

测试报告

样品信息			
样品名称	复方利血平片	编号	W20201113-006
样品重量	/	剂型	片剂
收样日期	2020/11/13	测试期间	2020/11/26-12/02
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	维生素 B ₁ 、维生素 B ₆ 、硫酸双肼屈嗪		
参考标准			
参考标准	中国药典 2020 版二部	标样	维生素 B ₁ 、维生素 B ₆ 、 硫酸双肼屈嗪
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Waters 2695

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	缓冲液(0.11% 己烷磺酸钠, 0.02% 庚烷磺酸钠混合溶液, 用冰醋酸调节 pH 值至 3.50)/甲醇/乙腈=80/10/10
检测波长:	210nm
柱温:	30℃
流速:	1.0mL/min
进样量:	20μL
注意事项:	\



● 流动相配置：

流动相（缓冲液(0.11%己烷磺酸钠，0.02%庚烷磺酸钠混合溶液，用冰醋酸调节 pH 值至 3.50)/甲醇/乙腈=80/10/10)：称取己烷磺酸钠 0.8802g、庚烷磺酸钠 0.1609g，加适量水溶解，稀释至 800mL，倒入烧杯中，用醋酸调节 pH 值至 3.50，经 0.45 μ m 抽滤；分别量取色谱纯甲醇 100mL、色谱纯乙腈 100mL，经 0.45 μ m 抽滤；将缓冲液、甲醇与乙腈三者混匀，超声脱气，即得。

● 混合溶液的配置：

溶剂（0.1%的磷酸溶液）：量取超纯水约 480mL，移取磷酸 500 μ L，加水稀释至 500mL，制得 0.1%的磷酸溶液。

维生素 B₁ 溶液：精密称定维生素 B₁1.0mg，加适量水溶解并稀释至 1mL，制成每 1mL 含维生素 B₁1mg 的维生素 B₁ 标准储备溶液。移取 1mg/mL 的维生素 B₁ 标准储备溶液 10 μ L，用溶剂稀释至 1mL，制成每 1mL 含维生素 B₁10 μ g 的维生素 B₁ 溶液。

维生素 B₆ 溶液：精密称定维生素 B₆4.0mg，加适量水溶解并稀释至 1mL，制成每 1mL 含维生素 B₆4mg 的维生素 B₆ 标准储备溶液。移取 4mg/mL 的维生素 B₆ 标准储备溶液 250 μ L，用溶剂稀释至 1mL，制成每 1mL 含维生素 B₆1mg 的维生素 B₆ 标准储备溶液 II。移取 1mg/mL 的维生素 B₆ 标准储备溶液 II 10 μ L，用溶剂稀释至 1mL，制成每 1mL 含维生素 B₆10 μ g 的维生素 B₆ 溶液。

硫酸双胍屈嗪溶液：精密称定硫酸双胍屈嗪 2.0mg，加适量水溶解并稀释至 1mL，制成每 1mL 含硫酸双胍屈嗪 2mg 的硫酸双胍屈嗪标准储备溶液。移取 2mg/mL 的硫酸双胍屈嗪标准储备溶液 21 μ L，用溶剂稀释至 1mL，制成每 1mL 含硫酸双胍屈嗪 42 μ g 的硫酸双胍屈嗪溶液。

混合对照品溶液：分别移取浓度为 1mg/mL 的维生素 B₁ 标准储备溶液 10 μ L、浓度为 1mg/mL 的维生素 B₆ 标准储备溶液 II 10 μ L、浓度为 2mg/mL 的硫酸双胍屈嗪标准储备溶液 21 μ L，用溶剂稀释至 1mL，制得每 1mL 分别含维生素 B₁10 μ g、维生素 B₆10 μ g、硫酸双胍屈嗪 42 μ g 的混合对照品溶液；

