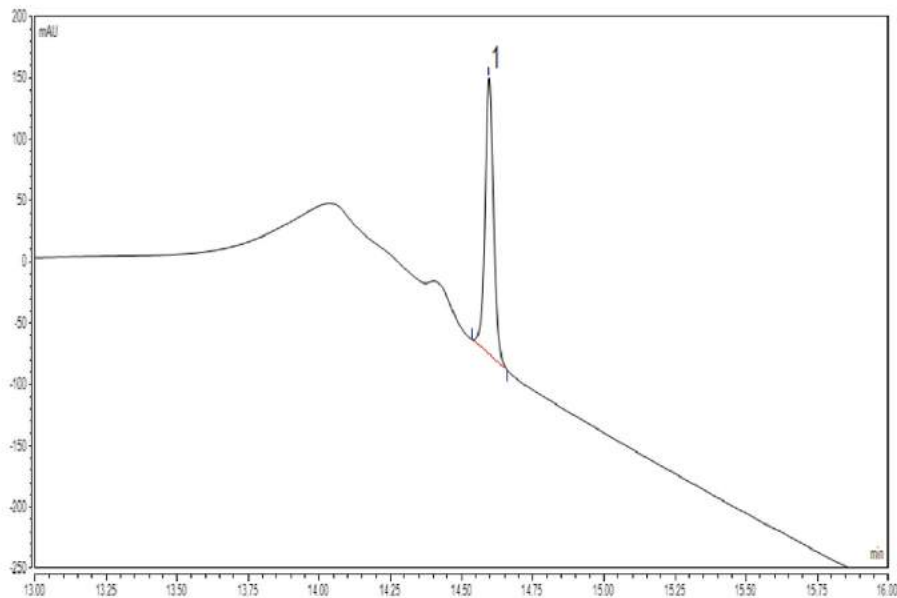


图1 喹啉铜的色谱图 (约18.53 μg/mL)

乙氧酰胺苯甲酯

参考标准：GB 31660.9-2019 《家禽可食性组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：室温

进样量：10 μL

检测器：UV@270 nm

溶液配制：

1.样品溶液配制：取乙氧酰胺苯甲酯用甲醇稀释成浓度分别为5.0、2.5、1.0、0.5、0.25、0.10、0.05 μg/mL。

2.流动相配制：乙腈/水=50/50（体积比）

分离图谱：

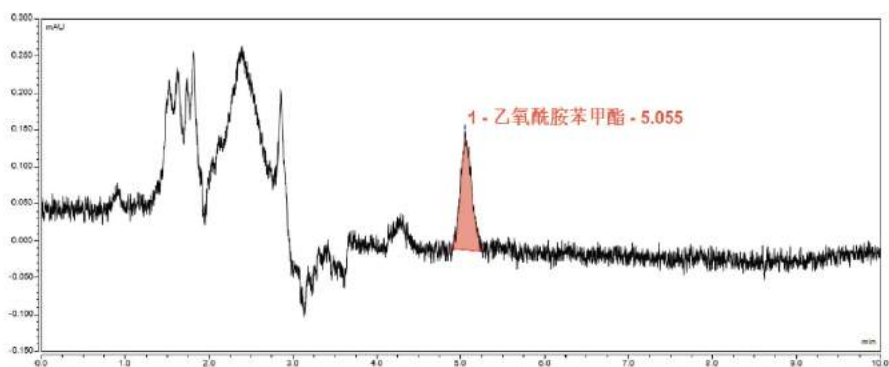


图1 乙氧酰胺苯甲酯 0.05 μg/mL紫外检测器分离图谱

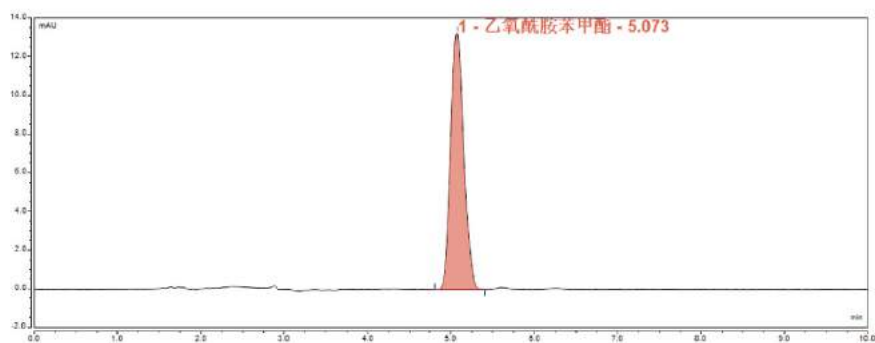


图2 乙氧酰胺苯甲酯5.0 μg/mL紫外检测器分离图谱

五氯酚

参考标准：GB 23200.92-2016 《动物源性食品中五氯酚残留量的测定 液相色谱-质谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.25 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@217 nm

样品：0.1 mg/mL

溶液配制：

1. 流动相配制：A：5 mmol/L 乙酸铵水溶液；

B：甲醇。

2. 对照品溶液 取五氯苯酚对照品制成每 1 mL 中含 0.1 mg 的溶液。

分离图谱：

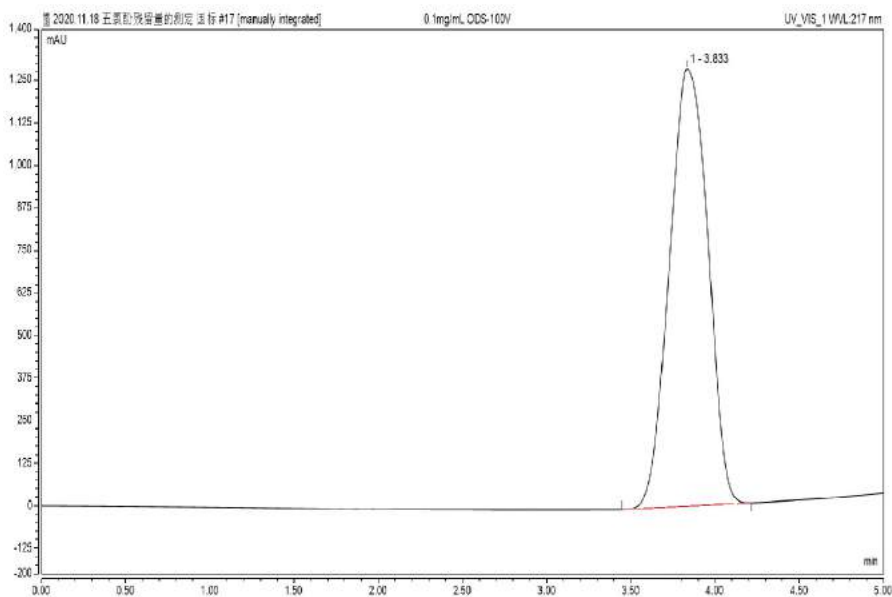


图1 五氯酚的分离图谱

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	五氯酚	3.833	1.03	1212

阿维菌素

参考标准：GB 23200.19-2016 《水果和蔬菜中阿维菌素残留量的测定 液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：40 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@245 nm

溶液配制：

1. 流动相配制：甲醇/水=9/1（体积比）

2. 标准曲线的配制：标准曲线的制备：称取适阿维菌素标准品，用甲醇溶解至约1 mg/mL，并用甲醇逐级稀释至5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL作标准曲线。

分离谱图：

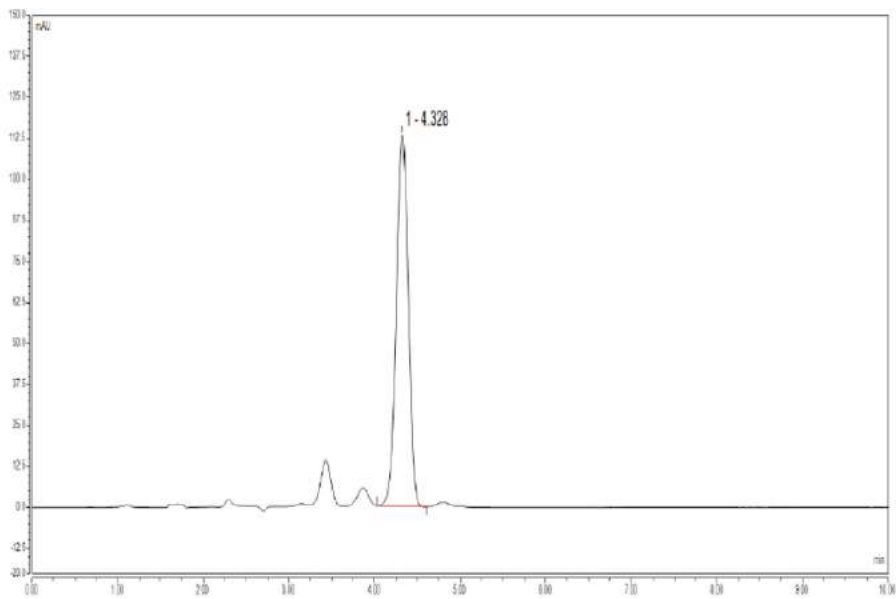


图1 阿维菌素的色谱图 (约45.03μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	阿维菌素	4.328	0.95	-	4653

