

## 测试报告

样品信息			
样品名称	防己配方颗粒	编 号	\
样品重量	\	剂 型	颗粒剂
收样日期	\	测试期间	2020/05/09-05/18
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	防己诺林碱/粉防己碱
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	WISys 5000 (2-2) Waters 2695 (2-3)

● 特征谱图色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5μm)		
流动相	时间 (min)	流动相 A(%)	流动相 B (%)
	0-30	10→20	90→80
	30-70	20	80
柱温:	30°C		
检测波长	282nm		
流速	1mL/min		
进样量:	10 μl		

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

注意事项:	\
-------	---

## ● 流动相的配制:

流动相 A (乙腈): 取色谱纯乙腈, 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (0.2%磷酸溶液 (含 0.4%三乙胺)): 取 480ml 超纯水置于 500ml 量筒中, 加入磷酸 1ml、三乙胺 2ml 后加超纯水定容至 500ml。经 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤, 即得。

## ● 样品溶液的配制:

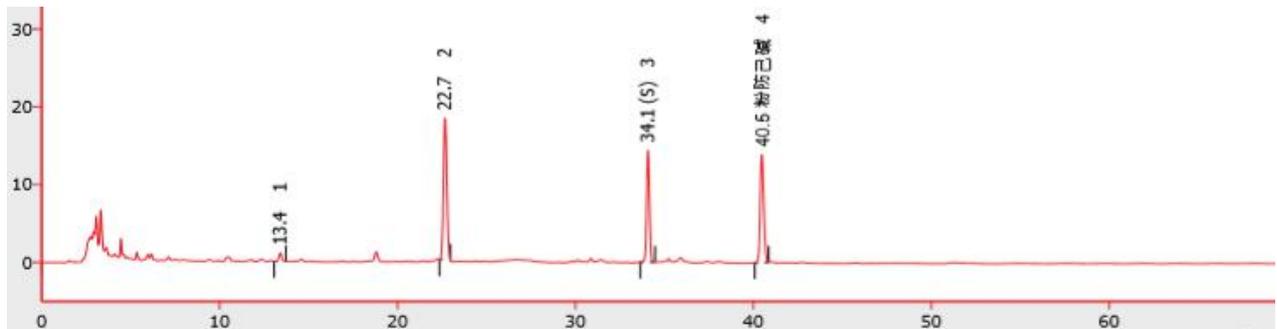
对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的粉防己碱标准储备液 0.1ml 和浓度为 1mg/ml 防己诺林碱标准储备液 0.5ml, 加 70%甲醇稀释至 1ml, 制成每 1ml 含粉防己碱 0.1mg、防己诺林碱 0.5mg 的对照品混标溶液。摇匀, 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

供试品溶液: 精密称取本品 0.5012g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入水 25ml, 密闭, 超声处理 30min。放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

## ● 谱图和数据

1. 使用仪器: WISys 5000 (2-2) 月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m)

(1) 供试品溶液:



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	13.410	12.293	1.083	2.0	33806		0.992
2	22.673	243.080	18.231	40.2	64581	28.639	1.069
3	34.078	161.237	14.388	26.6	210083	34.956	1.067
4	40.475	188.750	13.847	31.2	202572	19.521	1.167
合计		605.360	47.549	100.0			

(2) 对照品溶液:

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

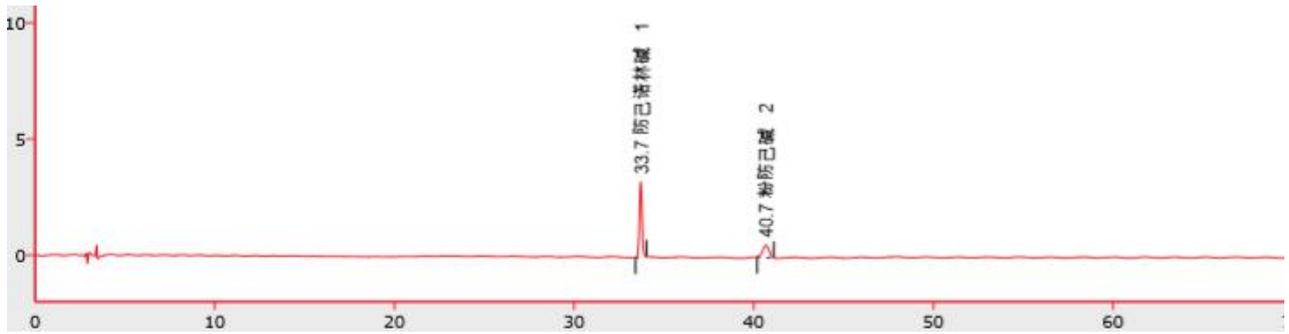
邮编: 201600

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 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	33.712	33.618	3.230	71.9	240896		1.040
2	40.658	13.140	0.528	28.1	55377	14.423	0.988
	合计	46.757	3.758	100.0			

● 结论:

特征图谱	防己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 Ultimate® Plus C18	1	13.410	0.394	0.432	-8.910	符合
	2	22.673	0.665	0.695	-4.270	
	3(S)	34.078	-	-	-	
	4	40.475	-	-	-	

