

测试报告

样品信息			
样品名称	黄柏配方颗粒	编 号	\
样品重量	\	剂 型	颗粒剂
收样日期	\	测试期间	2020/05/11-05/14
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	盐酸小檗碱、盐酸黄柏碱
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	WISys5000 (3-1) WISys5000 (2-2)

● 特征谱图色谱条件:

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 (%)
	0-5	5	95
	5-40	5→25	95→75
	40-45	25→35	75→65
	45-50	35→55	65→45
	50-60	55→90	45→10
	60-65	90→5	10→95

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:jingtaoli@welchmat.com

	65-80	5	95
检测波长	210nm		
柱温:	30°C		
流速	1.0 mL/min		
进样量:	5 μ l		
注意事项:	\		

● 流动相的配制:

流动相 A (乙腈): 取色谱纯乙腈, 经 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (0.4mol/L 的氯化铵溶液): 精密称取氯化铵 21.40g, 置于 1000ml 烧杯中, 量取 1000ml 超纯水, 加入烧杯, 用玻璃棒搅拌溶解氯化铵, 经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤, 取续滤液, 即得;

● 样品溶液的配制:

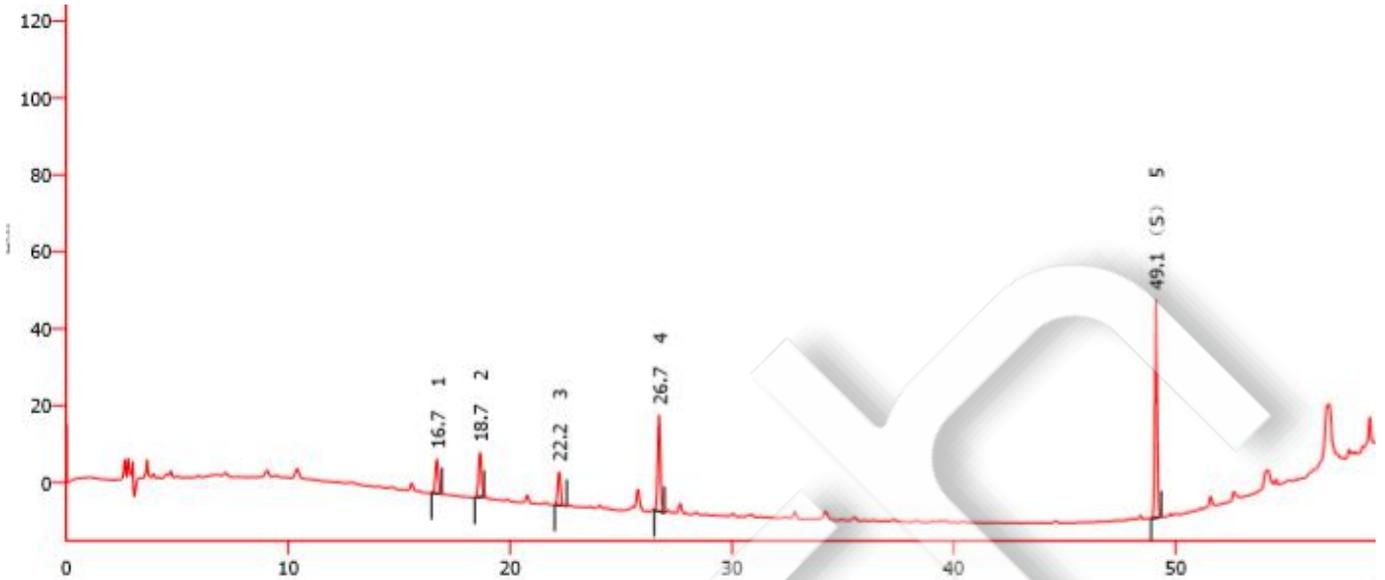
对照品溶液: 分别精密称取盐酸小檗碱和盐酸黄柏碱各 1.0000mg, 加入甲醇定容至 1ml, 分别制成每 1ml 含 1mg 盐酸小檗碱和每 1ml 含 1mg 盐酸黄柏碱的标准工作液; 分别精密移取浓度为 1mg/ml 的盐酸小檗碱标准工作液和浓度为 1mg/ml 的盐酸黄柏碱标准工作液各 100 μ l, 加入甲醇定容至 1ml, 得到每 1ml 含盐酸小檗碱和盐酸黄柏碱各 0.1mg 的混合溶液, 作为对照品溶液。

