

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|--------------|------|------------------|
| 样品名称 | 梔子配方颗粒 | 编 号 | \ |
| 样品重量 | \ | 剂 型 | 颗粒剂 |
| 收样日期 | \ | 测试期间 | 2020/02/24-02/26 |
| 样品描述 | \ | | |
| 测试需求 | | | |
| 测试成分 | 特征图谱, 含量测定 | | |
| 参考标准 | | | |
| 参考标准 | 中药配方颗粒统一标准公示 | 标 样 | 梔子苷 |
| 仪器信息 | | | |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪 | 仪器型号 | Wisys5000 (2-2) |

● 特征谱图色谱条件:

| | | | |
|-------|--------------------------------|---------------|-----------|
| 色谱柱: | 月旭 Topsil C18 (4.6×250mm, 5μm) | | |
| 流动相 | 时间 (min) | 流动相 A(%) | 流动相 B (%) |
| | 0-10 | 8→15 | 92→85 |
| | 10-15 | 15→20 | 85→80 |
| | 15-20 | 20→25 | 80→75 |
| | 20-40 | 25→30 | 75→70 |
| 检测波长: | 0-23 min | 23.1-40 (min) | |
| | 238nm | 440nm | |
| 柱温: | 30°C | | |

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

| | |
|-------|------------|
| 流速 | 1.0 mL/min |
| 进样量: | 10 μ l |
| 注意事项: | \ |

● 流动相的配制:

流动相 A: 取色谱纯乙腈, 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B: 取 980ml 超纯水置于 1000ml 量筒中, 加入磷酸 4ml 后加超纯水定至 1000ml。经 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得;

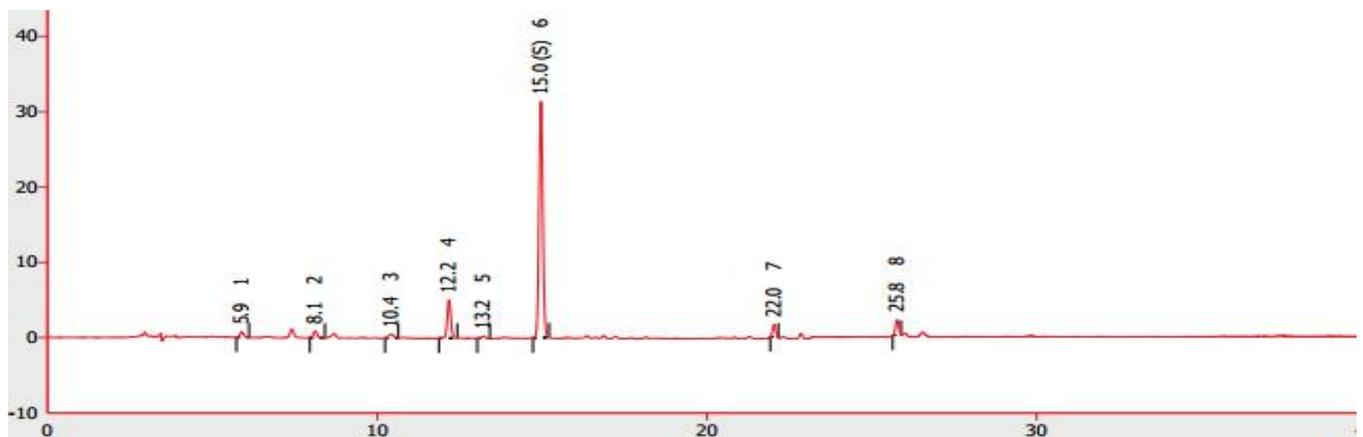
● 样品溶液的配制:

对照品溶液: 精密称取栀子苷对照品 1.0000mg, 加甲醇定容至 1ml, 摇匀, 制成每 1ml 含栀子苷 1mg 的标准工作液。移取 30 μ l 标准工作液, 用甲醇稀释至 1ml, 制成浓度为 30 μ g/ml 的对照品溶液。摇匀, 0.22 μ m 滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

供试品溶液: 精密称取本品 0.1011g, 置具塞锥形瓶中, 加 50%乙醇 50ml, 密闭, 称定重量为 91.0591g, 超声处理 30min。放冷, 再称定重量为 91.0270g, 加 50%乙醇补足减失的重量。摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: Wisys5000 月旭 Topsil C18 (4.6 \times 250mm, 5 μ m)