左旋咪唑

参考标准：GB 29681-2013《牛奶中左旋咪唑残留量的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

样品盘温度：室温

进样量：50 μL

检测器：UV@220 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：0.02 mol/L 磷酸二氢钠二乙胺溶液，取磷酸二氢钠 2.44 g，加水 850 mL 溶解，加二乙胺 3 mL，用 10% 磷酸调 pH 至 7.5，用水稀释至 1000 mL 定容。取上述磷酸二氢钠二乙胺溶液与甲醇体积比 1 : 1 混合即为流动相。

2. 对照品溶液配制：称取适量左旋咪唑用甲醇溶解并稀释至约 1 mg/mL，逐级稀释至 10、20、50、100、200、400 和 800 μg/L 的标准工作溶液作标准曲线。

分离谱图：

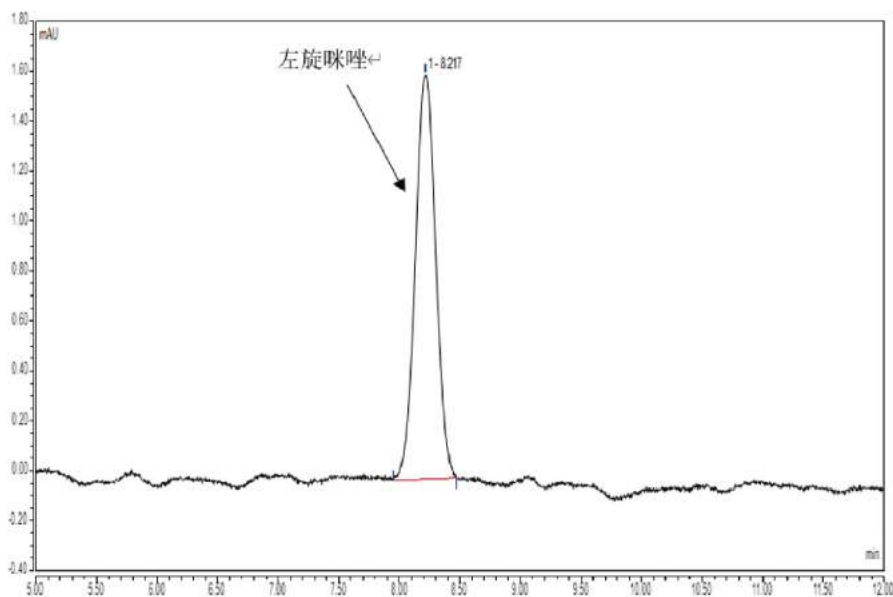


图1 左旋咪唑标准品 (175.685 μg/L) 的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	左旋咪唑	1.00	0.95	-	11636

04

食品添加剂、营养成分的分析

对香豆酸

参考标准：GB/T 40833-2021《甘蔗皮渣中对香豆酸检测方法 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@254 nm

流动相：A: 甲醇; B: 0.1%醋酸水溶液

梯度：

时间(min)	A(%)	B(%)
0	30	70
30	80	20
30.1	30	70
35	30	70

溶液配制：

1.标准曲线的制备：称取适量对香豆酸标准品，用甲醇溶解至约 2 mg/mL。用甲醇逐级稀释至 0.004 mg/mL、0.02 mg/mL、0.08 mg/mL、0.1 mg/mL、0.4 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL 作标准曲线。

分离谱图：

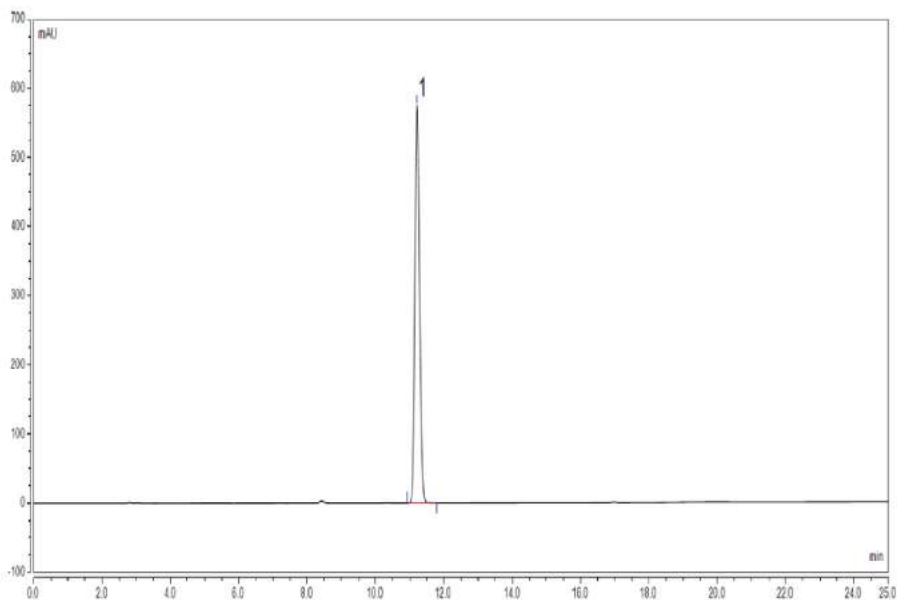


图1 对香豆酸 (0.9614 mg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	对香豆酸	11.215	1.14	31210

芒果苷

参考标准：GB/T 40832-2021 《芒果叶中芒果苷的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@258 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：乙腈/甲酸水溶液（0.1%）= 20/80（体积比）

2. 样品溶液配制：用 70% 甲醇稀释成浓度分别为 0.1 μg/mL, 0.2 μg/mL, 0.5 μg/mL, 1.0 μg/mL, 2.0 μg/mL 作为样品。

分离谱图：

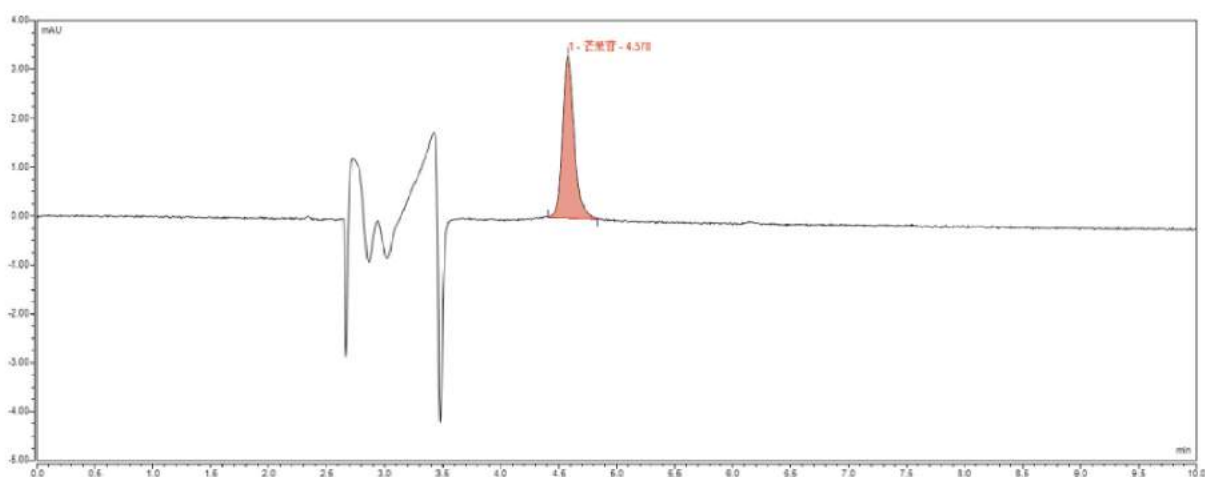


图1 芒果苷2 μg/mL更改流动相后的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	芒果苷	4.578	1.28	11099

蜂毒溶血肽

参考标准：GB/T 40486-2021《蜂毒干粉中蜂毒溶血肽含量的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：25 °C

进样量：5 μL

检测器：UV@220 nm

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：A：0.1% 三氟乙酸水溶液；

B：0.08% 三氟乙酸乙腈溶液。

2. 标准曲线的配制：称取适量蜂毒肽标准品，用纯水溶解至约 1 mg/mL，并用纯水逐级稀释至 20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL、500 μg/mL、1000 μg/mL 作标准曲线。