供试品溶液: 取本品适量, 研细, 精密称定 0.1022g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 100ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

● 谱图和数据

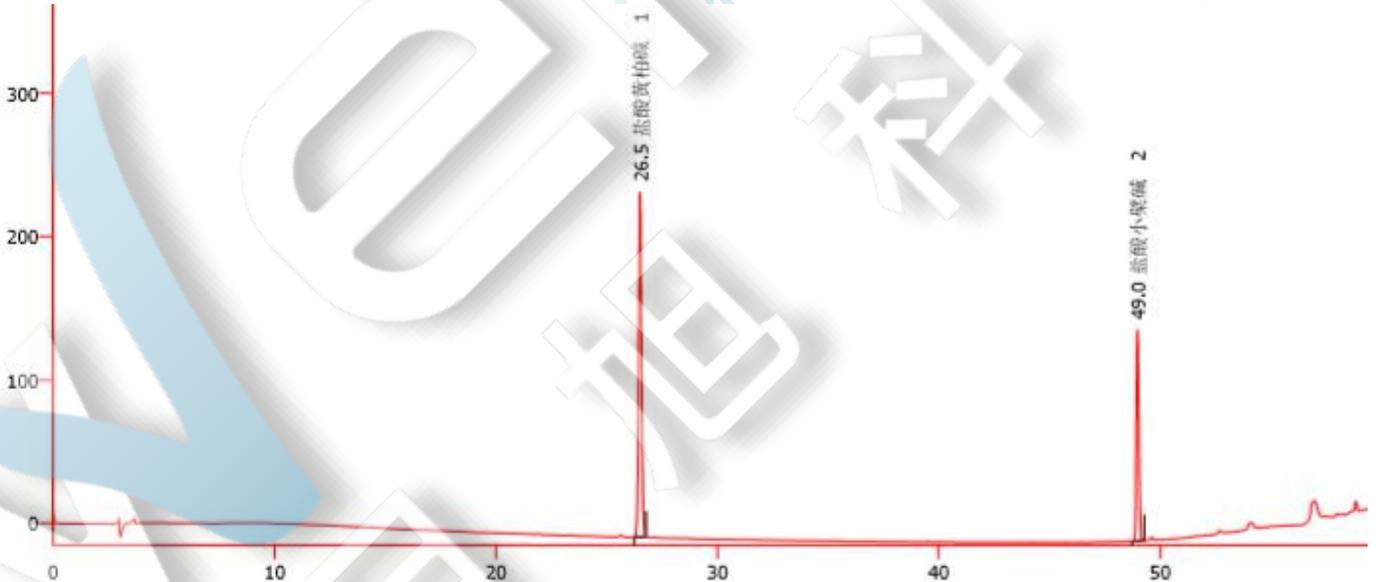
1. 使用仪器: WISys 5000 (3-1) 月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5 μ m)

(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	16.708	82.405	9.107	8.882	73560		1.005
2	18.658	107.289	11.857	11.515	89659	7.889	0.924
3	22.217	76.339	8.437	8.693	146400	14.819	1.035
4	26.722	219.045	24.208	25.002	206720	19.331	1.006
5	49.118	419.748	46.390	56.642	981982	103.639	1.064
	合计	904.827	100.000	110.734			

(2) 对照品溶液



	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	26.512	2170.910	66.039	240.539	198668		1.028
2	48.982	1116.417	33.961	147.154	923027	101.979	1.110
	合计	3287.326	100.000	387.693			

● 结论:

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:jingtaoli@welchmat.com

特征图谱	黄柏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 Ultimate® Plus C18	1	16.708	0.340	0.34	0.047	符合
	2	18.658	0.380	0.37	2.665	
	3	22.217	0.452	0.45	0.515	
	4	26.772	-	-	-	
	5 (S)	49.118	-	-	-	

(注: 要求各特征峰相对保留时间应在规定值的±10%范围以内)

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5µm) 色谱柱在此条件下各峰相对保留时间符合要求。

● 含量测定 (小檗碱) 色谱条件:

色谱柱	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5µm)
流动相	乙腈/0.1%磷酸溶液=50/50 (每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.1g)
检测波长	265nm
柱温:	30°C
流速	1.0 mL/min
进样量:	5 µl

● 流动相的配制:

向 250ml 量筒中加入超纯水 150ml, 精密移取磷酸 250µl 加入量筒后加超纯水定容至刻度, 即得浓度为 0.1% 的磷酸溶液。精密称取十二烷基磺酸钠 0.5000g 置于 500ml 烧杯中, 向烧杯中加入已配制好的 0.1% 磷酸溶液 250ml 和色谱纯乙腈 250ml, 超声混匀, 经 0.45µm 滤膜抽滤, 即得。

● 样品溶液的配置:

供试品溶液: 取本品适量, 研细, 精密称定 0.1022g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 100ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 30min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过,

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: jingtaoli@welchmat.com

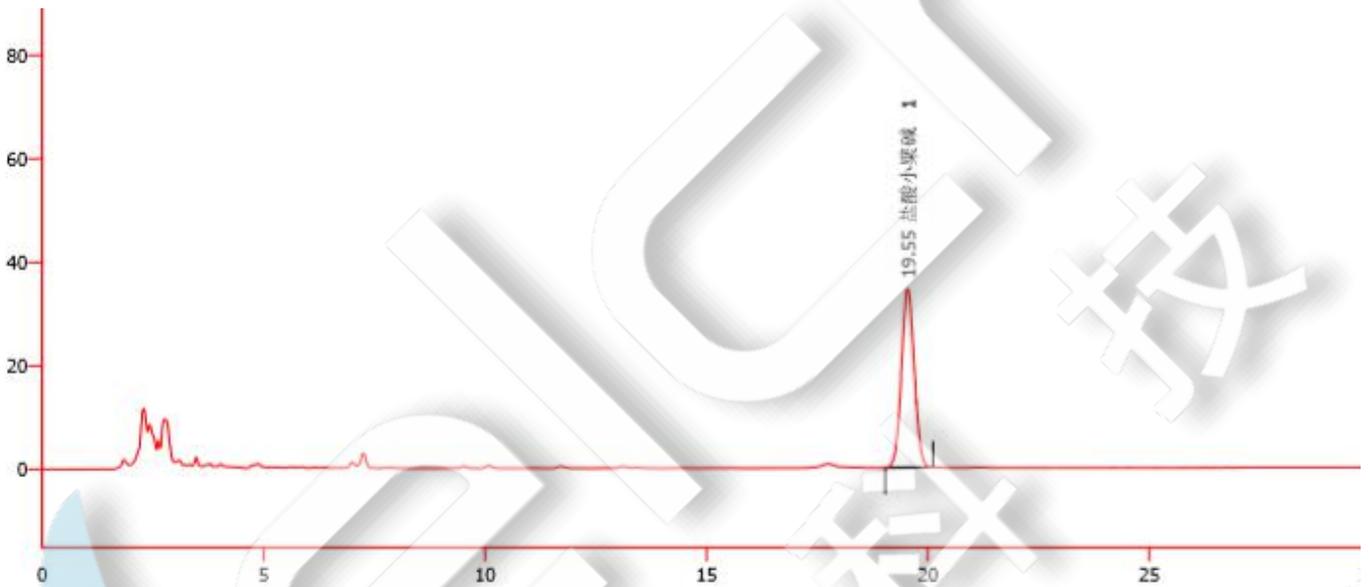
取续滤液, 即得。

对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的盐酸小檗碱标准工作液 60 μ l, 加入甲醇定容至 1ml, 得到浓度为 60 μ g/ml 的盐酸小檗碱溶液, 作为对照品溶液。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: WISys 5000 (3-1) 月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6 \times 250mm, 5 μ 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	19.545	691.824	100.000	34.521	21556		1.050
	合计	691.824	100.000	34.521			

