

测试报告

样品信息			
样品名称	感冒解毒颗粒	编号	W20171030-002
样品重量	\	剂型	颗粒剂
收样日期	2017/10/30	测试期间	2017/11/06-11/08
样品描述	为颗粒剂		
测试需求			
测试成分	连翘苷		
参考标准			
参考标准	客户提供	标样	连翘苷对照品
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	赛默飞 U3000

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate®LP -C18 (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	乙腈/水=23/77
检测波长:	277nm
柱温:	35℃
流速:	1.0mL/min
进样量:	10μL
注意事项:	/

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: xiaomeiwu@welchmat.com

● 流动相配置:

取水, 抽滤, 在线混合。

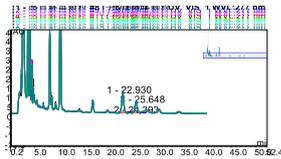
● 样品溶液的配制:

对照品溶液的制备: 取连翘苷对照品 20mg, 精密称定, 用甲醇配成 0.4mg/ml 的溶液, 即得。

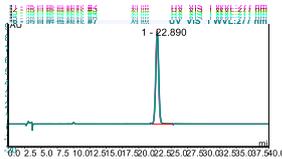
供试品溶液: 取本品 8g, 加入甲醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 20 分钟, 放冷, 滤过, 取续滤液 25ml, 加乙酸铅 2g, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 置水浴上蒸至近干, 加 1g 中性氧化铝伴样后, 水浴蒸干, 加中性氧化铝 (100-200 目层析用中性氧化铝 1g, 柱内径 15mm) 上, 以 70% 乙醇 80ml 洗脱, 收集洗脱液, 水浴浓缩至干, 残渣加 50% 甲醇 10ml, 超声使溶解, 摇匀, 滤过, 即得。

● 谱图和数据

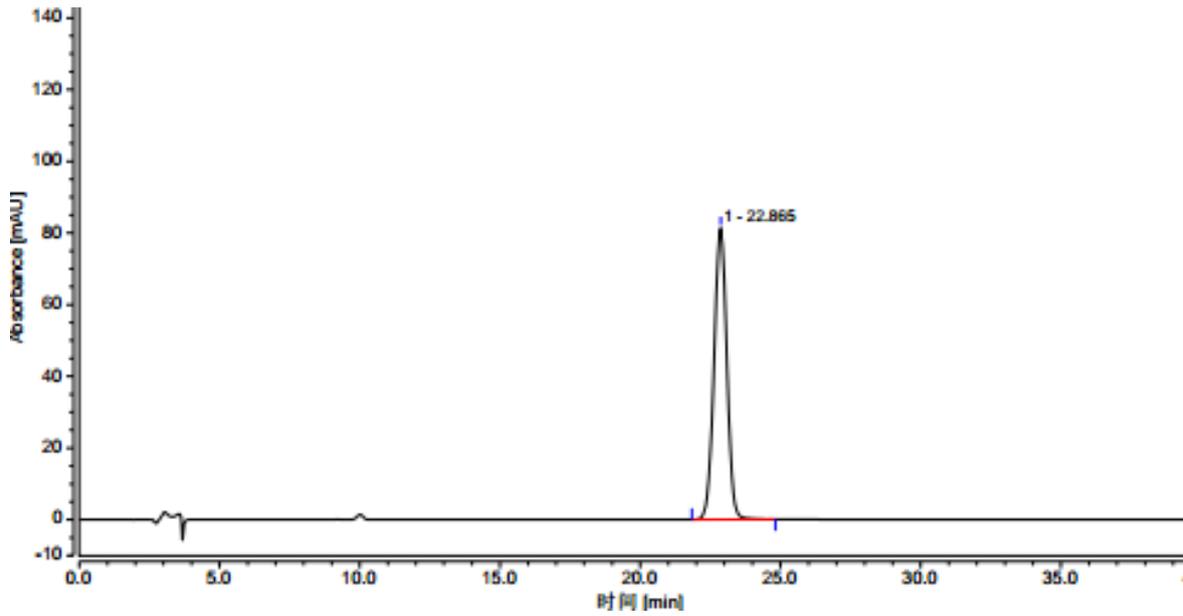
1、 供试品溶液 (连续 8 针)



