

测试报告

样品信息			
样品名称	大黄	项目编号	SHGZL-20240730-002-02
样品批号	/	样品性状	液体、粉末
收样日期	2024/08/07	测试期间	2024/08/19-2024/08/28
标样信息			
名称	规格	数量	
样品粉末	/	1	
标准品溶液	/	1	
实验要求			
理论板数按大黄素峰计算应不低于 3000，峰型与分离度满足客户要求。			
参考方法			
中国药典			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	色谱纯	月旭	
磷酸	AR	泰坦	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
赛默飞	Thermo UltiMate 3000		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱	Xtimate® C18, (4.6×250mm,5μm)
流动相	甲醇-0.1%磷酸溶液 (85:15)
流速	1.0mL/min
进样量	10μL
柱温	30℃
紫外检测器	254nm
洗脱程序	等度

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

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 1 页 共 4 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

注意事项

/

1.2.溶液配制

1.2.1.流动相配制：

量取甲醇 850mL，加入 0.1%磷酸 150mL，混匀，超声脱气即得；

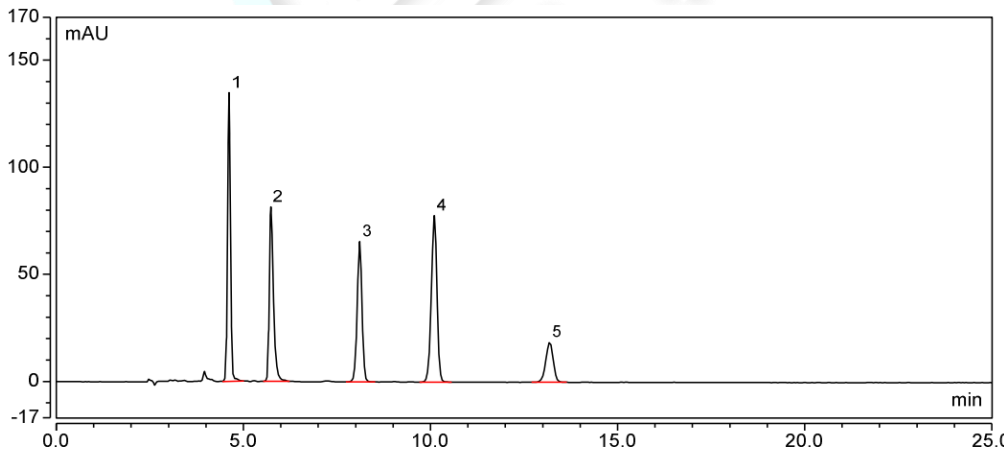
1.2.2.样品溶液配制

对照品：客户提供；

供试品：取本品粉末 0.15g，置具塞锥形瓶中，精密加入甲醇 25ml，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 5ml，置烧瓶中，挥去溶剂，加 8%盐酸溶液 10ml，超声处理 2 分钟，再加三氯甲烷 10ml，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 10ml，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 10ml 量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

2.谱图和数据

(1) 对照品



积分结果							
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.617	12.003	134.778	23.93	18036	6.83	1.04
2	5.733	10.426	81.472	20.79	14506	11.17	1.57
3	8.107	9.892	65.511	19.72	18951	7.87	0.98
4	10.100	13.554	77.709	27.03	21951	9.80	0.95
5	13.183	4.277	18.698	8.53	21628	n.a.	0.95
总和:		50.153	378.168		95072.00	35.66	

(2) 供试品

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。

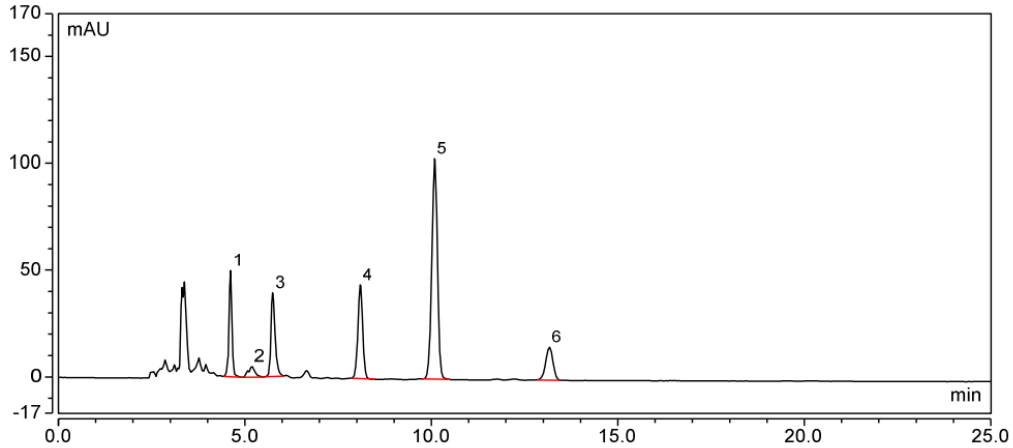
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

