

## 测试报告

| 样品信息 |                  |      |                         |
|------|------------------|------|-------------------------|
| 样品名称 | 阿胶三宝膏            | 编号   | W20190923-003           |
| 样品重量 | \                | 剂型   | \                       |
| 收样日期 | 2019/09/23       | 测试期间 | 2019/09/24-2019/09/26   |
| 样品描述 | \                |      |                         |
| 测试需求 |                  |      |                         |
| 测试成分 | 含量测定             |      |                         |
| 参考标准 |                  |      |                         |
| 参考标准 | 中国药典 2015 版第一增补版 | 标样   | 有                       |
| 仪器信息 |                  |      |                         |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪          | 仪器型号 | 安捷伦 1260、<br>岛津 LC-20AD |

● 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                                    | 100   | 0     |
|       | 20                                   | 93    | 7     |
|       | 23.9                                 | 88    | 12    |
|       | 24                                   | 85    | 15    |
|       | 39                                   | 66    | 34    |
|       | 40                                   | 0     | 100   |
| 检测波长: | 254nm                                |       |       |
| 柱温:   | 43℃                                  |       |       |
| 流速:   | 1.0ml/min                            |       |       |
| 进样量:  | 5μL                                  |       |       |
| 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

Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: huilin@welchmat.com

## ● 流动相配置:

流动相 A: 称取三水合醋酸钠 13.6g 于 1000ml 水中, 搅拌均匀, 使之溶解, 用冰醋酸调节 pH 值至 6.50, 抽滤, 准确量取 930ml, 与色谱纯乙腈 70ml 混匀, 超声脱气, 即得;

流动相 B: 准确量取水 200ml, 与色谱纯乙腈 800ml 混匀, 超声脱气, 即得。

按上述梯度条件测试。

## ● 样品溶液的配置:

对照品溶液: 客户提供。

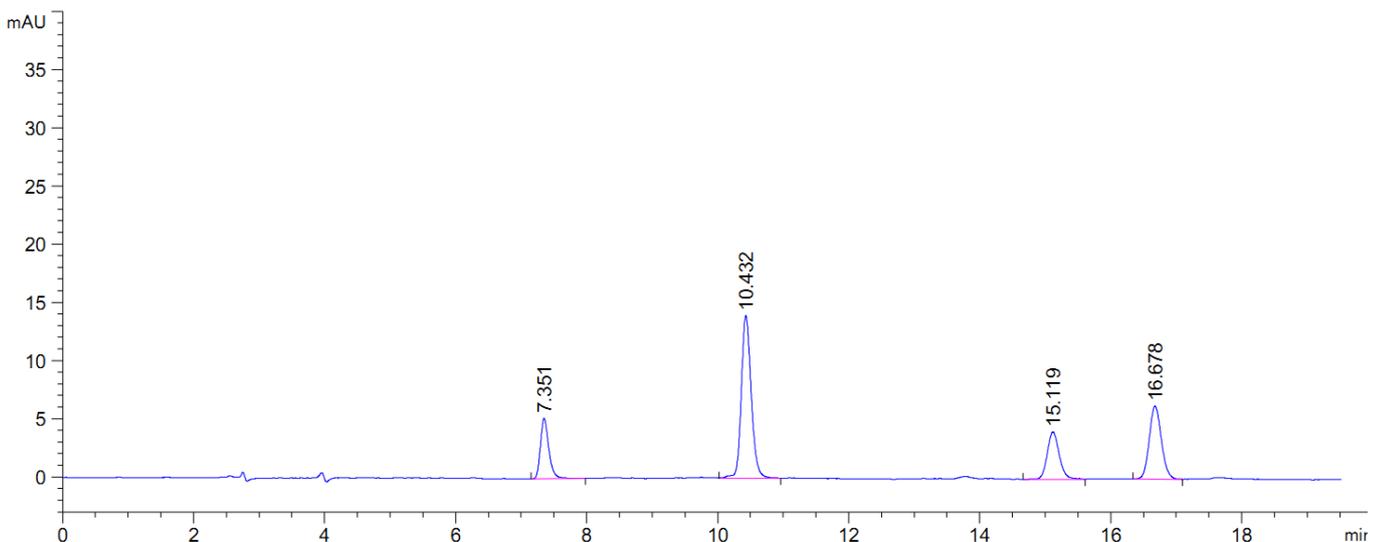
供试品溶液: 取本品约 2.5g, 精密称定, 置 25mL 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液 20mL, 超声处理 30 分钟, 放冷, 加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度, 摇匀。精密量取 2mL, 至 10mL 安瓿中, 加盐酸 2mL, 150°C 水解 1 小时, 放冷, 移至蒸发皿中, 用水 10mL 分次洗涤, 洗液并入蒸发皿中, 蒸干, 残渣加 0.1mol/L 盐酸溶液溶解, 转移至 25mL 量瓶中, 加 0.1mol/L 盐酸溶液至刻度, 摇匀, 滤过, 即得。