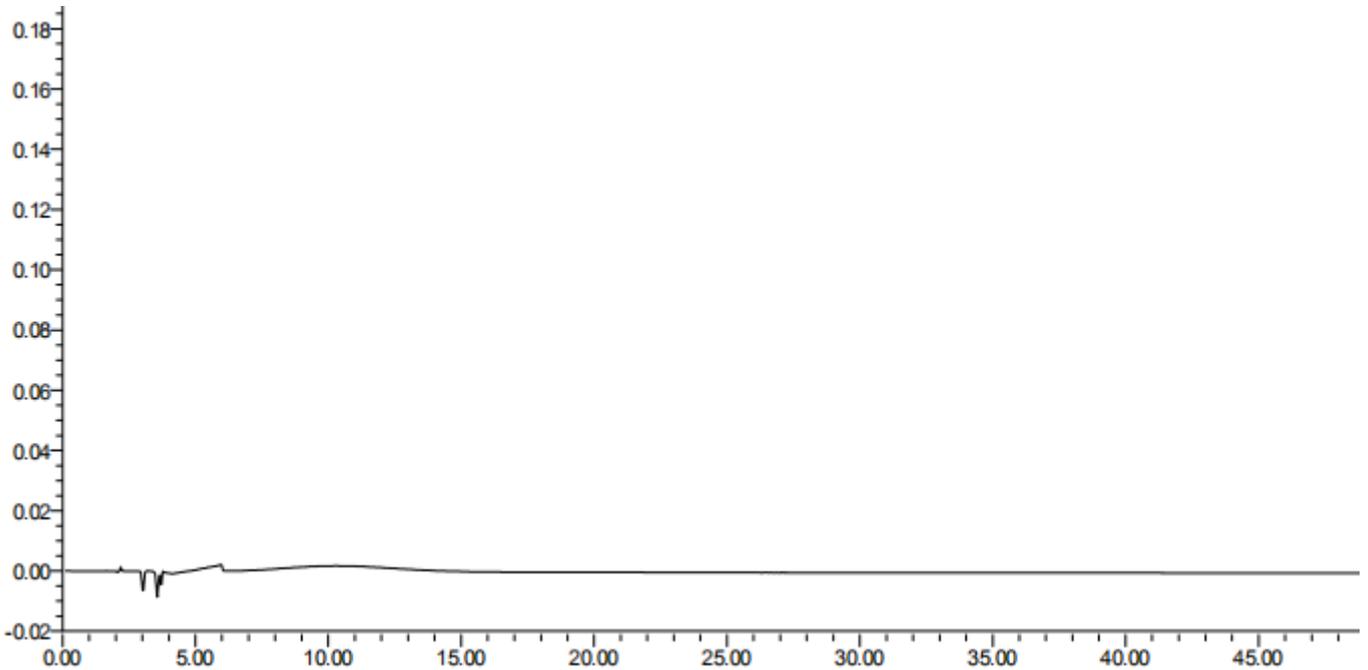
供试品溶液：取复方利血平片 10 片，加适量溶剂研磨溶解，转移至 100mL 量瓶中，混匀，振摇 30 分钟，用溶剂稀释至刻度，摇匀，离心（3000r/min、10min），取上清液作为供试品溶液。取适量经 0.22 μ m 滤膜过滤，供 HPLC 分析；



