

## 测试报告

样品信息			
样品名称	莱菔子配方颗粒	编 号	\
样品重量	\	剂 型	颗粒剂
收样日期	\	测试期间	2020/05/15-05/21
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	芥子碱硫氰酸盐
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Waters 2695 (2-3) WIsys 5000 (3-1)

● 特征谱图色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6×250mm, 5µm)		
流动相	时间 (min)	流动相 A(%)	流动相 B (%)
	0-10	2→3	98→97
	10-17	3→10	97→90
	17-20	10→12	90→88
	20-45	12→15	88→85
	45-70	15→30	85→70
	70-75	30→55	70→45
	75-77	55→2	45→98
检测波长:	225nm		
柱温:	30°C		
流速:	1.0mL/min		

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: yaruqu@welchmat.com

进样量:	5 $\mu$ l
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 (0.1%磷酸): 取 1000ml 超纯水置于 1000ml 量筒中, 加入磷酸 1.0ml, 混匀, 经 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤, 即得;

## ● 样品溶液的配置:

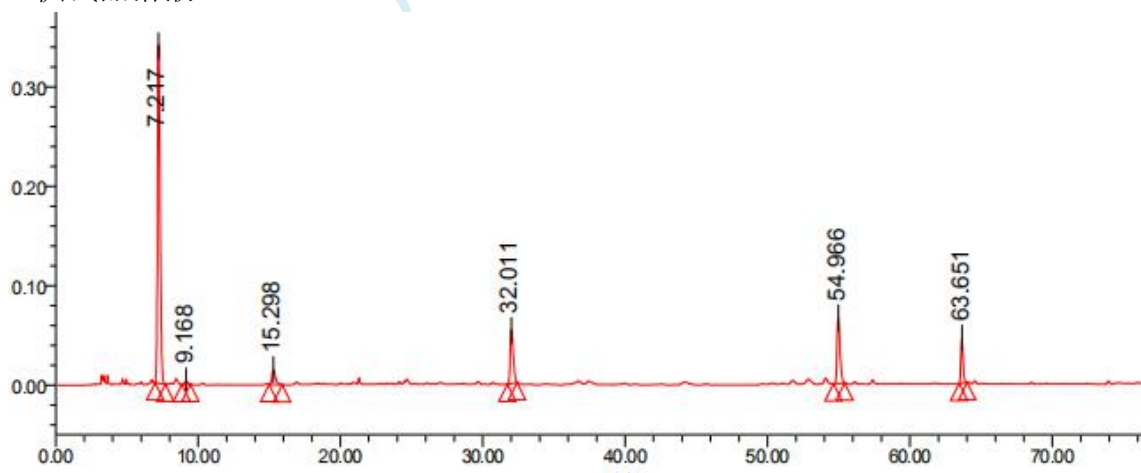
对照品溶液: 精密称取芥子碱硫氰酸盐对照品 1.00mg, 加甲醇定容至 1ml, 摇匀, 制成每 1ml 含 1mg 芥子碱硫氰酸盐的标准工作液。移取 40 $\mu$ l 标准工作液, 用甲醇定容至 1ml, 作为对照溶液。

供试品溶液: 取本品一袋, 研细, 精密称取 0.2035g, 置具塞锥形瓶中, 加 50%乙醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50%乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

