

## 测试报告

样品信息			
样品名称	王不留行配方颗粒	编 号	\
样品重量	\	剂 型	颗粒剂
收样日期	\	测试期间	2020/05/03-05/11
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	王不留行黄酮苷
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	WISys 5000 (3-1)

● 特征谱图色谱条件:

色谱柱:	月旭 Xtimate® C18 (4.6×250mm, 5μm)		
流动相	时间 (min)	流动相 A(%)	流动相 B (%)
	0-35	5→20	95→80
	35-60	20→60	80→40
柱温:	30°C		
检测波长	270nm		
流速	1mL/min		
进样量:	10 μl		
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:yanzhichen@welchmat.com

## ● 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 (0.1%磷酸): 取 480ml 超纯水置于 500ml 量筒中, 加入磷酸 0.5ml 后加超纯水定容至 500ml。经 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤, 即得。

## ● 样品溶液的配置:

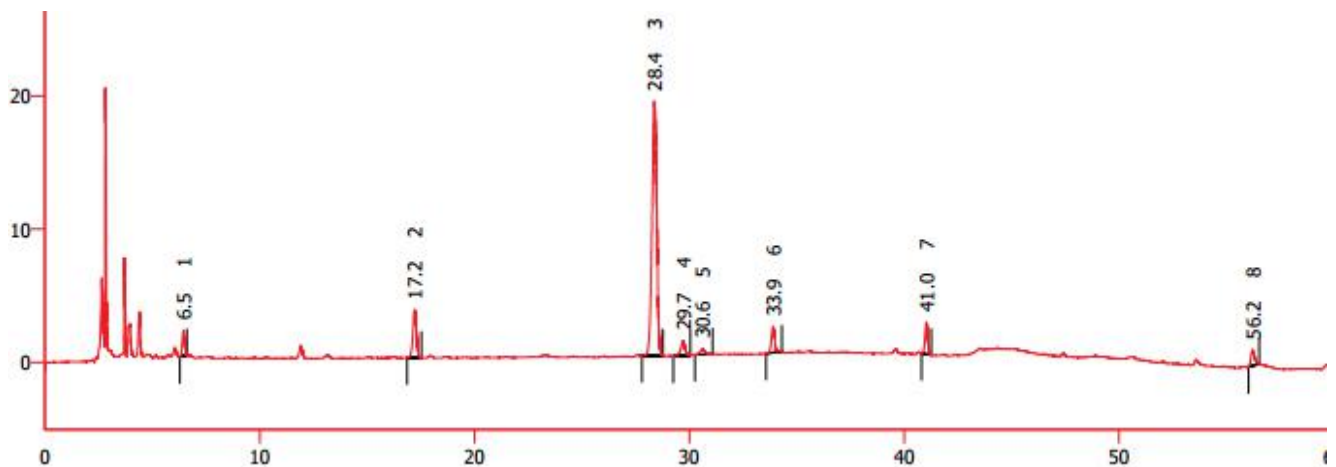
对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的王不留行黄酮苷标准储备液 0.1ml, 加 70%甲醇稀释至 1ml, 制成每 1ml 含王不留行黄酮苷 0.1mg 的对照品溶液。摇匀, 0.22  $\mu$ m 滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

供试品溶液: 精密称取本品 0.5092g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 25ml, 密闭, 称定重量, 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 (3-1) 月旭 Xtimate® C18 (4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m)

(1) 供试品溶液:



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	面积 [%]	峰高 [mV]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	6.450	15.969	3.710	1.950	13638		0.994
2	17.213	42.119	9.786	3.614	50663	40.970	0.956
3	28.375	293.677	68.233	19.086	77439	31.359	0.965
4	29.715	14.998	3.485	1.097	116400	3.553	0.880
5	30.612	6.297	1.463	0.404	102546	2.461	1.050
6	33.898	20.610	4.788	1.914	248672	10.073	0.982
7	41.035	21.986	5.108	2.442	464818	27.916	0.984
8	56.232	14.749	3.427	1.202	485249	54.067	1.260
	合计	430.405	100.000	31.710			