分离谱图：

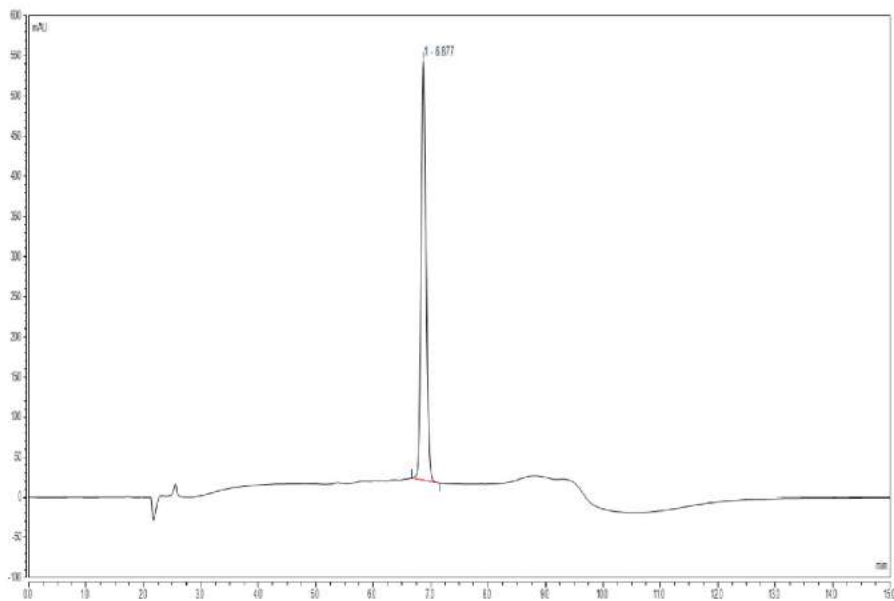


图1 蜂毒肽的色谱图 (约993.29 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	蜂毒肽	6.877	1.09	32970

丁香酸甲酯

参考标准: 国标征求意见稿《油菜蜂蜜中丁香酸甲酯的测定反相高效液相法》

色谱条件:

色谱柱: TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30 °C

进样量: 10 μL

检测器: UV@276 nm

梯度:

溶液配制:

1.标准曲线的配制: 称取丁香酸甲酯标准品, 用乙腈溶解至约 1 mg/mL, 并用纯水逐级稀释至 100 mg/L、40 mg/L、20 mg/L、10 mg/L、4 mg/L、2 mg/L、1 mg/L 的丁香酸甲酯水溶液。

时间 (min)	水(%)	乙腈(%)
0	90	10
3	70	30
7	70	30
12	90	10
20	90	10

分离谱图:

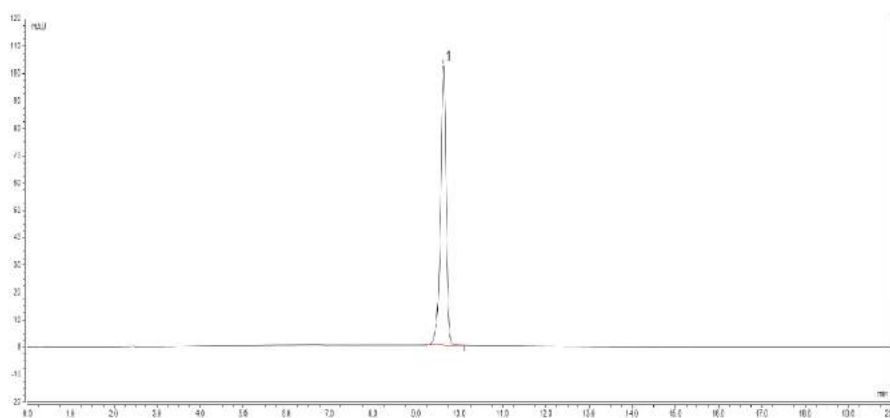


图1 丁香酸甲酯的色谱图 (约44.48 mg/L)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	丁香酸甲酯	9.625	0.88	27418

根皮苷

参考标准: 国标修订版《苹果中根皮苷的检测方法 高效液相色谱法》

色谱条件:

色谱柱: TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 38 °C

进样量: 10 μL

检测器: UV@205 nm

溶液配制:

1.流动相配制: 乙腈 / 0.01% 三氟乙酸水溶液
= 25/75

2.标准曲线的制备: 取本品适量, 根皮苷标准曲线工作液: 分别吸取根皮苷标准中间液 (4.3.1) 0.05 mL、0.1 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5 mL至10 mL容量瓶中, 用乙腈定容。该标准系列浓度分别为5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、25.0 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、250 μg/mL、1000 μg/mL。临时配制。

分离图谱:

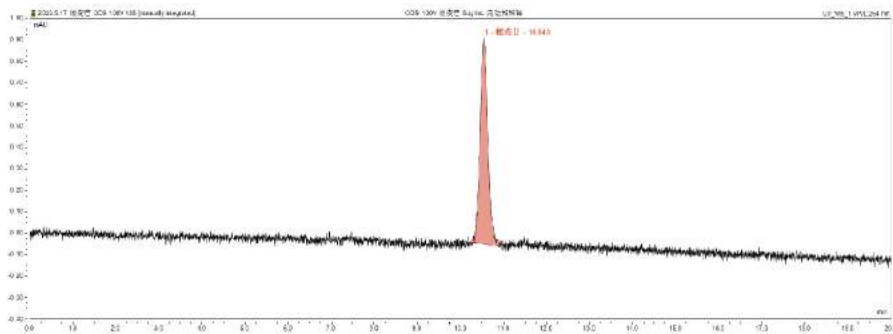


图1 根皮苷5ug/mL紫外检测器分离图谱

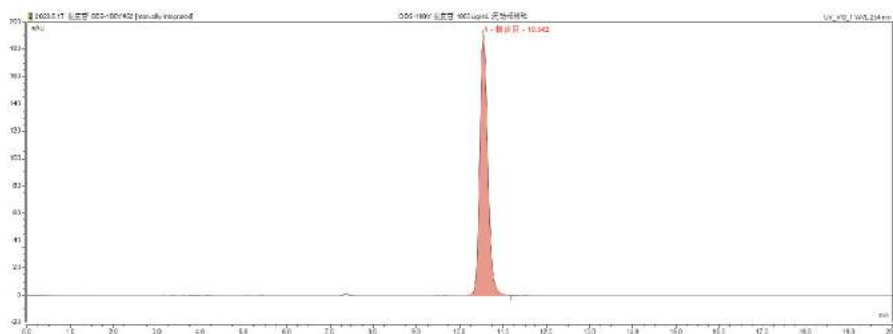


图1 根皮苷1000ug/mL紫外检测器分离图谱

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	根皮苷	10.542	1.22	15731

金丝桃苷

参考标准：GB/T 40643-2021 《山楂叶提取物中金丝桃苷的检测高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@360 nm

梯度：

时间 (min)	0.5%醋酸水溶液(%)	甲醇(%)
0	80	20
15	57	43
25	55	45
35	25	75
45	0	100
55	0	100
55.01	80	20
65	80	20

溶液配制：

1.标准曲线的制备：称取适量金丝桃苷标准品，用甲醇溶解至约2 mg/mL。用甲醇逐级稀释至0.02 mg/mL、0.04 mg/mL、0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.6 mg/mL、1.0 mg/mL作标准曲线。

分离谱图：

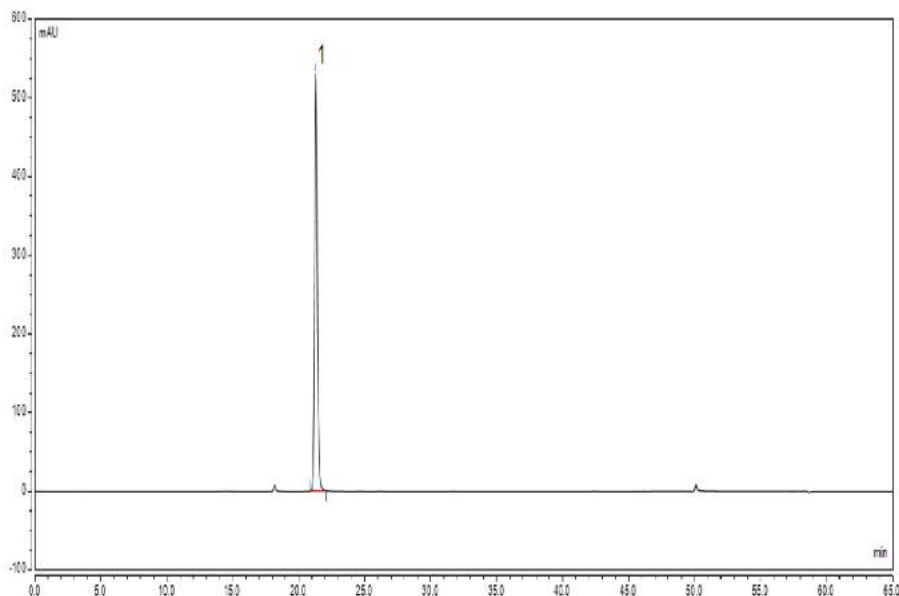


图1 金丝桃苷 (0.545 mg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	金丝桃苷	21.281	1.19	47759