## ● 谱图和数据

### 1. 使用仪器: Waters 2695 (2-3) 月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m)

#### (1) 供试品溶液



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

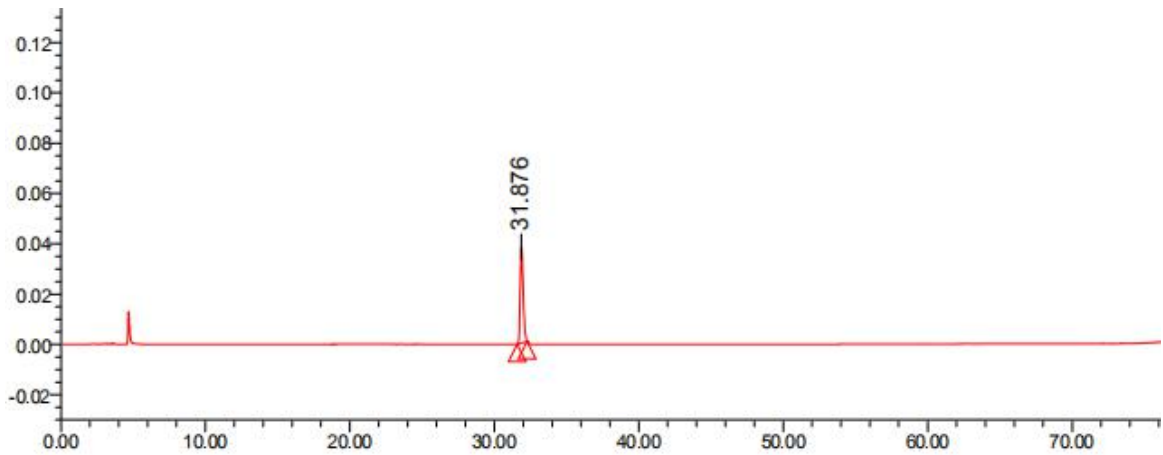
邮编: 321000

Tel:400-810-6969

E-mail: yaruqu@welchmat.com

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏·秒)	高度 (微伏)	分离度	USP 拖尾	USP 理论塔板数
1	7.217	4228733	340276		1.380885e+000	7.526406e+003
2	9.168	50153	3577	5.612790e+000	1.047421e+000	9.581833e+003
3	15.298	264195	15132	1.501761e+001	1.319152e+000	1.797986e+004
4	32.011	817618	54126	3.931834e+001	1.403842e+000	9.901700e+004
5	54.966	958516	65986	5.880801e+001	1.427300e+000	3.248620e+005
6	63.651	468684	45403	2.710883e+001	1.221711e+000	9.079423e+005

## (2) 对照品溶液



名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏·秒)	高度 (微伏)	分离度	USP 拖尾	USP 理论塔板数
1	31.876	559358	38290		1.337834e+000	1.075600e+005

## 结论:

特征图谱	莱菔子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(%)	
月旭 Ultimate® LP-C18	4 (S)	32.011	1.000			符合
	5	54.966	1.717	1.820	-5.654	
	6	63.651	1.988	2.040	-2.529	

(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® LP-C18 (4.6×250mm, 5µm), 在此色谱条件下, 可以满足检测要求。

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: yaruqu@welchmat.com

● 含量测定色谱条件:

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 (%)
	0-28	11	89
	28-30	11→45	89→55
	30-35	45	55
	35-37	45→11	55→89
检测波长:	326nm		
柱温:	30°C		
流速:	1.0mL/min		
进样量:	5 μl		
注意事项:	\		

● 流动相的配制:

流动相 A (乙腈): 取色谱纯乙腈, 0.45μm 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (0.1%磷酸): 取 1000ml 超纯水置于 1000ml 量筒中, 加入磷酸 1.0ml, 混匀, 经 0.45μm 滤膜抽滤, 即得;

● 样品溶液的配制:

对照品溶液: 精密称取芥子碱硫氰酸盐对照品 1.00mg, 加甲醇定容至 1ml, 摇匀, 制成每 1ml 含 1mg 芥子碱硫氰酸盐的标准工作液。移取 40μl 标准工作液, 用甲醇稀释至 1ml, 作为对照溶液。

供试品溶液: 取本品一袋, 研细, 精密称取 0.2035g, 置具塞锥形瓶中, 加 50%乙醇 50ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 30 分钟, 放冷, 再称定重量, 用 50%乙醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