衍生方法: 精密量取上述对照品溶液和供试品溶液各 5mL, 分别置 25mL 量瓶中, 各加 0.1mol/L 异硫氰酸苯酯 (PITC) 的乙腈溶液 2.5mL, 1mol/L 三乙胺的乙腈溶液 2.5mL, 摇匀, 室温放置 1 小时后, 加 50% 乙腈至刻度, 摇匀。取 10mL, 加正己烷 10mL, 振摇, 放置 10 分钟, 取下层液, 滤过, 取续滤液, 即得。

## ● 谱图和数据

### 1、安捷伦 1260

#### 1.1、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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

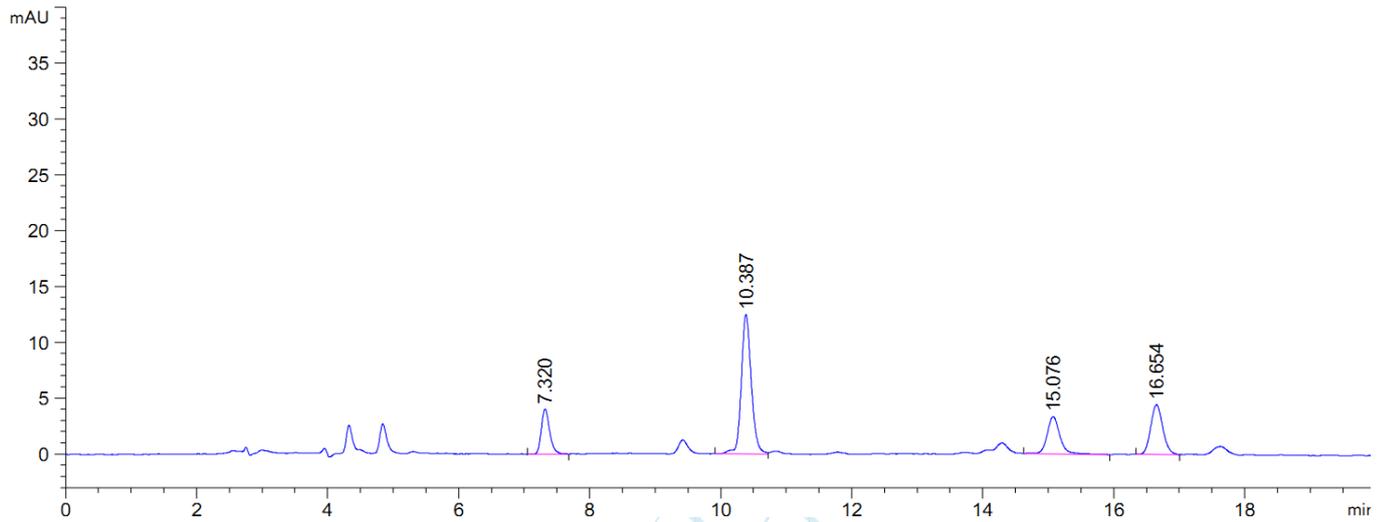
Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: huilin@welchmat.com

| 保留时间<br>[min] | k' | 峰面积<br>[mAU*s] | 峰高<br>[mAU] | 对称<br>因子 | 峰宽<br>[min] | 塔板数   | 分离度   | 选择性  |
|---------------|----|----------------|-------------|----------|-------------|-------|-------|------|
| 7.351         | -  | 47.10757       | 5.19428     | 0.71     | 0.1317      | 17264 | -     | -    |
| 10.432        | -  | 146.64072      | 13.93671    | 0.82     | 0.1567      | 24554 | 12.55 | 1.42 |
| 15.119        | -  | 52.19690       | 4.06175     | 0.86     | 0.1917      | 34476 | 15.81 | 1.45 |
| 16.678        | -  | 80.60290       | 6.26396     | 0.88     | 0.1950      | 40519 | 4.74  | 1.10 |