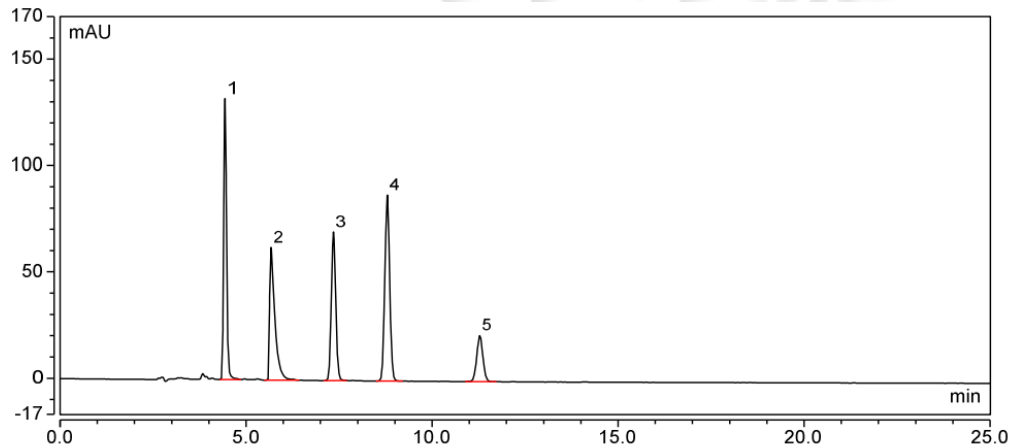
Tel:400-810-6969





积分结果							
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.613	4.623	49.771	11.98	17848	2.91	0.96
2	5.185	1.047	5.188	2.71	6577	2.49	1.10
3	5.743	5.031	39.101	13.04	14092	11.02	1.43
4	8.095	6.550	43.845	16.98	19073	7.91	1.00
5	10.090	17.871	103.139	46.31	22140	9.85	0.96
6	13.162	3.464	15.479	8.98	22070	n.a.	0.98
总和:		38.587	256.523		101800.00	34.18	

(3) 对照品（客户色谱柱 Plus-C18）



积分结果							
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.433	11.619	132.146	23.98	17240	6.79	1.15
2	5.670	10.071	62.434	20.79	9715	7.60	2.76
3	7.350	9.498	69.930	19.61	19039	6.45	1.06
4	8.793	13.092	87.492	27.03	22253	9.26	1.04
5	11.282	4.162	21.632	8.59	22149	n.a.	1.03
总和:		48.442	373.635		90396.00	30.10	

(4) 供试品（客户色谱柱 Plus-C18）

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。

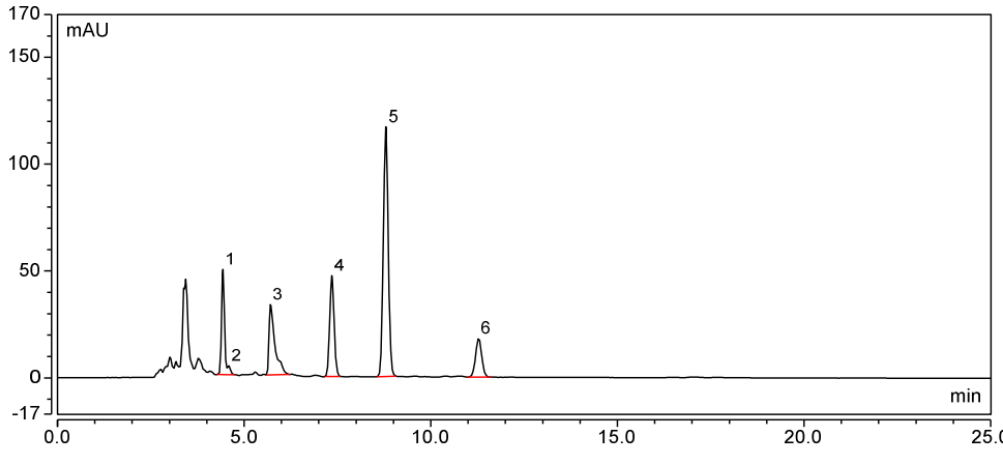
Add:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel:400-810-6969





积分结果							
序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1	4.432	4.316	49.156	11.32	16845	n.a.	n.a.
2	4.585	0.420	4.264	1.10	n.a.	n.a.	n.a.
3	5.707	5.993	32.862	15.72	8583	7.16	2.87
4	7.352	6.402	47.174	16.80	18856	6.43	1.05
5	8.795	17.485	116.795	45.88	22201	9.24	1.04
6	11.282	3.496	18.252	9.17	22137	n.a.	1.04
总和:		38.112	268.502		88622.00	22.84	

3.结论

使用月旭 Xtimate® C18, (4.6×250mm,5µm) 在此色谱条件下, 峰型与分离度可满足客户要求, 使用客户寄回色谱柱 Ultimate® Plus-C18, (4.6×250mm,5µm) 进行验证, 大黄酸不对称度为 2.75, 且供试品中有杂质未能分开, 无法满足客户要求。

报告人:Lily

审核人:Tim

日期:2024/08/28

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

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