2、 对照品溶液 (连续 6 针)

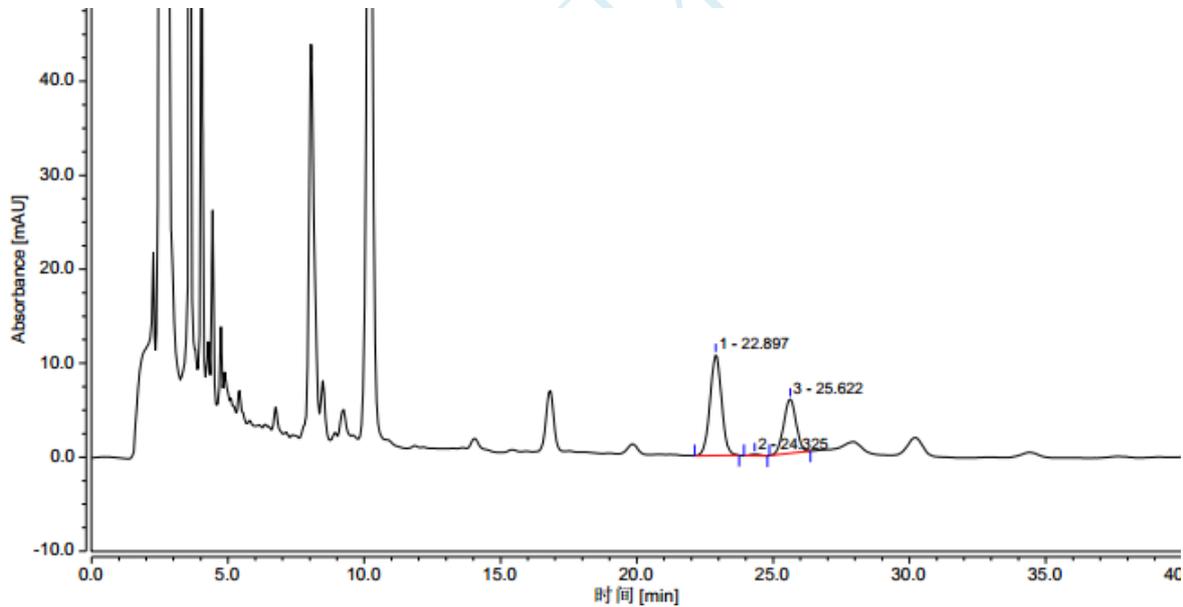


3、对照品溶液色谱图



序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)	分离度 (EP)
1		22.865	43.039	100.00	12100	0.99	n.a.

4、供试品溶液色谱图



序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)	分离度 (EP)
1		22.897	5.269	62.90	14231	1.02	2.02
2		24.325	0.063	0.75	22376	1.10	1.74
3		25.622	3.045	36.35	14787	0.98	n.a.

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: xiaomeiwu@welchmat.com

结论

用月旭 Ultimate®LP- C18 (4.6×250mm, 5μm), 采用以上色谱条件进行试验, 能满足检测需求。

测试过程中发现, 供试品溶液刚过滤好时是澄清的, 在放置过程中, 会慢慢变浑, 过夜后有沉淀。采用离心过滤, 放置过程也会变混浊, 过夜后有沉淀。怀疑为前处理中加乙酸铅这一步引起。尝试加入乙酸铅后超声 30 分钟, 并放置约 10 分钟后再过滤进行后续操作, 但最后样品还是会慢慢变混, 最后析出沉淀。色谱柱连续进样后柱压呈上逐渐上升趋势, 打开色谱柱术头, 发现填料变黄, 修复后, 柱压无下降。

报告签字

测试: 吴小梅

日期: 2017-11-10

审核: 郭德勇

日期: 2017-11-10