(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

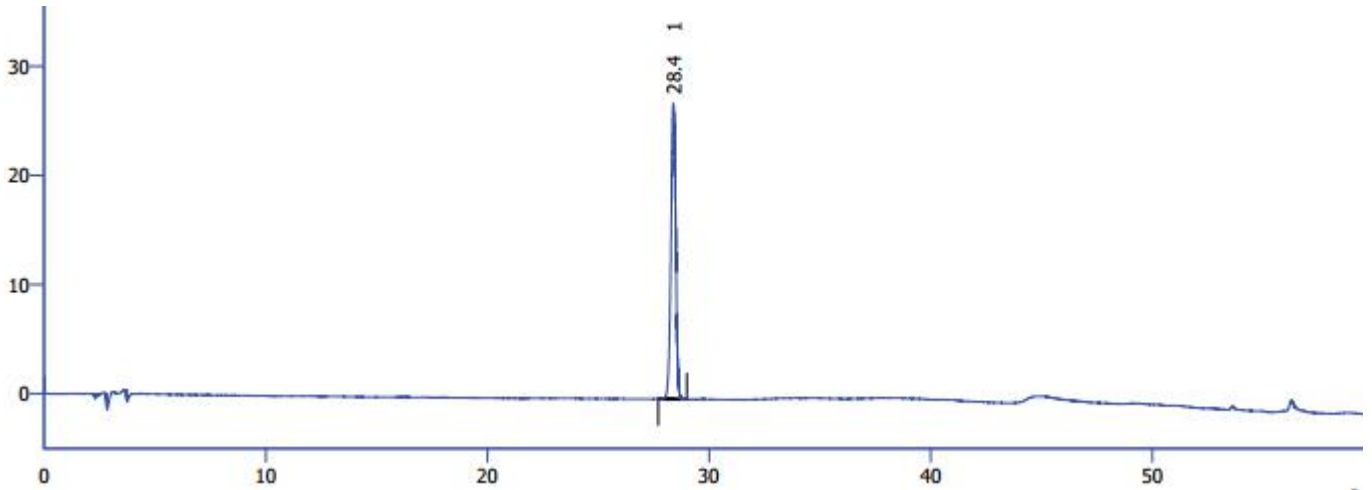
邮编: 201600

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]	面积 [%]	峰高 [mV]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	28.390	409.779	100.000	27.083	79720		0.974
	合计	409.779	100.000	27.083			

● 结论:

特征图谱	王不留行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 Xtimate® C18	1	6.45	0.2273	0.208	9.2850	符合
	2	17.213	0.6066	0.619	-1.9991	
	3(S)	28.375	-	-	-	
	4	29.715	1.0472	1.05	-0.2643	
	5	30.612	1.0788	1.126	-4.1885	
	6	33.898	1.1946	1.21	-1.2692	
	7	41.035	1.4462	1.513	-4.4172	
	8	51.232	1.8055	1.842	-1.9797	

(注: 要求相对保留时间应在规定值的±10 范围以内。)

使用月旭 Xtimate® 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)
------	--

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

	时间 (min)	流动相 A(%)	流动相 B (%)
流动相	0-10	35	65
	10-20	35→40	65→60
	20-35	40→50	60→50
柱温:	30°C		
检测波长	280nm		
流速	1mL/min		
进样量:	10 µl		
注意事项:	\		

### ● 流动相的配制:

流动相 A (甲醇): 取色谱纯甲醇, 0.45µm 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (0.3%磷酸溶液): 取 480ml 超纯水置于 500ml 量筒中, 加入磷酸 1.5ml 后加超纯水定容至 500ml。经 0.45µm 滤膜抽滤, 即得。