声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

| | 保留时间 [min] | 峰面积 [mV.s] | 峰高 [mV] | 面积 [%] | 峰高 [%] | 柱效 [th.pl] | 分离度 [-] | 对称/拖尾因子 [-] |
|---|---------------|---------------|------------|-----------|-----------|---------------|------------|----------------|
| 1 | 5.888 | 5.408 | 0.732 | 1.6 | 1.7 | 14524 | | 1.119 |
| 2 | 8.118 | 7.150 | 0.960 | 2.1 | 2.2 | 26826 | 11.359 | 1.079 |
| 3 | 10.422 | 5.557 | 0.532 | 1.7 | 1.2 | 20418 | 9.426 | 1.034 |
| 4 | 12.175 | 38.127 | 5.093 | 11.4 | 11.9 | 60333 | 7.175 | 1.042 |
| 5 | 13.222 | 2.257 | 0.279 | 0.7 | 0.7 | 61982 | 5.111 | 0.923 |
| 6 | 14.960 | 251.793 | 31.401 | 75.0 | 73.4 | 79351 | 8.205 | 1.058 |
| 7 | 22.040 | 11.257 | 1.681 | 3.4 | 3.9 | 236524 | 36.062 | 0.956 |
| 8 | 25.768 | 14.096 | 2.080 | 4.2 | 4.9 | 304016 | 20.305 | 0.992 |
| | 合计 | 335.644 | 42.758 | 100.0 | 100.0 | | | |

● 结论:

| 特征图谱 | 梔子配方颗粒特征图谱要求 | | | | | 是否符合要求 |
|-----------------------|--------------|--------|--------|--------------|--------------|--------|
| | 物质序号 | 保留时间 | 相对保留时间 | 标准方法要求相对保留时间 | 相对保留时间偏差 (%) | |
| 色谱柱: 月旭 Topsil C18 | 1 | 5.888 | 0.3936 | 0.409 | -3.7695 | 符合 |
| | 2 | 8.118 | 0.5426 | 0.554 | -2.0493 | |
| | 3 | 10.422 | 0.6967 | 0.704 | -1.0429 | |
| | 4 | 12.175 | 0.8138 | 0.806 | 0.9723 | |
| | 5 | 13.222 | 0.8838 | 0.881 | 0.3205 | |
| | 6(S) | 14.96 | 1.0000 | - | - | |
| | 7 | 22.04 | 1.4733 | 1.455 | 1.2551 | |
| | 8 | 25.768 | 1.7225 | 1.709 | 0.7876 | |

(注: 要求相对保留时间应在规定值的 $\pm 8\%$ 范围以内。)

月旭 Ultimate® Plus-C18 (4.6×250mm, 5 μ m) 在此条件各峰相对保留时间符合要求, 且各峰对称性较好。

● 含量测定色谱条件:

| | |
|-------|---------------------------------------|
| 色谱柱: | 月旭 Xtimate® C18(4.6×250mm, 5 μ m) |
| 流动相 | 乙腈: 水=15: 85 |
| 检测波长: | 238 nm |
| 柱温: | 30°C |

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

| | |
|-------|------------|
| 流速 | 1.0 mL/min |
| 进样量: | 10 μ l |
| 注意事项: | \ |

● 流动相的配制:

乙腈: 取色谱纯乙腈, 使用 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得;

水: 取超纯水, 使用 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得;

● 样品溶液的配置:

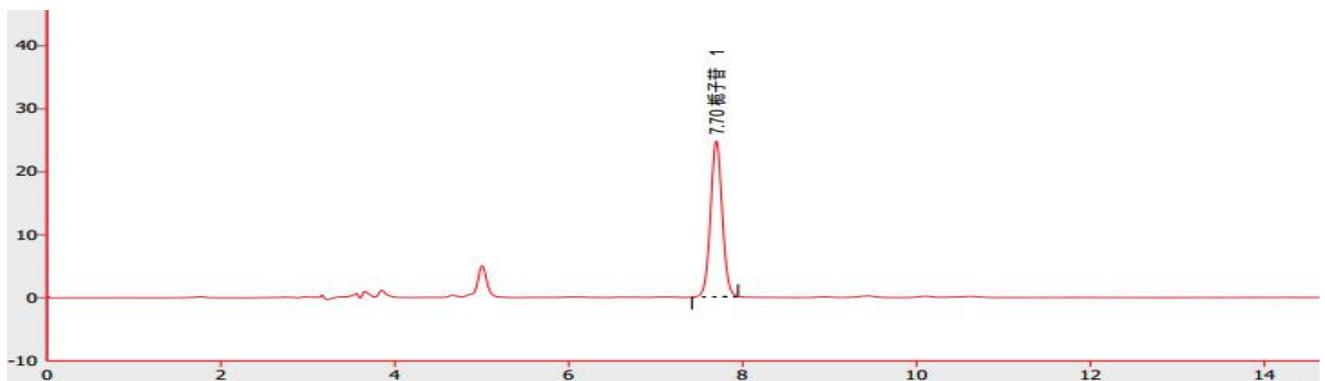
供试品溶液: 精密称取本品 0.1011g, 置具塞锥形瓶中, 加 50%乙醇 50ml, 密闭, 称定重量为 91.0591g, 超声处理 30min。放冷, 再称定重量为 91.0270g, 加 50%乙醇补足减失的重量。摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