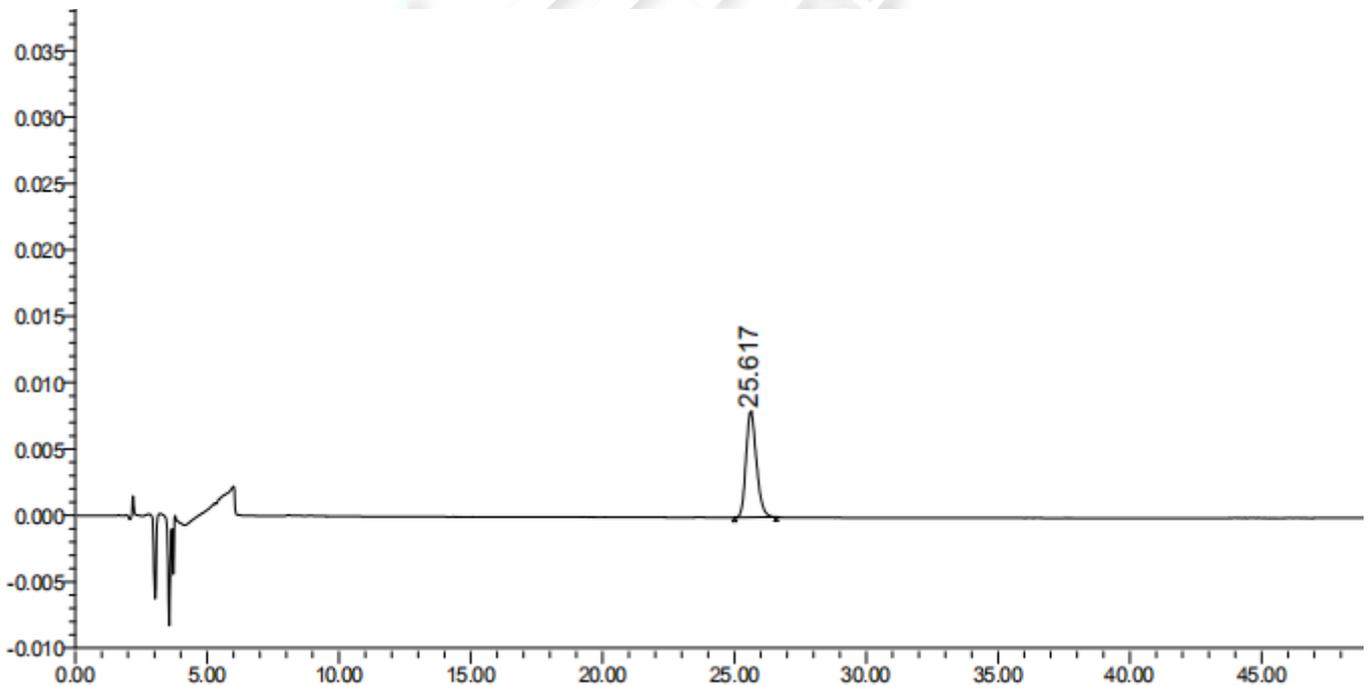
● 谱图和数据

1. 使用仪器: Waters 2695 月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)