### ● 样品溶液的配制:

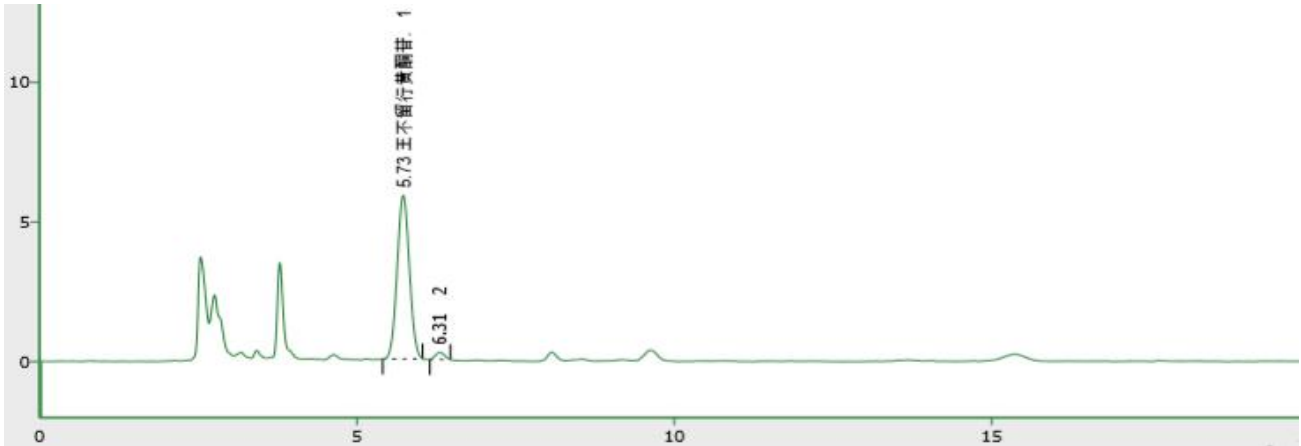
对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的王不留行黄酮苷标准储备液 0.1ml, 加 70%甲醇稀释至 1ml, 制成每 1ml 含王不留行黄酮苷 0.1mg 的对照品溶液。摇匀, 0.22 µm 滤膜过滤, 取续滤液, 即得。

供试品溶液: 精密称取本品 0.5092g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 70%甲醇 25ml, 密闭, 称定重量, 超声处理 30min。放冷, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

### ● 谱图和数据

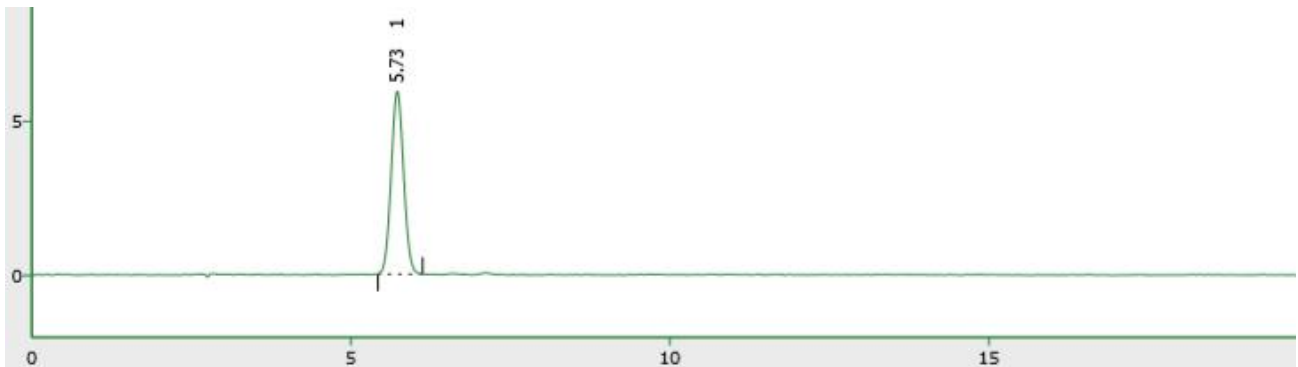
1. 使用仪器: WISys 5000 (2-2) 月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5µm)

(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	5.730	78.678	5.854	96.9	4060		1.027
2	6.308	2.496	0.254	3.1	7780	1.796	1.011
	合计	81.174	6.108	100.0			

(2) 对照品溶液:



	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	5.730	80.638	5.933	100.0	3997		1.038
	合计	80.638	5.933	100.0			

● 结论总结:

测试项目	色谱柱	是否合格
特征谱图测定	月旭 Xtimate® 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 Xtimate® 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: 2020-05-12

审核: 屈亚茹

日期: 2020-05-12

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