蜂胶中杨树胶

参考标准：GB/T 34782-2017《蜂胶中杨树胶的检测方法 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：5 μL

检测器：UV@213 nm

梯度：

时间 (min)	乙腈(%)	0.5%磷酸(%)
0	5	95
20	5	95
20.1	100	0
30	100	0
30.1	5	95
38	5	95

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：0.5% 磷酸水溶液，100% 乙腈。

2. 标准曲线配制：称取适量水杨苷、邻苯二酚标准品，用甲醇溶解并稀释。

分离谱图：

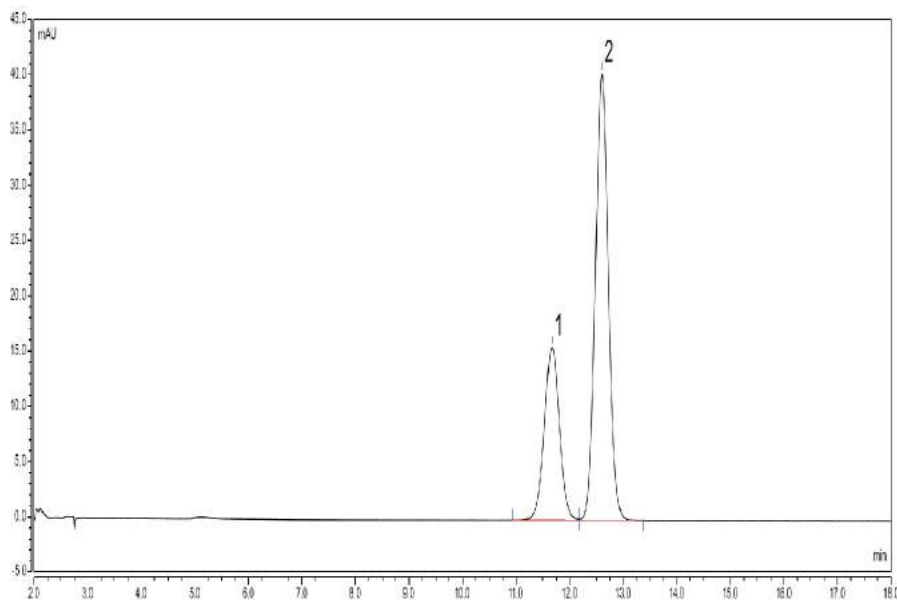


图1 标准品色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	水杨苷	11.665	1.02	8374
2	邻苯二酚	12.597	1.06	13026

食品中的有机酸(1)

参考标准：GB 5009.157-2016 《食品中有机酸的测定》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：40 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@210 nm

溶液配制：

1.流动相溶液配制：0.1% 磷酸溶液/甲醇 = 97.5/2.5 (体积比)

2.对照品溶液制备：移取适量的柠檬酸、酒石酸、苹果酸、琥珀酸、乳酸和富马酸标准溶液，加水稀释，配制浓度分别为：酒石酸 0.5 g/L、柠檬酸 1.0 g/L、苹果酸 1.0 g/L、乳酸 2.5 g/L、琥珀酸 2.5 g/L 和富马酸 2.5 mg/L 混合标准溶液。己二酸 0.1 g/L 标准溶液。精密吸取对照品溶液 20 μL，注入液相色谱仪测定。

分离谱图：

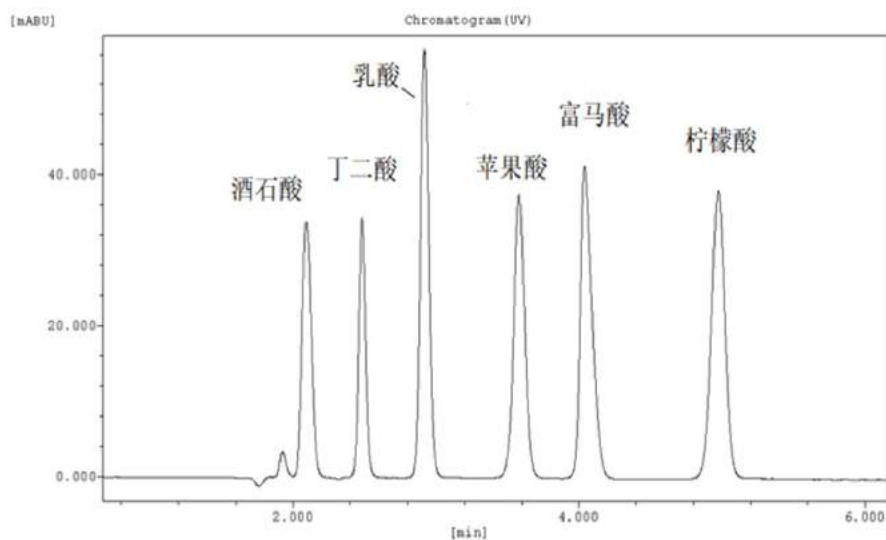


图1 有机酸对照品溶液谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	芒果苷	4.578	1.28	11099

食品中的有机酸(2)

参考标准：GB 5009.157-2016 《食品中有机酸的测定》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40 °C

进 样 量：20 μL

检 测 器：UV@210nm

溶液配制：

1.流动相溶液配制：0.1%磷酸溶液/甲醇=75/25
(体积比)

2.对照品溶液制备：移取适量的柠檬酸、酒石酸、苹果酸、琥珀酸、乳酸和富马酸标准溶液，加水稀释，配制浓度分别为：酒石酸0.5 g/L、柠檬酸 1.0 g/L、苹果酸 1.0 g/L、乳酸 2.5 g/L、琥珀酸 2.5 g/L和富马酸 2.5 mg/L混合标准溶液。己二酸 0.1 g/L标准溶液。精密吸取对照品溶液20 μL，注入液相色谱仪测定。

分离谱图：

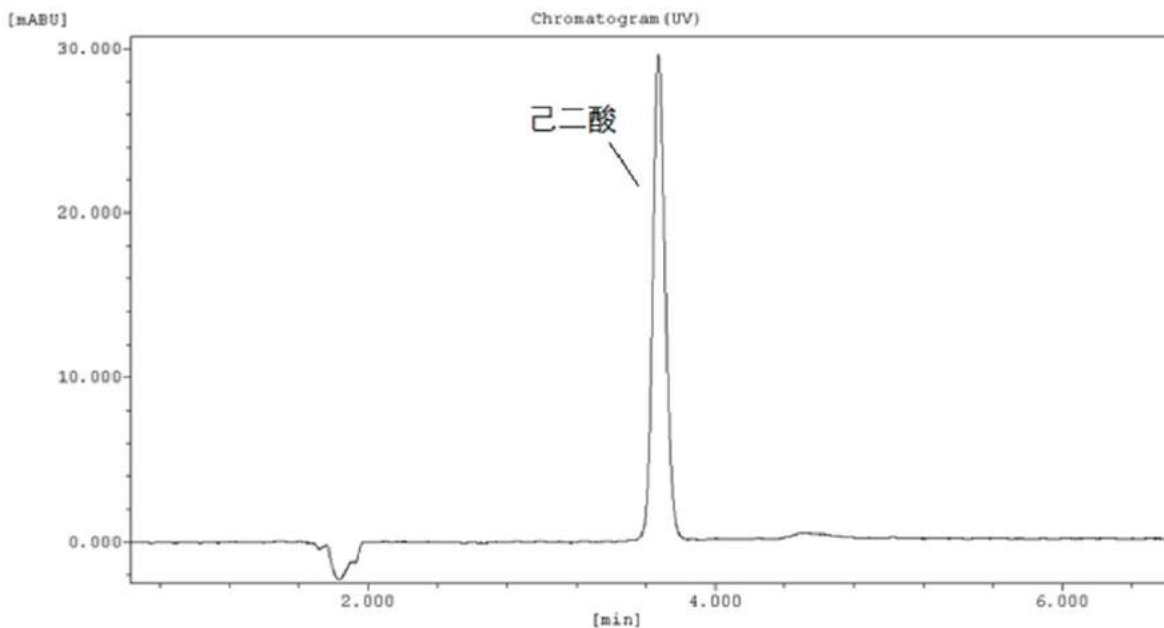


图1 己二酸对照品溶液谱图

牛磺酸

参考标准：GB 5009.169-2016 《食品中牛磺酸的测定》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：38 °C

