

## 测试报告

| 样品信息  |              |      |                       |
|---|--------------|------|-----------------------|
| 样品名称  | 氨磺必利口服溶液     | 项目编号 | 20240918-921          |
| 样品批号  | /            | 样品性状 | /                     |
| 收样日期  | 2024/09/19   | 测试期间 | 2024/10/08~2024/10/10 |
| 标样信息  |              |      |                       |
| 名称  | 规格           | 数量   |                       |
| 供试品溶液   | 25 ml        | 1 份  |                       |
| 辅料溶液  | 25 ml        | 1 份  |                       |
| SST 溶液  | 1 ml         | 2 份  |                       |
| 实验要求  |              |      |                       |
| 筛选色谱柱验证方法分析氨磺吡啶口服溶液，要求供试品溶液中主峰与前相邻杂质分离度大于 1.5，辅料不干扰出峰且 SST 溶液中有关物质之间分离度符合要求 |              |      |                       |
| 参考方法  |              |      |                       |
| 客户方法  |              |      |                       |
| 试剂信息  |              |      |                       |
| 试剂名称  | 级别           | 品牌   |                       |
| 纯水  | 二级           | 月旭   |                       |
| 甲醇  | 色谱级          | 月旭   |                       |
| 磷酸二氢钾   | 分析级          | 阿拉丁  |                       |
| 氨水  | 分析级          | 麦克林  |                       |
| 仪器信息  |              |      |                       |
| 仪器厂家  | 仪器型号         |      |                       |
| 安捷伦   | Agilent 1260 |      |                       |

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

|      |   |
|------|---|
| 色谱柱: | Xtimate C18 (4.6×250mm, 3μm)                  |
| 流动相: | A 相: 磷酸二氢钾缓冲液 (pH=8.4): 甲醇 (80:20) B 相: 色谱纯甲醇 |
| 流速:  | 1.0 ml/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

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

|       |                 |       |       |
|-------|-----------------|-------|-------|
| 进样量：  | 10 $\mu$ L      |       |       |
| 柱温：   | 35 $^{\circ}$ C |       |       |
| 检测器：  | UV              |       |       |
| 检测波长： | 240 nm          |       |       |
| 洗脱程序  | 时间（min）         | A相（%） | B相（%） |
|       | 0               | 100   | 0     |
|       | 20              | 80    | 20    |
|       | 50              | 45    | 55    |
|       | 55              | 100   | 0     |
|       | 65              | 100   | 0     |
| 注意事项  | /               |       |       |

## 1.2. 溶液配制

### 1.2.1. 流动相配制

A相：称取 6.8g 磷酸二氢钾至 1000ml 纯水中，溶解后氨水调节 pH 至 8.4，取 800ml 与 200ml 甲醇混合，充分混匀后超声即得；

B相：色谱纯甲醇抽滤即得。

### 1.2.2. 对照品溶液配制

供试品溶液：客户提供，可直接分析；

辅料溶液：客户提供，可直接分析；

SST 溶液：客户提供，可直接分析。

## 2. 谱图和数据

### 1) SST 溶液分析图谱：

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

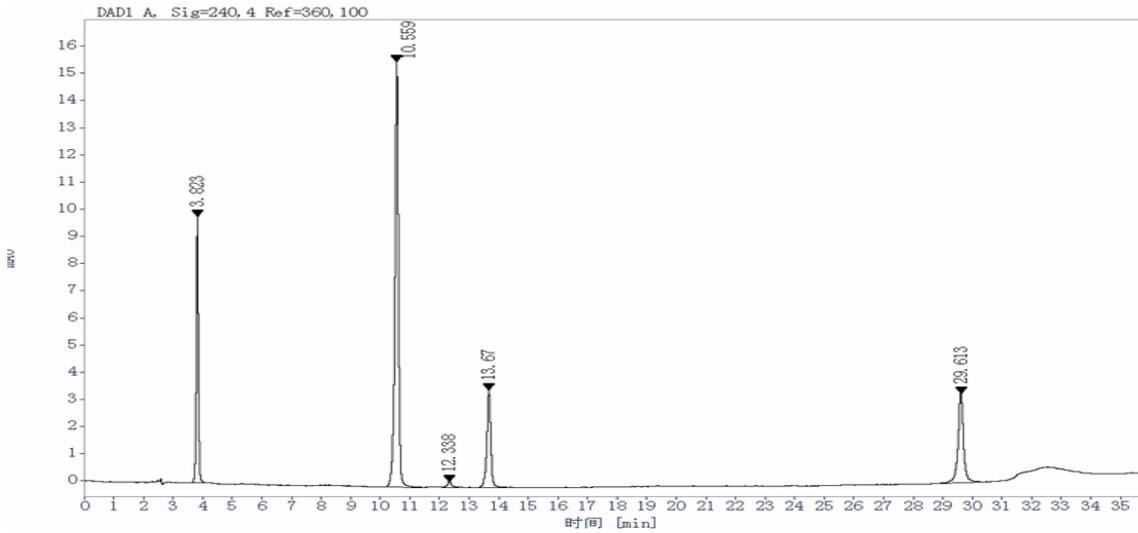
第 2 页 共 4 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