(1) 溶剂空白



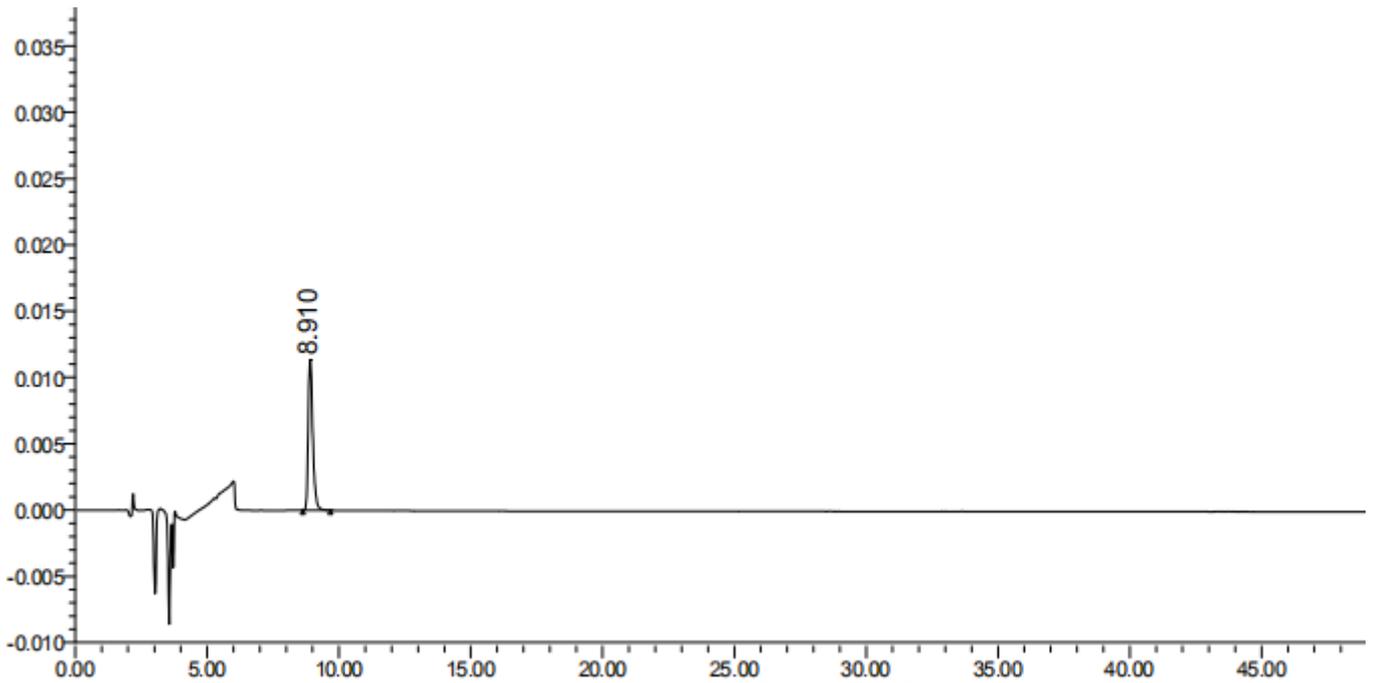
(2) 维生素 B₁ 溶液



名称	保留时间	面积	峰高	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾
1	25.617	219073	7953	2.011139e+004		1.227603e+000