进 样 量：10 μL

检 测 器：UV@205 nm

溶液配制：

1.流动相配制：乙酸钠溶液（10 mmol/L, pH 4.2）
/乙腈 = 70/30

2.奶粉样品：准确称取固体试样1~5 g (精确至0.01 g)于锥形瓶中，加入40 °C左右温水40 mL，摇匀使试样溶解，放入超声波振荡器中超声提取10 min。冷却到室温，加1.0 mL 沉淀剂 I，涡旋混合，1.0 mL 沉淀剂 II，涡旋混合，转入100 mL容量瓶中，用水定容至刻度，充分混匀。样液于5000 r/min下离心10 min，取上清液备用。准确吸取1.00 mL所得上清液到10 mL具塞玻璃试管中，加入1.00 mL 碳酸钠缓冲液，1.00 mL丹磺酰氯溶液，充分混合，室温避光衍生反应2 h (1 h后需摇晃1次)，加入0.10 mL盐酸甲胺溶液，涡旋混合，以终止反应，避光静置至沉淀完全。取上清液经0.45 μm微孔滤膜过滤，取滤液备用。衍生物在4 °C以下可避光保存48 h。另取1.00 mL标准工作液，与试液同步进行衍生。

分离谱图：

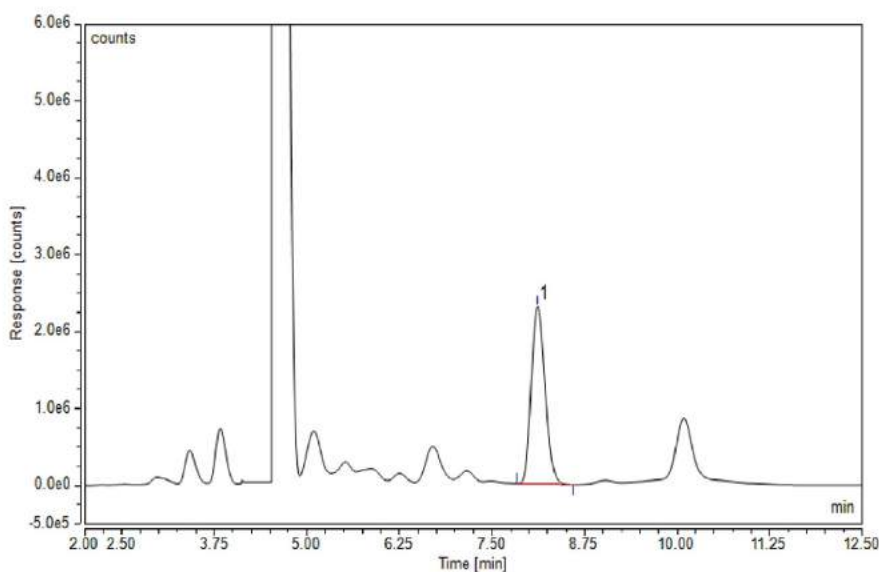


图1 牛磺酸样品溶液谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	牛磺酸	8.074	8719	0.46%

羟基柠檬酸

参考标准：GB/T 33412-2016 《生物制品中羟基柠檬酸的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：38 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@205 nm

溶液配制：

1.流动相配制：0.1%磷酸水溶液/甲醇=99/1

2.羟基柠檬酸标准储备溶液：准确称取1g（精确至0.001 g）经过95°C±2°C干燥2 h的羟基柠檬酸标准品，加适量水溶液，转移至100 mL容量瓶中，用水定容，摇匀。羟基柠檬酸标准储备液浓度为10.000 mg/mL。

分离谱图：

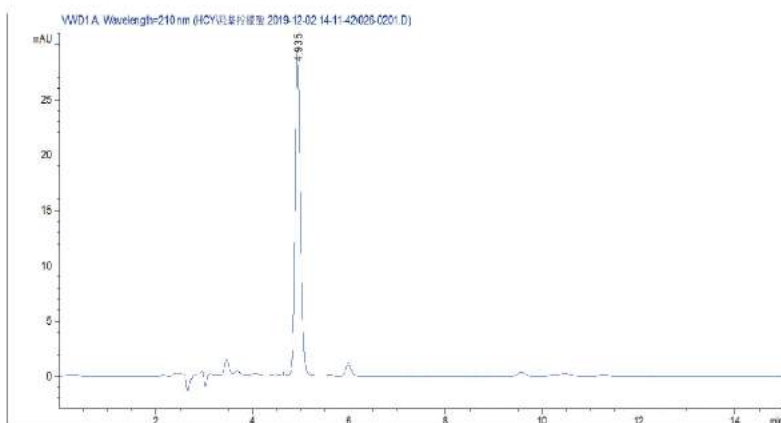


图1 标准溶液色谱图

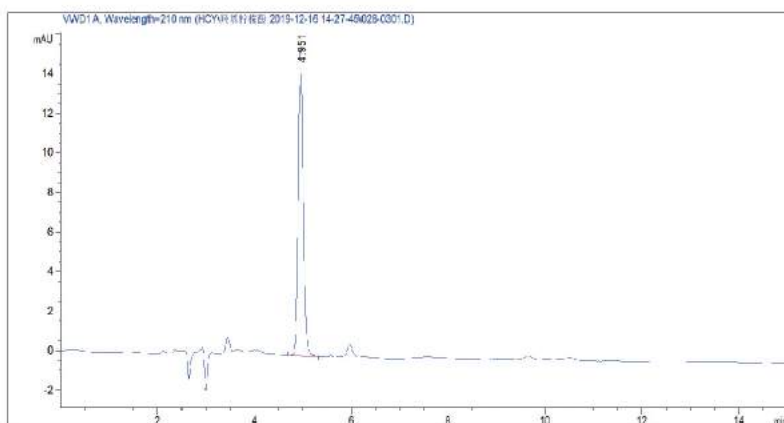


图1 藤黄果提取物色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	羟基柠檬酸	10.35	10586	1.21%

乙基麦芽酚

参考标准：GB 5009.250-2016 《食品中乙基麦芽酚的测定》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：室温

进 样 量：15μL

检 测 器：UV@276 nm

溶液配制：

1.流动相配制：0.025 mol/L磷酸二氢钠/甲醇（75/25）。

2.乙基麦芽酚的标准品溶液：浓度分别为1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L和50 mg/L。

分离谱图：

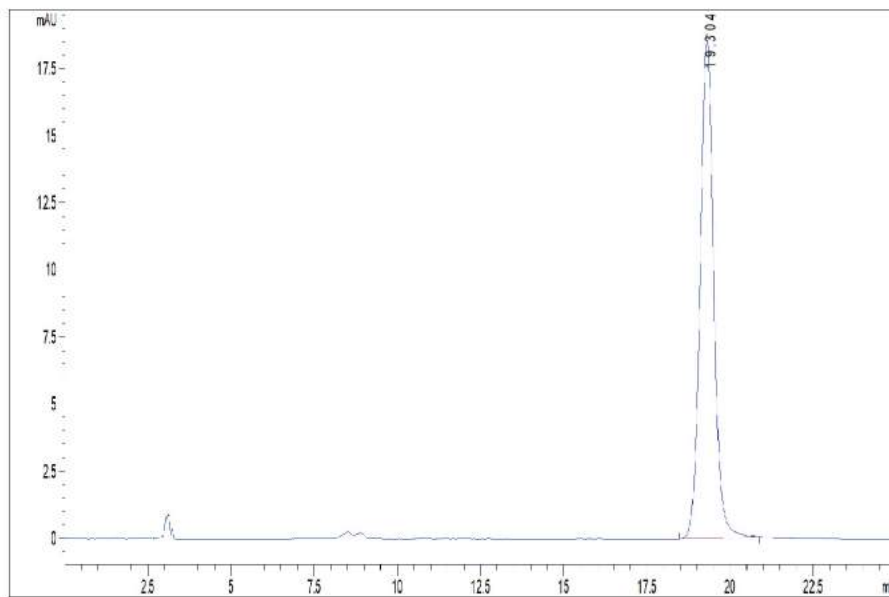


图1 乙基麦芽酚对照品溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	Area	Height
1	乙基麦芽酚	19.304	537.5	18.7

胆固醇

参考标准：GB 5009.128-2016 《食品中胆固醇的测定》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100Z (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：38 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@205 nm