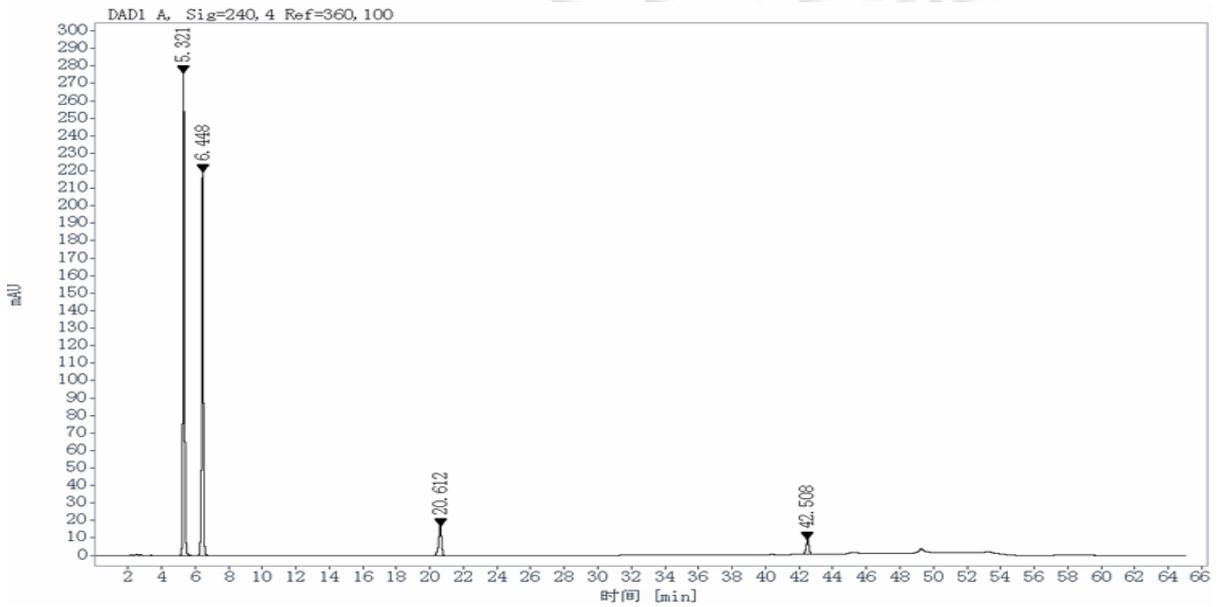




DAD1 A, Sig=240, 4 Ref=360, 100

|       |        |        |       |          |
|-------|--------|--------|-------|----------|
| 3.82  | 47.01  | 18.51  | 1.01  | 15751.0  |
| 10.56 | 129.62 | 51.05  | 41.55 | 43534.1  |
| 12.34 | 2.19   | 0.8618 | 8.29  | 47378.8  |
| 13.67 | 33.02  | 13.00  | 5.91  | 59447.4  |
| 29.61 | 42.06  | 16.57  | 60.67 | 154585.1 |

2) 辅料溶液分析图谱:

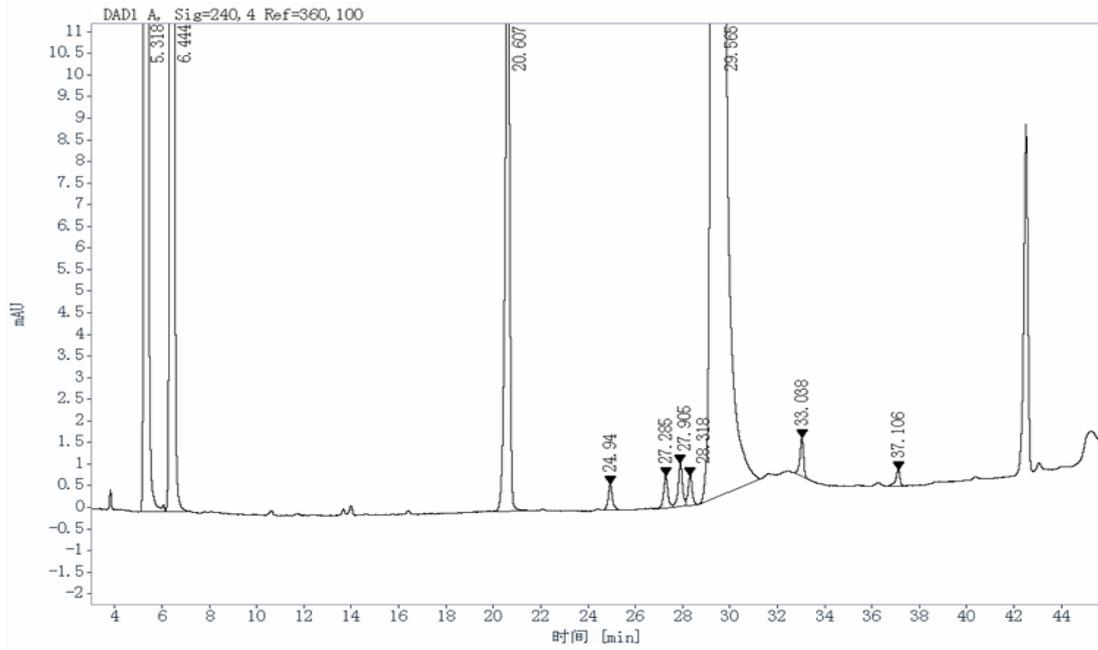


DAD1 A, Sig=240, 4 Ref=360, 100

|       |         |       |       |          |
|-------|---------|-------|-------|----------|
| 5.32  | 1677.42 | 49.99 | 1.21  | 18225.1  |
| 6.45  | 1380.72 | 41.14 | 7.16  | 26865.1  |
| 20.61 | 201.76  | 6.012 | 61.72 | 74687.3  |
| 42.51 | 95.88   | 2.857 | 72.41 | 314696.2 |

3) 供试品溶液分析图谱:





DAD1 A, Sig=240, 4 Ref=360, 100

|       |          |         |       |      |          |
|-------|----------|---------|-------|------|----------|
| 5.32  | 1667.59  | 7.489   |       | 1.22 | 18298.3  |
| 6.44  | 1395.14  | 6.265   | 7.17  | 0.93 | 26951.2  |
| 20.61 | 201.19   | 0.9035  | 61.54 | 0.83 | 73857.4  |
| 24.94 | 7.43     | 0.03336 | 14.33 | 1.12 | 109678.2 |
| 27.28 | 9.34     | 0.04192 | 7.70  | 1.20 | 125517.1 |
| 27.91 | 12.39    | 0.05564 | 2.02  | 0.92 | 133248.2 |
| 28.32 | 8.24     | 0.03698 | 1.36  | 1.14 | 140627.8 |
| 29.57 | 18952.29 | 85.11   | 4.13  | 0.76 | 153594.1 |
| 33.04 | 9.77     | 0.04385 | 12.15 | 0.70 | 239584.1 |
| 37.11 | 4.66     | 0.02091 | 14.87 | 0.74 | 287101.2 |

### 3. 结论

使用月旭色谱柱 Welch Xtimate C18 (4.6×250mm, 3μm) 在此色谱条件下分析氨磺必利口服溶液，其中供试品溶液中主峰与前相邻未知杂质分离度大于 1.5，辅料峰不干扰出峰且系统溶液中杂质 E、杂质 B、杂质 F1、杂质 F2 及氨磺必利依次出峰，相互之间分离度均符合分析要求。

报告人: Jeff

审核人: Jim

日期: 2024/10/12