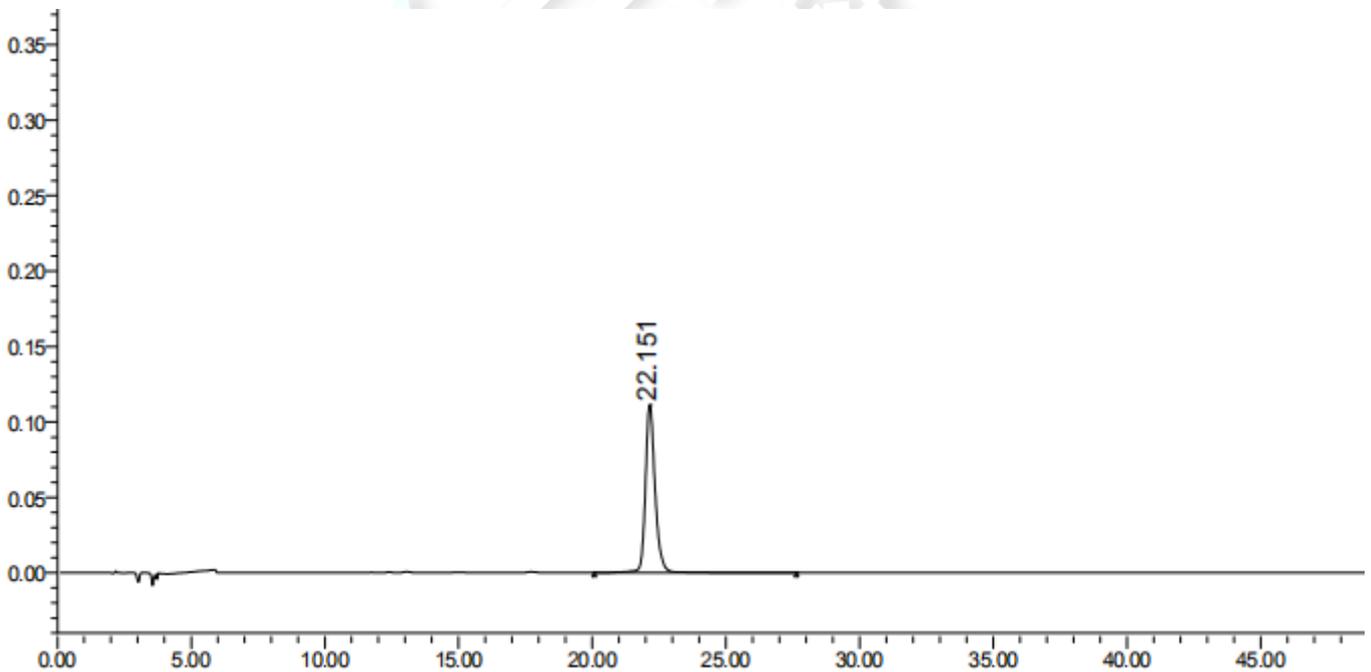


(3) 维生素 B₆ 溶液



名称	保留时间	面积	峰高	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾
1	8.910	136594	11380	1.332734e+004		1.330313e+000

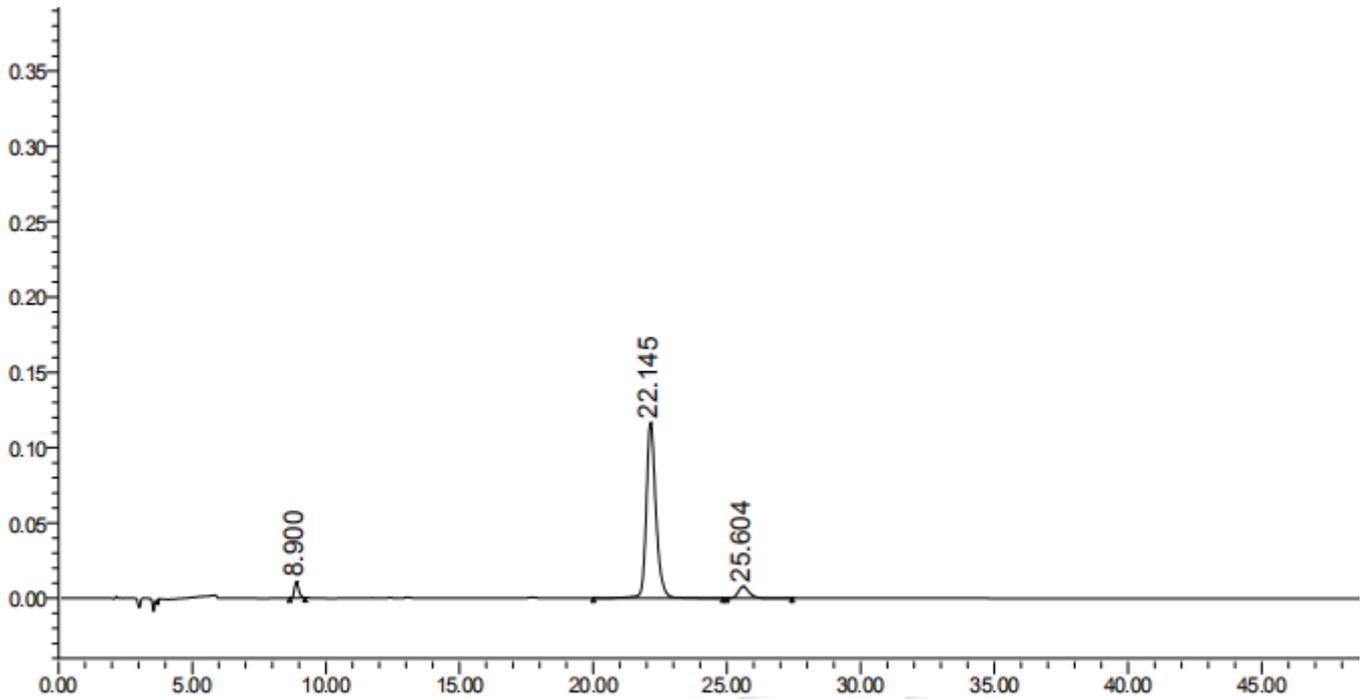
(4) 硫酸双胍屈嗪溶液



名称	保留时间	面积	峰高	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾
1	22.151	2808505	111283	1.977982e+004		1.250784e+000