溶液配制：

1.称取胆固醇标准品0.05 g（精确到0.1 mg），用无水乙醇溶解并定容50 mL，放置4 °C冰箱，不同浓度标准系列工作也采用此储备液稀释。

分离谱图：

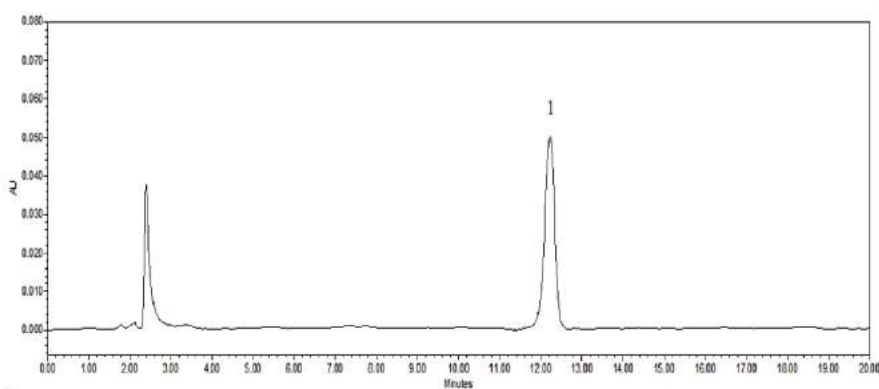


图1 胆固醇色谱图 (200 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	胆固醇	12.22	0.92	12927

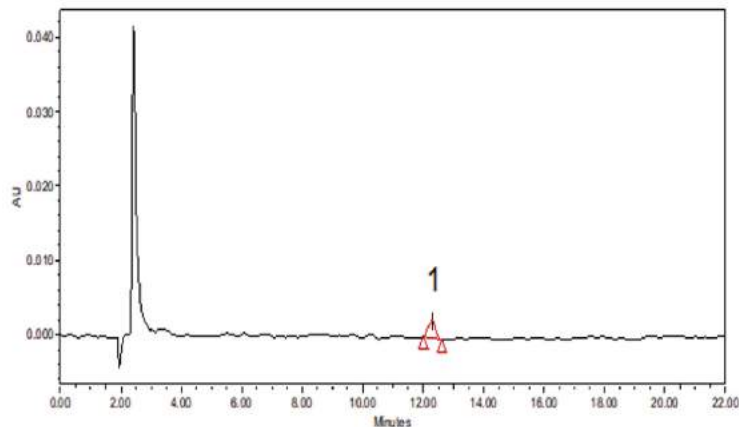


图2 胆固醇色谱图 (10 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	胆固醇	12.29	0.98	12540

维生素B1

参考标准：GB 5009.84-2016 《食品中维生素B1的测定》

色谱条件：

色 谱 柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流 动 相：0.05 mol/L乙酸钠溶液/甲醇=65/35

流 速：0.8 mL/min

检测波长：激发波长375nm，发射波长435nm

进 样 量：20 μL

检 测 器：荧光检测器

溶液配制：

1.铁氰化钾溶液（20 g/L）：称取2 g铁氰化钾，用水溶解并定容100 mL，摇匀。

2.氢氧化钠溶液（100 g/L）：称取25 g氢氧化钠，用水溶解并定容250 mL摇匀。

3.碱性铁氰化钾溶液：将5 mL铁氰化钾溶液与200 mL氢氧化钠溶液混合摇匀。

4.维生素B1标准储备液（500 ug/mL）：准确称取经五氧化二磷或者氯化钙干燥24小时的盐酸硫铵标准品56.1 mg（精确至0.1 mg），相当于50 mg硫铵素，用0.01 mol/L盐酸溶液溶解并定容100 mL摇匀。置于4℃冰箱保存不得超过3个月。

分离谱图：

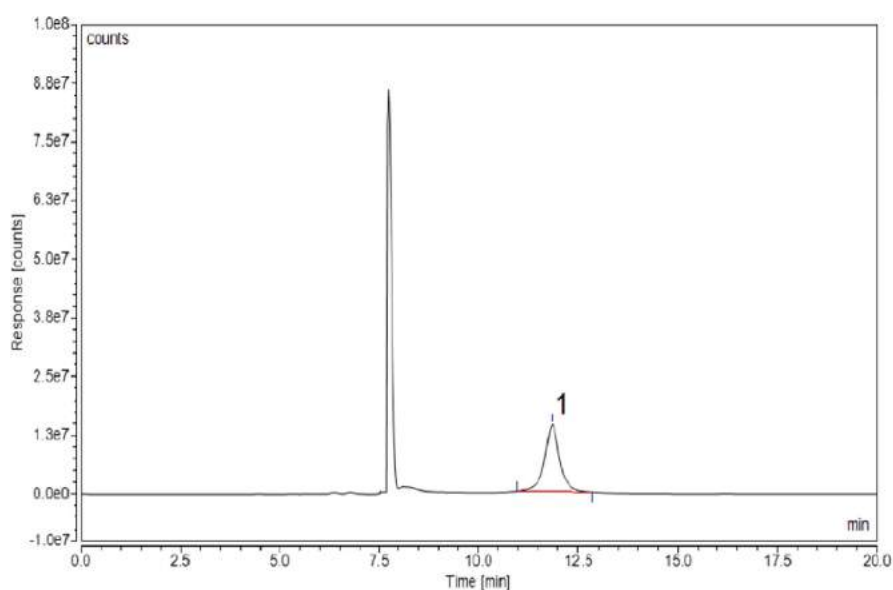


图1 维生素B1标准溶液色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	浓度(mg/L)
1	维生素B1	12.132	50

茶氨酸

参考标准：GB/T 23193-2017《茶叶中茶氨酸的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：0.8 mL/min

柱温：35 °C

样品盘温度：10 °C

进样量：20 μL

检测器：UV@210 nm

梯度：

时间 (min)	水(%)	乙腈(%)
0	100	0
10	100	0
12	20	80
20	20	80
22	100	0
40	100	0

溶液配制：

1. 色谱流动相配制：水，100%乙腈

2. 标准曲线配制：称取少量L-茶氨酸标准品，用水溶解并稀释至0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.5 mg/mL、0.1 mg/mL、0.15 mg/mL、0.2 mg/mL。

3. 待测样品配制：称取0.1 g左右茶叶，加入10 mL水，100 °C水浴浸提30 min，经0.45 μm滤膜过滤后进样。

分离谱图：

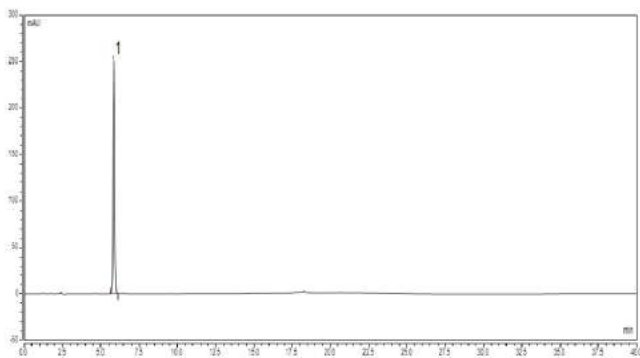


图1 茶氨酸标准品的色谱图 (0.2 mg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	茶氨酸	5.848	1.09	17789

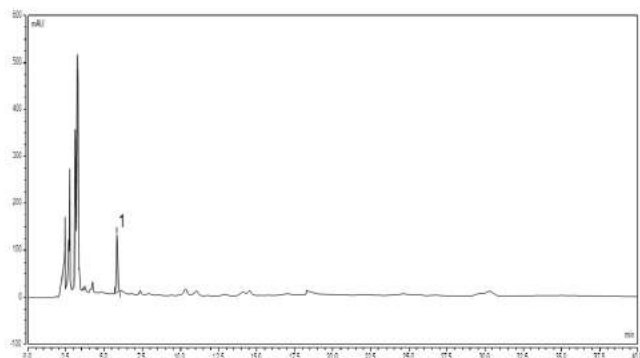


图2 茶叶提取液的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	峰面积	理论塔板数
1	茶氨酸	5.850	1.04	16.0497	19256

γ-氨基丁酸

参考标准：NY/T 2890—2016《稻米中氧基丁酸的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流动相：乙腈-乙酸钠溶液

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：UV@436 nm

样品前处理：

1.提取：称取 1 g 稻米粉末（60 目）于离心管中，加入 10 mL 80%乙醇超声提取 30 min，在旋涡混合器上震荡 2 min，静置 5 min，5000 r/min 离心 5 min，将上层清液转入 25 mL 容量瓶中，样品残渣再用 10 mL 80% 乙醇提取 1 次，合并 2 次提取液，定容 25 mL，摇匀，待衍生化。

2.衍生：移取上述稻米提取液与 γ-氨基丁酸标准品溶液各 1 mL，加入 0.2 mL 碳酸氢钠溶液与 0.4 mL 4-二甲氨基偶氮苯-4-磺酰氯衍生剂，混匀后在 70 °C 水浴中衍生反应 20 min，用 0.45 μm 水相滤膜过滤后进样。