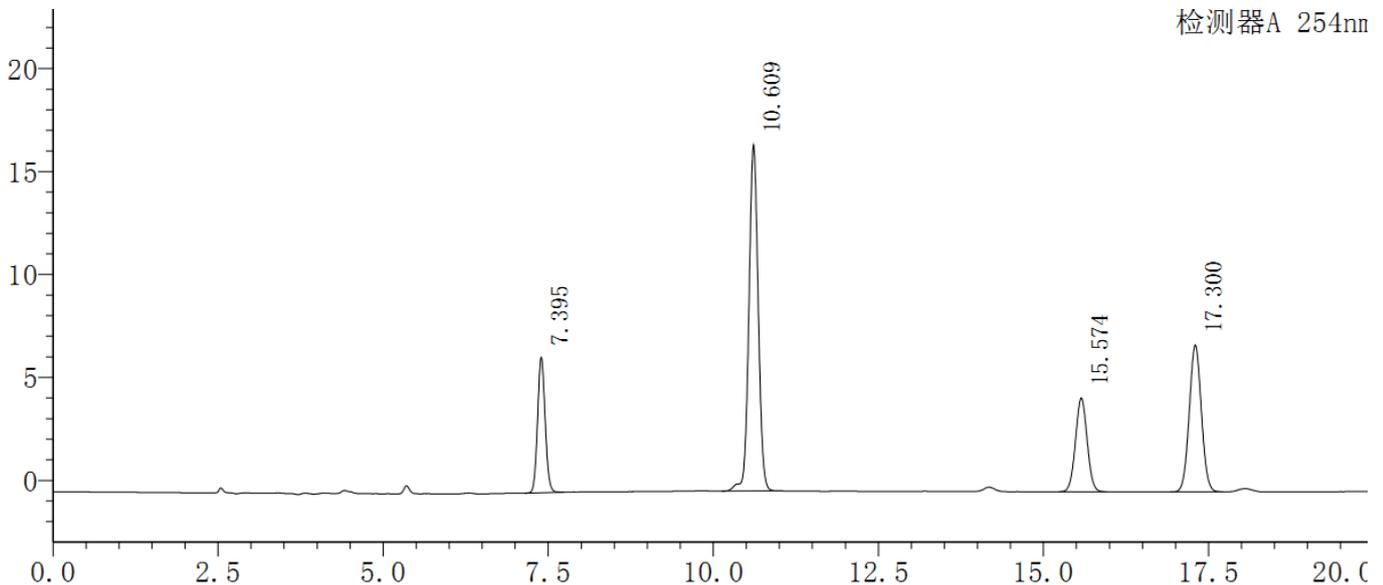
## 1.2、供试品溶液



| 保留时间<br>[min] | k' | 峰面积<br>[mAU*s] | 峰高<br>[mAU] | 对称<br>因子 | 峰宽<br>[min] | 塔板数   | 分离度   | 选择性  |
|---------------|----|----------------|-------------|----------|-------------|-------|-------|------|
| 7.320         | -  | 35.86676       | 4.04346     | 0.77     | 0.1326      | 16878 | -     | -    |
| 10.387        | -  | 132.88046      | 12.49534    | 0.85     | 0.1578      | 24001 | 12.41 | 1.42 |
| 15.076        | -  | 45.22355       | 3.33219     | 0.82     | 0.1962      | 32717 | 15.57 | 1.45 |
| 16.654        | -  | 56.94351       | 4.45501     | 0.88     | 0.1967      | 39724 | 4.72  | 1.10 |

