

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|---------------|------|-----------------------|
| 样品名称 | 三黄片 | 编号 | W20191220-002 |
| 样品重量 | \ | 剂型 | \ |
| 收样日期 | 2019/12/20 | 测试期间 | 2019/12/27-2020/01/03 |
| 样品描述 | \ | | |
| 测试需求 | | | |
| 测试成分 | 大黄含量测定 | | |
| 参考标准 | | | |
| 参考标准 | 中国药典 2015 版一部 | 标样 | 有 |
| 仪器信息 | | | |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪 | 仪器型号 | 岛津 LC-20A |

● 色谱条件:

| | |
|-------|--------------------------------------|
| 色谱柱: | 月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6×250mm, 5μm) |
| 流动相: | 甲醇/0.1%磷酸溶液=85/15 |
| 检测波长: | 254nm |
| 柱温: | 30℃ |
| 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: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: xiaofeilu@welchmat.com

● 流动相配置:

0.1%磷酸: 取水 1000ml, 加入磷酸 1ml, 混匀, 抽滤, 即得。

流动相: 按色谱纯甲醇/0.1%磷酸溶液=85/15 的比例混合, 脱气, 即得。

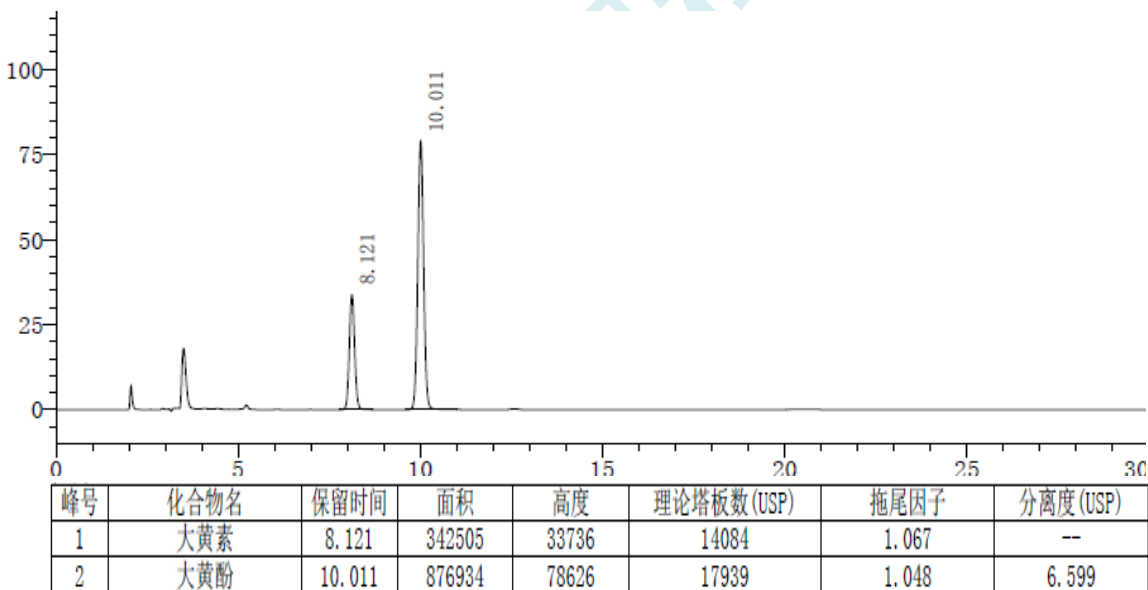
● 样品溶液的配置:

对照品溶液的制备: 取大黄素对照品和大黄酚对照品适量, 精密称定, 加无水乙醇-乙酸乙酯 (2:1) 的混合溶液制成每 1ml 含大黄素 10ug, 大黄酚 25ug 的混合溶液, 即得;

供试品溶液的制备: 取本品 20 片, 除去包衣, 精密称定, 研细 (过三号筛), 取约 0.26g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入乙醇 25ml, 称定重量, 加热回流 1 个小时, 放冷, 用乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 10ml, 置烧杯中, 蒸干, 加 30% 乙醇-盐酸 (10:1) 的混合溶液 15ml, 置水浴中加热回流 1 小时, 立即冷却, 用三氯甲烷强力振摇提取 4 次, 每次 15ml, 合并三氯甲烷, 蒸干, 残渣用无水乙醇-乙酸乙酯 (2:1) 的混合溶液溶解, 转移至 25ml 量瓶中, 并稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得;

● 谱图和数据

1、混标溶液



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

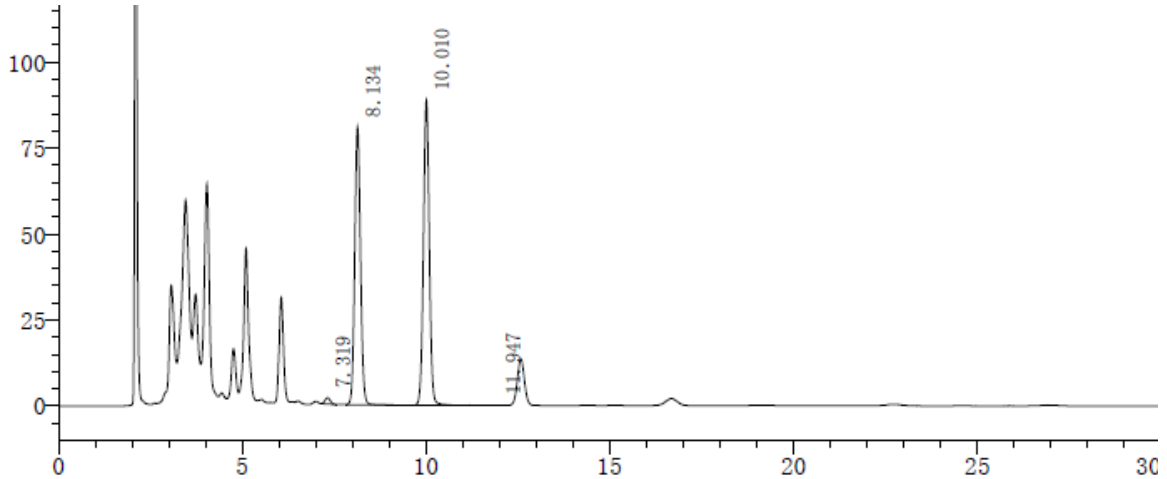
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail: xiaofeilu@welchmat.com

2、供试品溶液



| 峰号 | 化合物名 | 保留时间 | 面积 | 高度 | 理论塔板数(USP) | 拖尾因子 | 分离度(USP) |
|----|------|--------|---------|--------|------------|-------|----------|
| 1 | | 7.319 | 18126 | 1833 | 11239 | 1.072 | -- |
| 2 | 大黄素 | 8.134 | 877870 | 80758 | 12360 | 1.083 | 2.865 |
| 3 | 大黄酚 | 10.010 | 980085 | 88698 | 18378 | 1.033 | 6.381 |
| 4 | | 11.947 | 1881 | 112 | 10792 | 0.828 | 5.129 |
| 总计 | | | 1877962 | 171400 | | | |

● 结论

使用月旭 Ultimate®LP-C18 (4.6×250mm, 5μm) 在此色谱条件下测定, 能满足检测的要求。

报告签字

测试: 卢晓飞

日期: 2020-01-03

审核: 吴小梅

日期: 2020-01-03

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: xiaofeilu@welchmat.com