分离谱图：

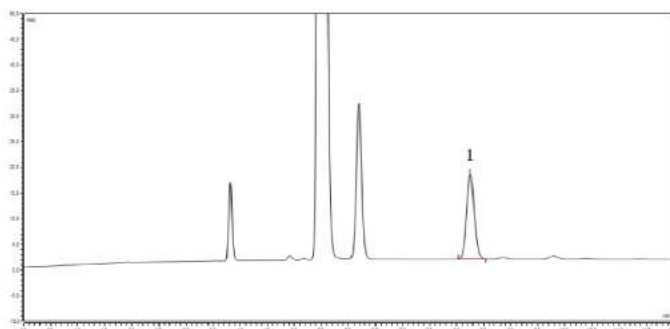


图1 γ-氨基丁酸标准品 (0.01 mg/mL) 的色谱图

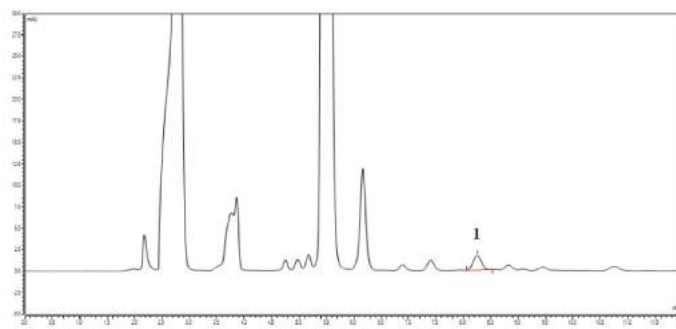


图1 稻米提取衍生液的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	γ-氨基丁酸衍生物	8.253	1.06	17232

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	γ-氨基丁酸衍生物	8.258	1.02	13426

泛酸

参考标准：GB 5009.210-2016 《食品中泛酸的测定》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×25 cm, 5 μm)

流速：1.0 mL/min

柱温：28 °C±0.5 °C

进样量：10 μL或20 μL

检测器：UV@210 nm

溶液配制：

1.流动相配制：0.02 mol/L 磷酸二氢钾 (pH=3.0) /乙腈=95/5。

2.泛酸标准储备溶液 (1.000 mg/mL)：准确称取泛酸钙 1.087 g，加水溶解并转入 1000 mL 容量瓶中，定容刻度，混匀 (4 °C冰箱中可保存5 d)。

分离谱图：

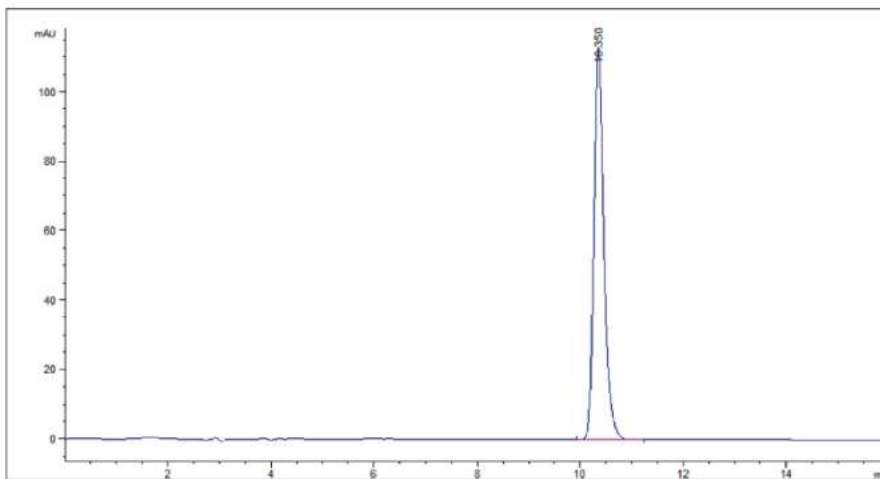


图1 标准溶液色谱图

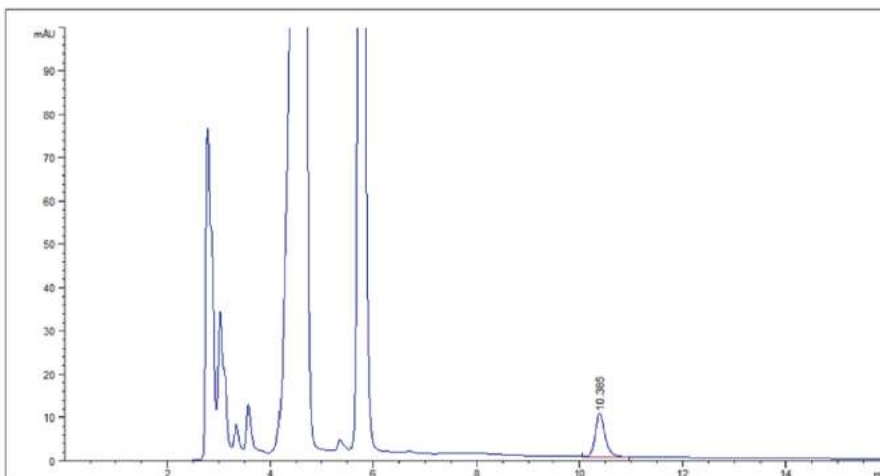


图2 复合维生素样品色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	泛酸	10.35	15186	0.33%

食用油脂中辣椒素

参考标准：《食用油脂中辣椒素的测定》食品补充检验方法

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-140HTP (2.1 mm I.D.×5 cm, 2.3 μm)

流速：0.3 mL/min

柱温：40 °C

进样量：5 μL

检测器：UV@280 nm

流动相：A: 0.1% 甲酸水溶液、B: 0.1% 甲酸乙腈溶液

梯度：

时间 (min)	A(%)	B(%)
0	85	15
1	85	15
2	10	90
9	10	90
9.1	85	15
15	85	15

溶液配制：

1.对照品溶液配制：称取一定量的合成辣椒素、二氢辣椒素、天然辣椒素，用甲醇溶解并稀释至 10 μg/mL，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

分离谱度：

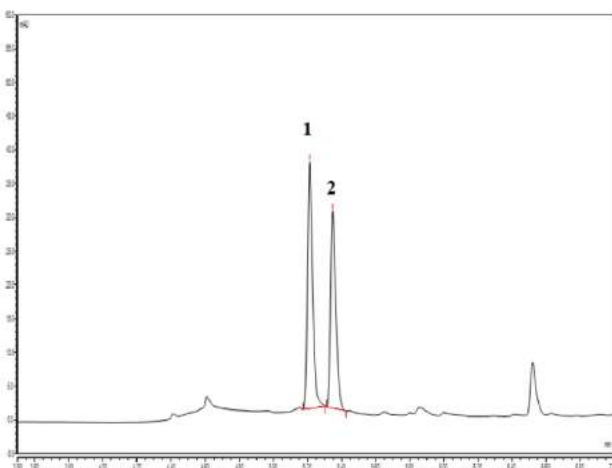


图1合成辣椒素与二氢辣椒素的色谱图

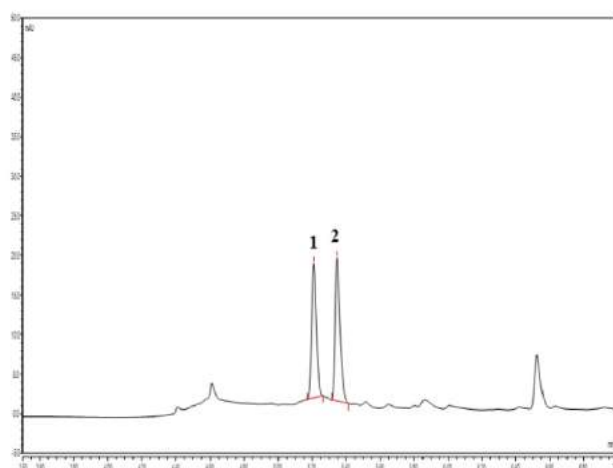


图1天然辣椒素的色谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	合成辣椒素	5.212	1.42	-	165105
2	二氢辣椒素	5.347	1.55	2.58	159368

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	分离度	理论塔板数
1	天然辣椒素	5.210	1.25	-	1656393
2	二氢辣椒素	5.348	1.44	2.66	162013

农业相关国标中的应用

05

叶酸

参考标准：NY/T 2895-2016 《饲料中叶酸的测定 高效液相色谱法》

色谱条件：

色谱柱：TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 3 μm)
流速：1.0 mL/min
柱温：38 °C
进样量：10 μL
检测器：UV@205 nm
流动相：A: 0.05mol/L磷酸二氢钠 (Ph 6.30) ; B: 甲醇
梯度：

