

测试报告

样品信息			
样品名称	大黄	编号	W20160321-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2016/03/21	测试期间	2016/03/21-04/05
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	含测		
参考标准			
参考标准	2015 版药典一部 P23	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Welch S60

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate®Polar-RP (4.6*250mm, 5 μm)
流动相:	甲醇-0.1%磷酸溶液=85/15
检测波长:	254nm
柱温:	25℃
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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号(新能源汽车小镇内)

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● 流动相制备:

甲醇-0.1%磷酸溶液=85/15 (混合)

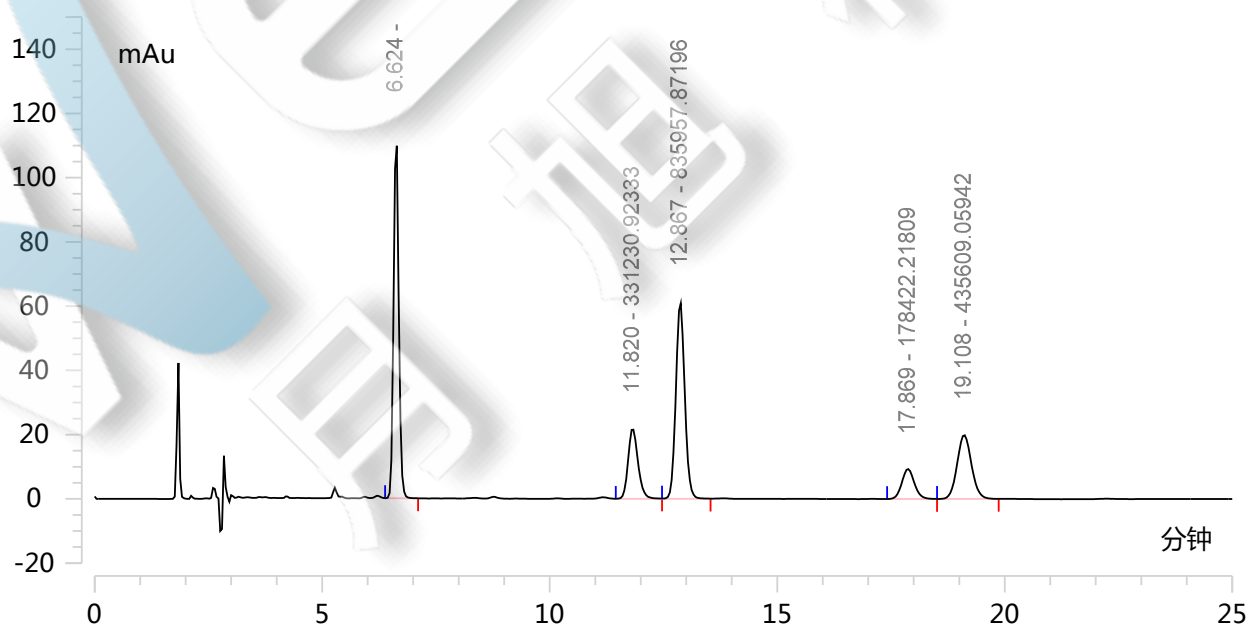
● 样品制备:

对照品溶液的制备: 精密称取芦荟大黄素对照品、大黄酸对照品、大黄素对照品、大黄酚对照品、大黄素甲醚对照品适量, 加甲醇分别制成每1 ml 含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各80 µg, 大黄素甲醚40 µg 的溶液; 分别精密量取上述对照品溶液各2 ml, 混匀, 即得 (每1 ml 中含芦荟大黄素、大黄酸、大黄素、大黄酚各16 µg, 含大黄素甲醚8 µg)。

供试品溶液的制备: 取本品粉末 (过四号筛) 约0.15 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇25 ml, 称定重量, 加热回流1小时, 放冷, 再称定重量, 用甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过。精密量取续滤液5 ml, 置烧瓶中, 挥去溶剂, 加8% 盐酸溶液10 ml, 超声处理2 分钟, 再加三氯甲烷10 ml, 加热回流1小时, 放冷, 置分液漏斗中, 用少量三氯甲烷洗涤容器, 并入分液漏斗中, 分取三氯甲烷层, 酸液再用三氯甲烷提取3 次, 每次10 ml, 合并三氯甲烷液, 减压回收溶剂至干, 残渣加甲醇使溶解, 转移至10 ml 量瓶中, 加甲醇至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