● 谱图和数据

2. 使用仪器: Wisys 5000 (3-1) 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。

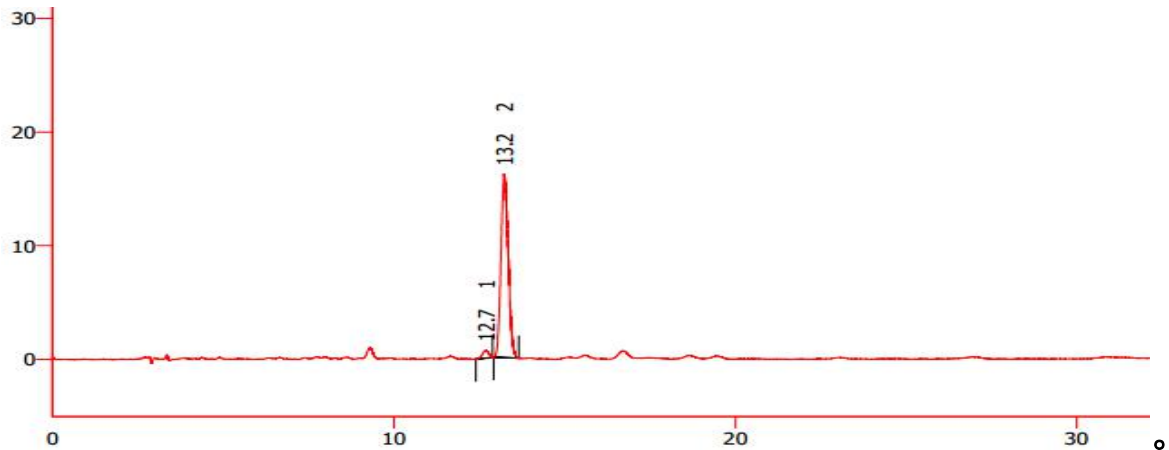
Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园.紫荆园 10 号楼 邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编: 321000

Tel:400-810-6969

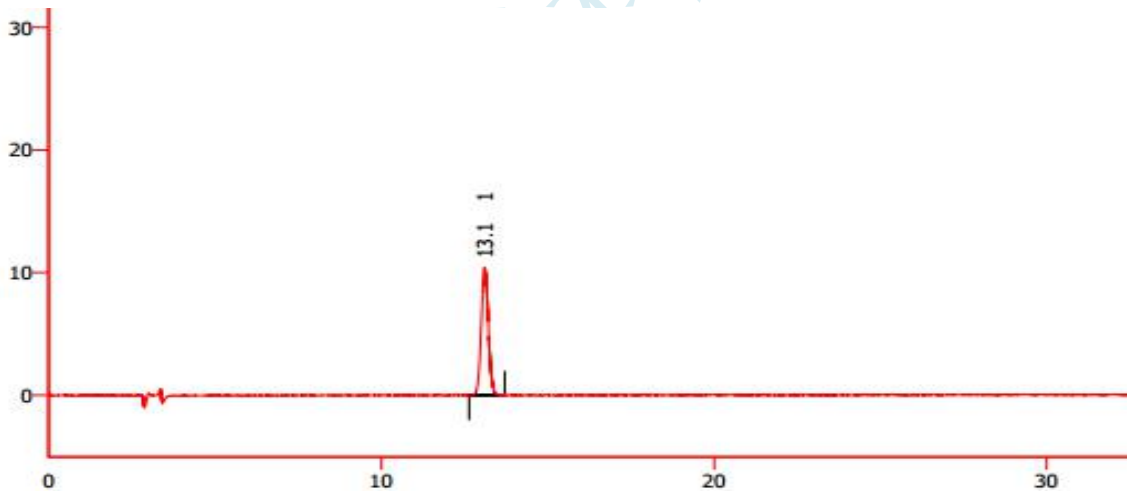
E-mail: yaruqu@welchmat.com

## (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	12.697	8.949	3.594	0.715	22327		0.890
2	13.230	240.038	96.406	16.163	17810	1.5	1.143
	合计	248.987	100.000	16.879			

## (2) 对照溶液



	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	13.103	155.881	100.000	10.422	17981		1.079
	合计	155.881	100.000	10.422			

结论: 使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5μm); 在此色谱条件下, 可以满足检测要求。

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: yaruqu@welchmat.com

● 结论总结:

测试项目	色谱柱	是否合格
特征图谱	月旭 Ultimate® LP-C18(4.6×250mm,5μm)	合格
含量测定	月旭 Ultimate® Plus C18(4.6×250mm,5μm)	合格

综上: 使用月旭 Ultimate® LP-C18(4.6×250mm,5μm)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: 屈亚茹

日期: 2020-05-21

审核: 陈艳芝

日期: 2020-05-21

月旭科技

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: yaruqu@welchmat.com