(注: 要求相对保留时间应在规定值的±10 范围以内。)

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5µm) 色谱柱, 在此条件下, 各峰与 S 峰的相对保留时间符合特征谱图测定要求。

● 含量测定色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5µm)
流动相	乙腈/甲醇/0.03mol/L 磷酸二氢钠水溶液/三乙胺=40:30:30:0.1
柱温:	30°C
检测波长	282m
流速	1mL/min
进样量:	10 µl

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

注意事项: \

## ● 流动相的配制:

0.03mol/L 磷酸二氢钠水溶液: 称取磷酸二氢钠 1.800g, 加超纯水定容至 500ml, 即得。

流动相配制: 向 500ml 流动相瓶中加入乙腈 200ml、甲醇 150ml、0.03mol/L 磷酸二氢钠水溶液 150ml、三乙胺 0.5ml, 混匀后经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤, 即得。

## ● 样品溶液的配制:

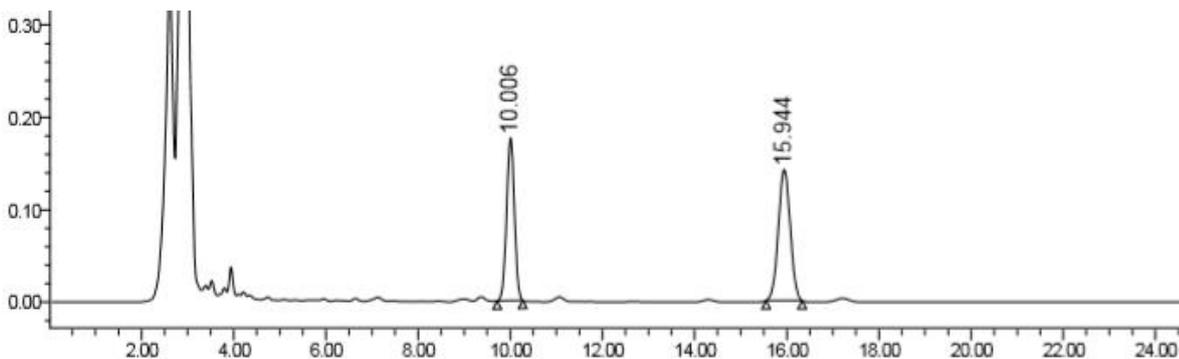
对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的粉防己碱标准储备液 0.1ml 和浓度为 1mg/ml 防己诺林碱标准储备液 0.5ml, 加 70% 甲醇稀释至 1ml, 制成每 1ml 含粉防己碱 0.1mg、防己诺林碱 0.5mg 的对照品混标溶液。摇匀, 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

供试品溶液: 取本品适量, 研细, 精密称取 0.1012g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70% 甲醇 25ml, 称定重量, 加热回流 30 分钟, 放冷, 用 70 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

## ● 谱图和数据

1. 仪器: Waters 2695 (2-3) 月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5 $\mu\text{m}$ )

(1) 供试品溶液:



名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	10.006	2078589	176559	9.904095e-001		1.623122e+004
2	15.944	2553354	141896	1.014577e+000	1.504461e+001	1.761878e+004

(2) 对照品溶液:

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

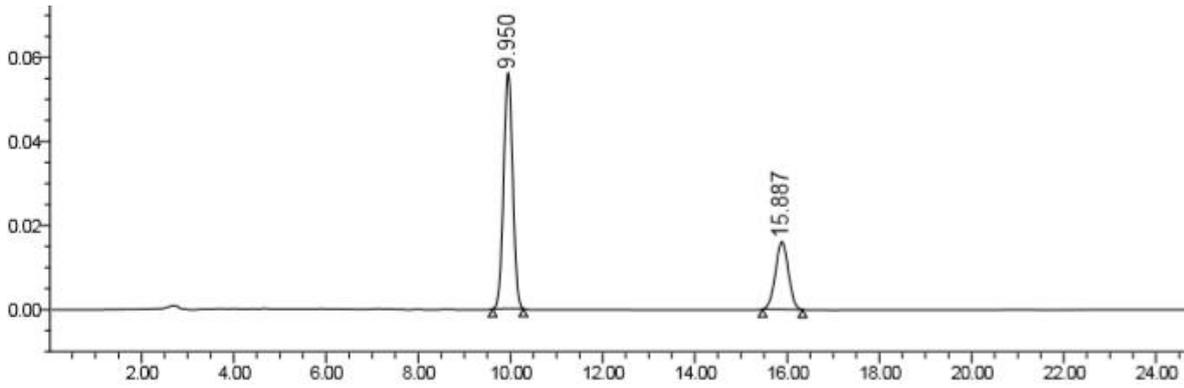
邮编: 201600

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



名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	9.950	772105	56164	1.016789e+000		1.187140e+004
2	15.887	314599	16093	1.005277e+000	1.344567e+001	1.482066e+004

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5μm) 色谱柱, 在此条件下, 符合含量测定要求。

### ● 结论总结:

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

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

### 报告签字

测试: 陈艳芝

日期: 2020-05-18

审核: 屈亚茹

日期: 2020-05-18

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