谱图和数据:

1、对照品图:



积分结果

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 (新能源汽车小镇内)

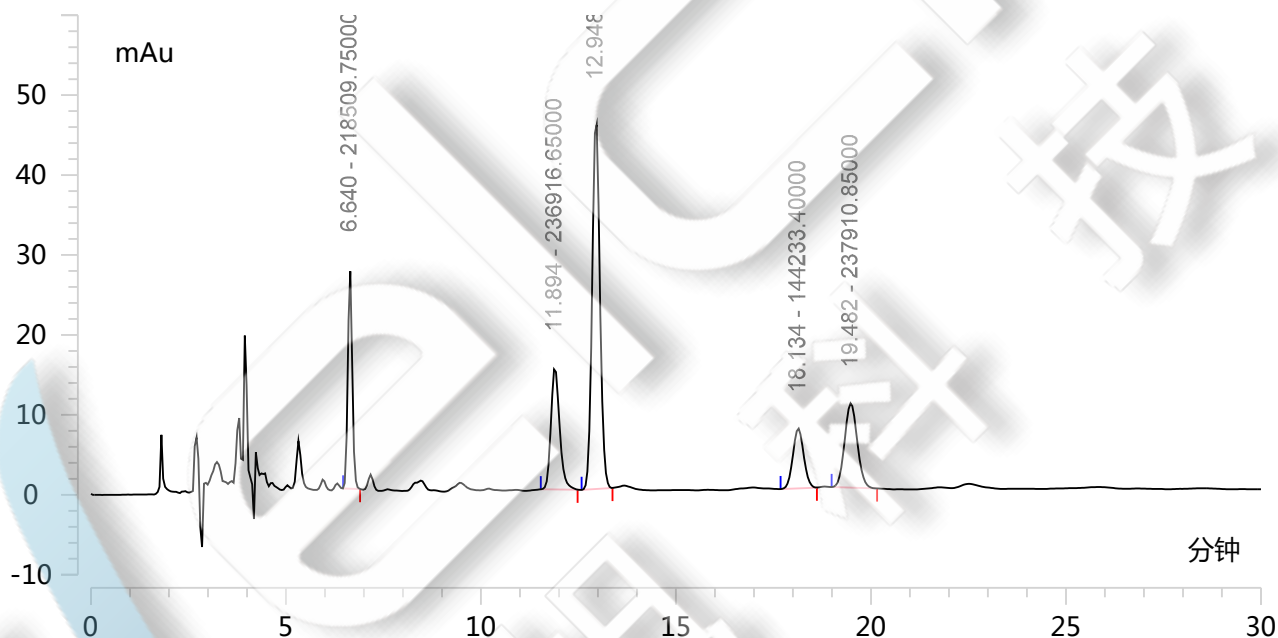
Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

保留时间	峰面积	峰分离度	拖尾因子	塔板系数
分钟		EP	EP	EP
6.624	14.924	18.281	1.057	18651.997
11.820	5.521	2.929	1.160	15816.451
12.867	13.933	12.264	1.046	22836.676
17.869	2.974	2.412	1.058	22416.270
19.108	7.260	0.000	1.050	19162.962
	44.611	7.177	1.074	19776.871

2、供试品



积分结果

保留时间	峰面积	峰分离度	拖尾因子	塔板系数
分钟		EP	EP	EP
6.640	3.642	17.995	1.056	17634.773
11.894	3.949	2.875	1.141	15230.571
12.948	10.736	12.346	1.043	22002.809
18.134	2.404	2.540	1.039	21618.701
19.482	3.965	0.000	1.052	18645.252
	24.695	7.151	1.066	19026.421

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号(新能源汽车小镇内)

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

结论: 客户反馈供试品测定中, 目标物质与杂质分离干扰, 检测过程中发现常规C18对目标物质保留性较弱, 故会影响杂质与目标物质的分离, 造成定量值的影响, 本次采用改性C18, Polar-RP色谱柱很好的将杂质与目标物质分离, 分离效果较好;

报告签字:

测试: 张厚才

日期: 2016-4-05

审核: 陈再洁

日期: 2016-4-05

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 (新能源汽车小镇内)

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com