## 2、岛津 LC-20AD

### 2.1、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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

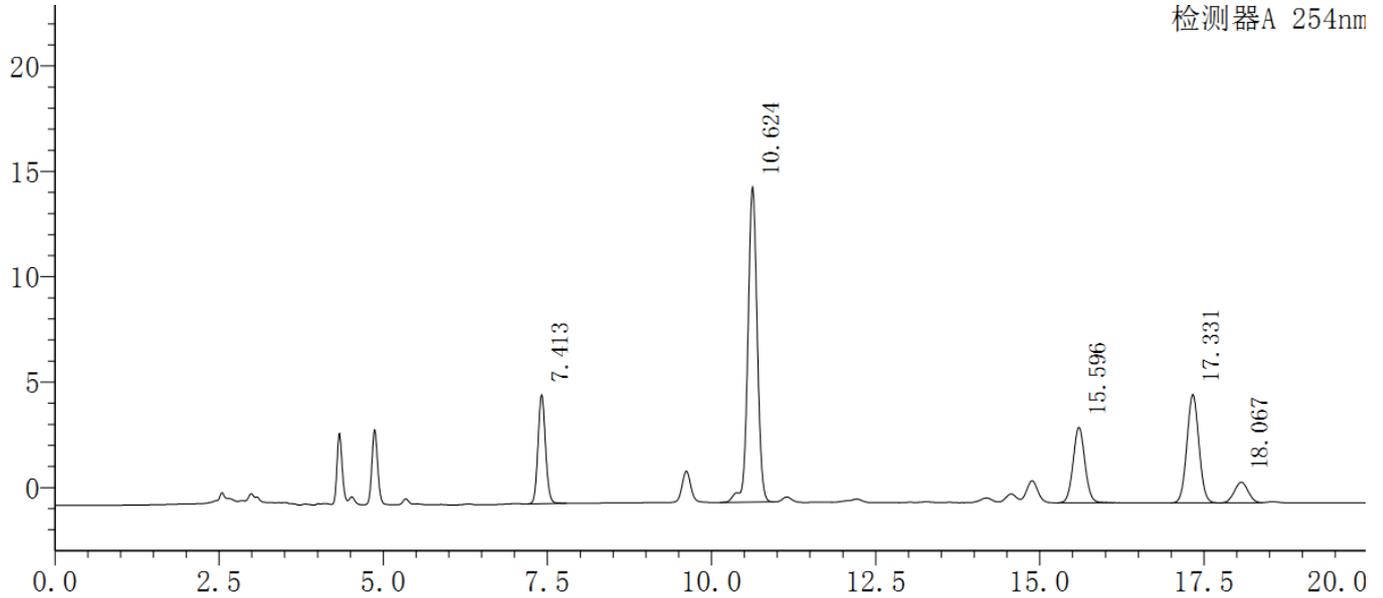
Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: huilin@welchmat.com

| 峰号 | 保留时间   | 面积     | 高度    | 理论塔板数(USP) | 拖尾因子  | 分离度(USP) |
|----|--------|--------|-------|------------|-------|----------|
| 1  | 7.395  | 52527  | 6578  | 18145      | 1.089 | --       |
| 2  | 10.609 | 165518 | 16799 | 25954      | 1.038 | 13.308   |
| 3  | 15.574 | 55995  | 4554  | 35394      | 1.028 | 16.702   |
| 4  | 17.300 | 91488  | 7133  | 40113      | 1.037 | 5.101    |

## 2.2、供试品溶液



| 峰号 | 保留时间   | 面积     | 高度    | 理论塔板数(USP) | 拖尾因子  | 分离度(USP) |
|----|--------|--------|-------|------------|-------|----------|
| 1  | 7.413  | 41163  | 5161  | 18385      | 1.091 | --       |
| 2  | 10.624 | 148332 | 14948 | 26097      | 1.031 | 13.333   |
| 3  | 15.596 | 44833  | 3582  | 34717      | 1.053 | 16.631   |
| 4  | 17.331 | 65695  | 5142  | 40655      | 1.042 | 5.113    |
| 5  | 18.067 | 14469  | 987   | 33255      | 1.029 | 1.990    |

## ● 结论

月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6×250mm, 5µm), 在该色谱条件下进行测定, 可以达到检测需求, 可用于此产品的检测。

## 报告签字

测试: 林慧

日期: 2019-09-27

审核: 郭德勇

日期: 2019-09-27

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

Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail: huilin@welchmat.com