对照品溶液: 精密称取栀子苷对照品 1.0000mg, 加甲醇定容至 1ml, 摇匀, 制成每 1ml 含栀子苷 1mg 的标准工作液。移取 30 μ l 标准工作液, 甲醇稀释至 1ml, 摇匀, 0.22 μ m 滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: WISys 5000 (2-2) 月旭 Xtimate® C18 (4.6 \times 250mm, 5 μ m)

(1) 供试品溶液



| | 保留时间 [min] | 峰面积 [mV.s] | 峰高 [mV] | 面积 [%] | 峰高 [%] | 柱效 [th.p] | 分离度 [-] | 对称/拖尾因子 [-] |
|----|---------------|---------------|------------|-----------|-----------|--------------|------------|----------------|
| 1 | 7.697 | 230.953 | 24.733 | 100.0 | 100.0 | 15609 | | 1.044 |
| 合计 | | 230.953 | 24.733 | 100.0 | 100.0 | | | |

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

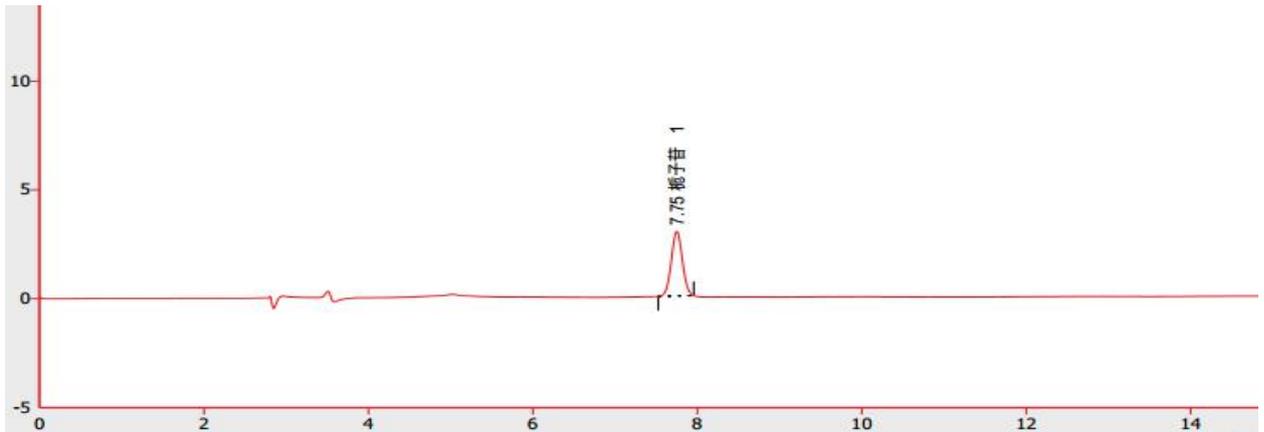
Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

(2) 对照品溶液:



| | 保留时间 [min] | 峰面积 [mV.s] | 峰高 [mV] | 面积 [%] | 峰高 [%] | 柱效 [th.pl] | 分离度 [-] | 对称/拖尾因子 [-] |
|---|------------|------------|---------|--------|--------|------------|---------|-------------|
| 1 | 7.748 | 27.772 | 2.964 | 100.0 | 100.0 | 15462 | | 1.044 |
| | 合计 | 27.772 | 2.964 | 100.0 | 100.0 | | | |

| 含量测定 | 栀子配方颗粒含量测定要求 | | | | | | | | | 是否符合要求 |
|-----------------|--------------|--------|---------|---------|--------|----------------|-------|----------|-----------------|--------|
| 色谱柱 Xtimate®C18 | 物质序号 | 对照峰面积 | 样品峰面积 | 对照浓度 | 样品称样量 | 稀释倍数 | 对照品含量 | 每克样品含量 | 标准含量 | 符合 |
| | 1 | 27.772 | 226.992 | 30ug/ml | 0.1011 | 样品置 50ml50% 乙醇 | 98.7% | 121.01mg | 95.0mg-184.0 mg | |

使用月旭 Xtimate® C18 (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下条件下, 每 1g 样品含栀子苷 121.01mg, 可以满足检测要求。

● 结论总结:

| 测试项目 | 色谱柱 | 是否合格 |
|--------|---------------------------------|------|
| 特征谱图测定 | 月旭 Topsil C18(4.6×250mm, 5μm) | 合格 |
| 含量测定 | 月旭 Xtimate® C18(4.6×250mm, 5μm) | 合格 |

综上: 月旭 Topsil C18 (4.6×250mm, 5μm) 符合特征谱图测定要求, 月旭 Xtimate® C18(4.6×250mm, 5μm)色谱柱符合含量测定要求。

报告签字

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com

测试: 陈艳芝

日期: 2020-03-07

审核: 陈再洁

日期: 2020-03-08

月旭科技

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园 10 号楼

邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail:yanzhichen@welchmat.com