(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

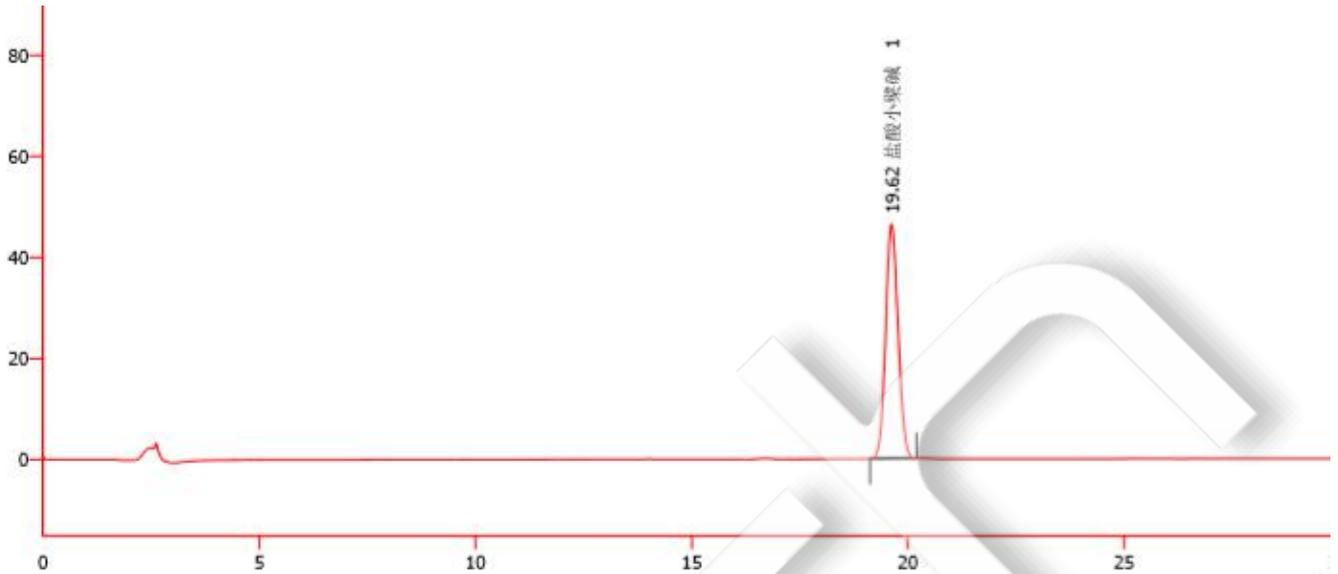
邮编: 201600

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:jingtaoli@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	19.622	927.701	100.000	46.392	21725		1.097
	合计	927.701	100.000	46.392			

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

● 含量测定 (黄柏碱) 色谱条件:

色谱柱	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)
流动相	乙腈/0.1%磷酸溶液 (每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.2g) =36/64
检测波长	284nm
柱温:	30°C
流速	1.0 mL/min
进样量:	5 μl

● 流动相的配制:

流动相 A (乙腈): 取色谱纯乙腈, 使用 0.45μm 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (0.1%磷酸溶液 (每 100ml 加十二烷基磺酸钠 0.2g)): 向 250ml 量筒中加超纯水约 180ml, 加入磷酸 0.2ml 后加超纯水定容至 200ml, 混匀, 即得 0.1%磷酸溶液。精密称取十二烷基磺酸钠 0.4000g 至 500ml 烧杯中, 加入已配制好的 0.1%磷酸溶液 200ml, 超声使十二烷基磺酸钠溶解并混匀, 经 0.45μm 滤膜抽滤, 即得;

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:jingtaoli@welchmat.com

● 样品溶液的配制:

供试品溶液: 取本品适量, 研细, 精密称定 0.1077g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入 50% 甲醇 25ml, 密塞, 称定重量, 超声处理 20min, 放冷, 再称定重量, 用 50% 甲醇补足减失的重量, 摇匀, 滤过, 取续滤液, 即得。

对照品溶液: 精密移取浓度为 1mg/ml 的盐酸黄柏碱标准工作液 100 μ l, 加甲定容醇至 1ml, 得到浓度为 0.1mg/ml 的盐酸黄柏碱溶液, 作为对照品溶液。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: WISys 5000 (2-2) 月旭 Ultimate[®] XB-C18 (4.6 \times 250mm, 5 μ m)

(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	32.685	31.281	0.970	100.0	23517		0.970
	合计	31.281	0.970	100.0			

(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

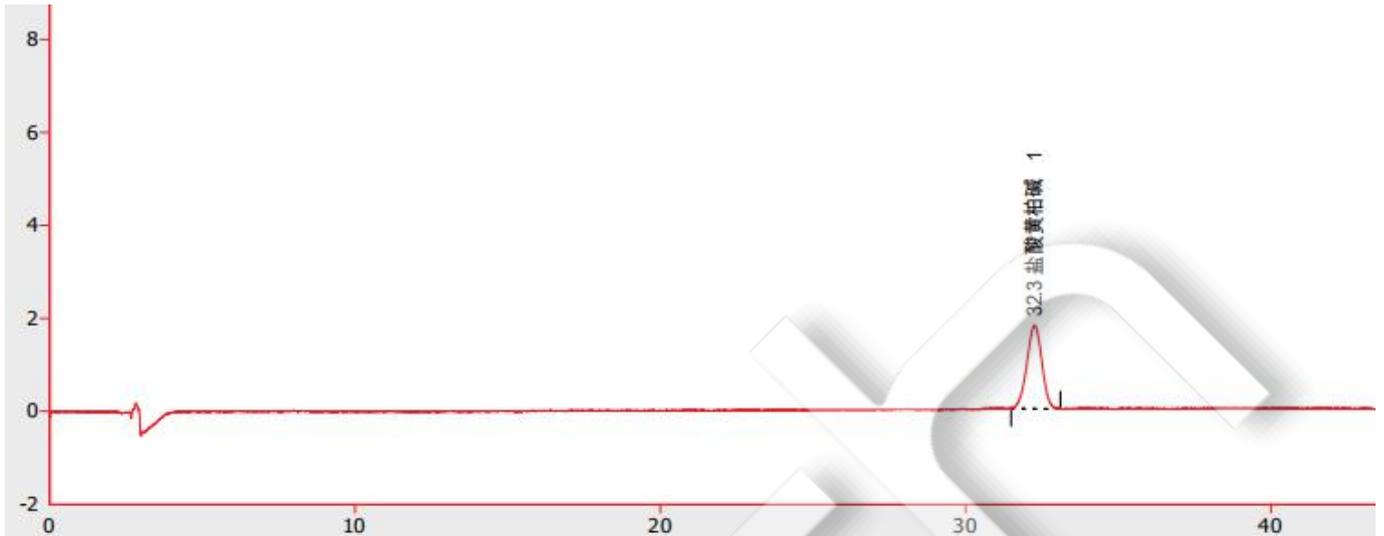
邮编: 201600

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: jingtaoli@welchmat.com



	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	32.252	61.459	1.789	100.0	19884		0.974
	合计	61.459	1.789	100.0			

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

● 结论:

测试项目	色谱柱	是否合格
特征谱图测定	月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5μm)	合格
含量测定(小檗碱)	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)	合格
含量测定(黄柏碱)	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)	合格

综上: 月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×250mm, 5μm) 色谱柱符合特征谱图测定要求, 月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm) 色谱柱符合含量测定(小檗碱和黄柏碱)要求。

报告签字

测试: 李静涛

日期: 2020-05-14

审核: 陈艳芝

日期: 2020-05-14

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: jingtaoli@welchmat.com