时间 (min)	乙腈(%)	0.5%磷酸(%)
0	85	15
6	85	15
8	8	92
11	8	92
11.1	85	15
15	85	15

溶液配制：

- 0.1 mol/L 碳酸钠溶液：称取 10.6 g 无水碳酸钠，用水溶解并定容 1000 mL。
- 0.1 mol/L EDTA 溶液：称取 37.2 g 二水合乙二胺四乙酸二钠，用水溶解并定容至 1000 mL。
- 0.05 mol/L 磷酸二氢钠溶液 (pH=6.30)：称取 7.8 g 二水合磷酸二氢钠，用水溶解并定容至 1000 mL。用 0.1 mol/L 的 NaOH 调 pH 至 6.30。
- 叶酸标准储备溶液：准确称取适量叶酸标准品，用 0.1 mol/L 碳酸钠溶液溶解，加入 100 μg 抗坏血酸并用水定容至 50 mL 棕色容量瓶中，配制成 250 μg/mL 的标准储备液。4°C 避光保存，有效期为 2 个月。
- 叶酸标准工作液：准确量取 1 mL 叶酸标准储备液，用水定容至 50 mL 容量瓶中，稀释成 5.0 μg/mL 的标准工作溶液。现配现用。

分离谱图：

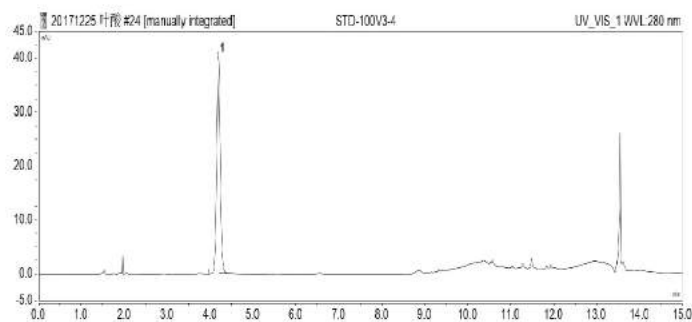


图1 叶酸对照品溶液谱图

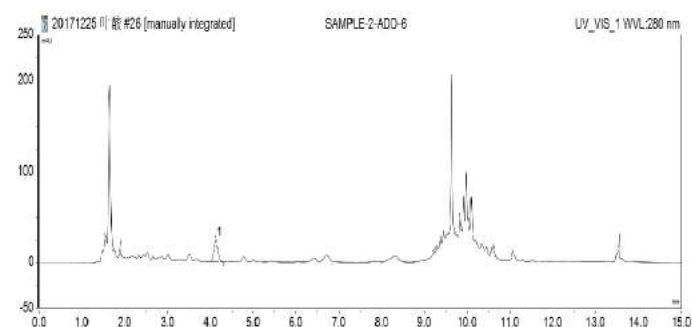


图2 加标后饲料样品溶液谱图

峰序号	名称	保留时间(min)	理论塔板数	精密度
1	叶酸	4.187	11608	2.31%

巴氯芬

参考标准: 农业部2349号公告-3-2015《饲料中巴氯芬的测定 高效液相色谱法》

色谱条件:

色 谱 柱: TSKgel ODS-100V (4.6 mm I.D.×15 cm, 5 μm)

流 速: 1.0 mL/min

柱 温: 35 °C

样品盘温度: 10 °C

进 样 量: 10 μL

检 测 器: UV@220nm

流 动 相: A: 0.1% 盐酸水溶液; B: 100% 乙腈

梯 度:

时间(min)	A(%)	B(%)
0	85	15
6	85	15
9	30	70
10	85	15
15	85	15

溶液配制:

1.巴氯芬对照品溶液配制: 取适量巴氯芬用 1 mol/L 氢氧化钠水溶液溶解, 并用 0.1% 盐酸水溶液稀释至约 0.5 μg/mL、1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL 五种浓度作标准曲线。

分离谱图:

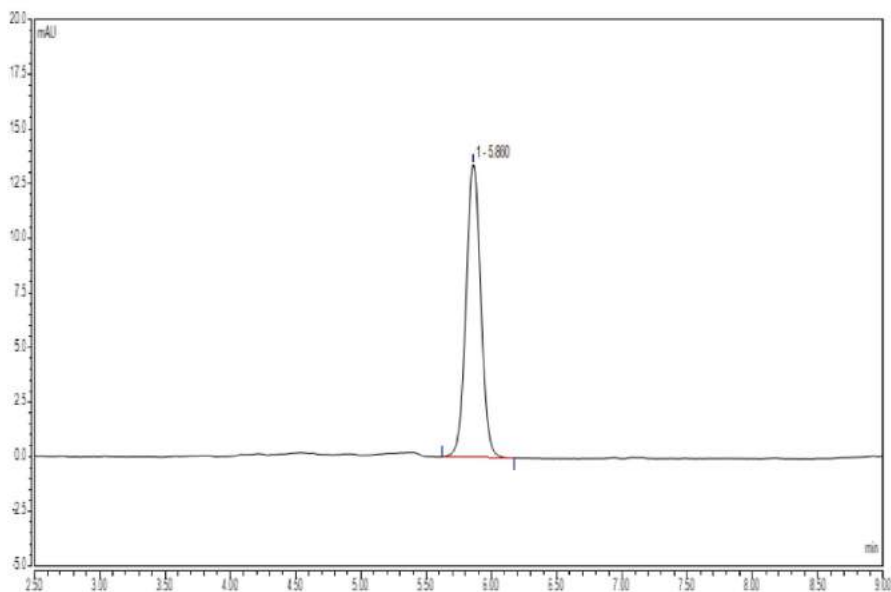


图1 巴氯芬的色谱图 (约 5.19 μg/mL)

峰序号	名称	保留时间(min)	AS	理论塔板数
1	巴氯芬	5.860	1.04	13359

附录：TSKgel 反相色谱柱一览表

硅胶基质反相色谱柱

色谱柱	官能团/键合方式	封端	含碳量 (%)	粒径 (μm)	孔径 (nm)	特长
ODS-100Z	C18alkyl, monomeric	Y	20	5,3	10	首选色谱柱
ODS-100V	C18alkyl, monomeric	Y	15	5,3	10	首选色谱柱
ODS-120T	C18alkyl, polymeric	Y	22	5	12	
ODS-120A	C18alkyl, polymeric	N	22	5	12	芳香族系样品
ODS-100S	C18alkyl, polymeric	Y	19	5	10	耐碱能力强 (适用 pH 范围宽)
ODS-80Ts	C18alkyl, monomeric	Y	15	5	8	
ODS-80Ts QA	C18alkyl, monomeric	Y	15	5	8	适用于认证实验的色谱柱
ODS-80T _M	C18alkyl, monomeric	Y	15	5	8	
Super-ODS	C18alkyl, polymeric	Y	8	2	10	高速高分辨率 ODS 色谱柱
OligoDNA RP	C18alkyl, monomeric	N	11	5	25	寡聚核酸分析用 ODS 色谱柱
Octyl-80Ts	C8alkyl, monomeric	Y	10	5	8	
Octyl-80Ts	C8alkyl, monomeric	Y	10	5	8	
Super-Octyl	C8alkyl, polymeric	Y	5	2	10	高速高分辨率 C8 色谱柱
Super-Phenyl	phenyl, polymeric	Y	3	2	10	高速高分辨率苯基色谱柱 与 C18, C8 有相同的分离选择性
CN-80Ts	CN, monomeric	Y	9	5	8	氰丙酰基反相色谱柱
TMS-250	C1alkyl, monomeric	Y	5	10	25	蛋白质分离用反相色谱柱

聚合物基质反相色谱柱

色谱柱	官能团/键合方式	封端	含碳量 (%)	粒径 (μm)	孔径 (nm)	特长
Octadecyl-2PW	C18alkyl, monomeric	—	—	5	10-20	多肽分离
Octadecyl-4PW	C18alkyl, monomeric	—	—	7	50	高分子量多肽分离
Phenyl-5PW RP	C18alkyl, monomeric	—	—	10	100	蛋白质分离
Octadecyl-NPR	C18alkyl, monomeric	—	—	2.5	nonporous	无孔型 (或非多孔型)



东曹（上海）生物科技有限公司

地址：上海市虹梅路1801号 A 区凯科国际大厦1001室

电话：021-34610856 传真：021-34610858

邮箱：info.tbs@tosoh.com.cn

网址：<https://www.separations.asia.tosohbioscience.com>

欢迎关注东曹生物微信公众号, 获取更多产品资讯



TSK-GEL、TSKgel 是 TOSOH 公司的注册商标。

TOSOH 公司版权所有, 未经 TOSOH 公司书面同意, 本数据集中的内容不得全部或部分使用或复制。

本数据集的内容可能会随公司产品的变化而发生更改, 恕不另行通知。