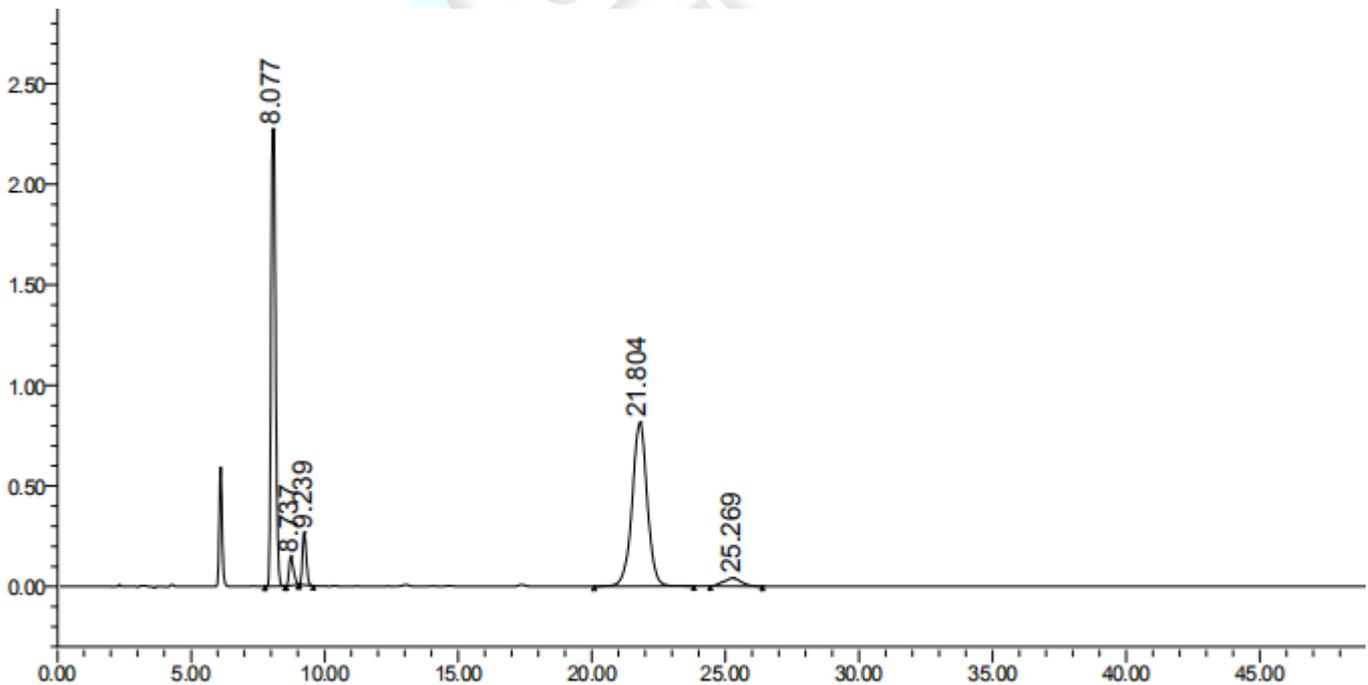


(5) 混合对照品溶液



名称	保留时间	面积	峰高	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾
1	8.900	122881	10854	1.408659e+004		1.227832e+000
2	22.145	2914898	116444	1.984202e+004	2.779745e+001	1.251218e+000
3	25.604	213695	7672	1.980756e+004	4.972578e+000	1.268681e+000

(6) 供试品溶液



名称	保留时间	面积	峰高	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾
1	8.077	26839366	2280155	1.338064e+004		1.186870e+000
2	8.737	1691515	145283	1.226705e+004	2.197753e+000	1.379472e+000
3	9.239	2631389	263063	1.951871e+004	1.690756e+000	1.163060e+000
4	21.804	31918632	814072	7.851841e+003	1.951326e+001	9.745842e-001
5	25.269	1813415	40605	5.414650e+003	2.877148e+000	1.045324e+000

● 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 测定结果符合要求。

报告签字

测试: 李静涛

日期: 2020/11/26

审核: 陈艳芝

日期: 2020/12/02

