

测试报告

样品信息			
样品名称	萘哌地尔片	编号	W20150417-001
样品重量	\	剂型	片剂
收样日期	2015/04/17	测试期间	2015/04/17-04/17
样品描述	片剂		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	2015 版药典征求意见稿	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20AD

● 色谱条件:

色谱柱:	1. 月旭 Ultimate® Plus-C18 (4.6*150mm, 5 μm)
流动相:	缓冲液-乙腈-甲醇 (35:40:25)
检测波长:	283nm
柱温:	30℃
流速:	1.0ml/min
进样量:	20μl
注意事项:	本实验柱温为 30℃

● 流动相配置:

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

缓冲液: 0.02mol/L 磷酸氢二铵, 用冰醋酸调 PH=6.00

缓冲液-乙腈-甲醇 (35: 40: 25)

● 样品溶液的配制:

空白溶液: 流动相

供试品溶液: 取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量 (约相当于萘哌地尔25mg), 置50ml 容量瓶中, 加流动相40ml, 超声20min使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 过滤。

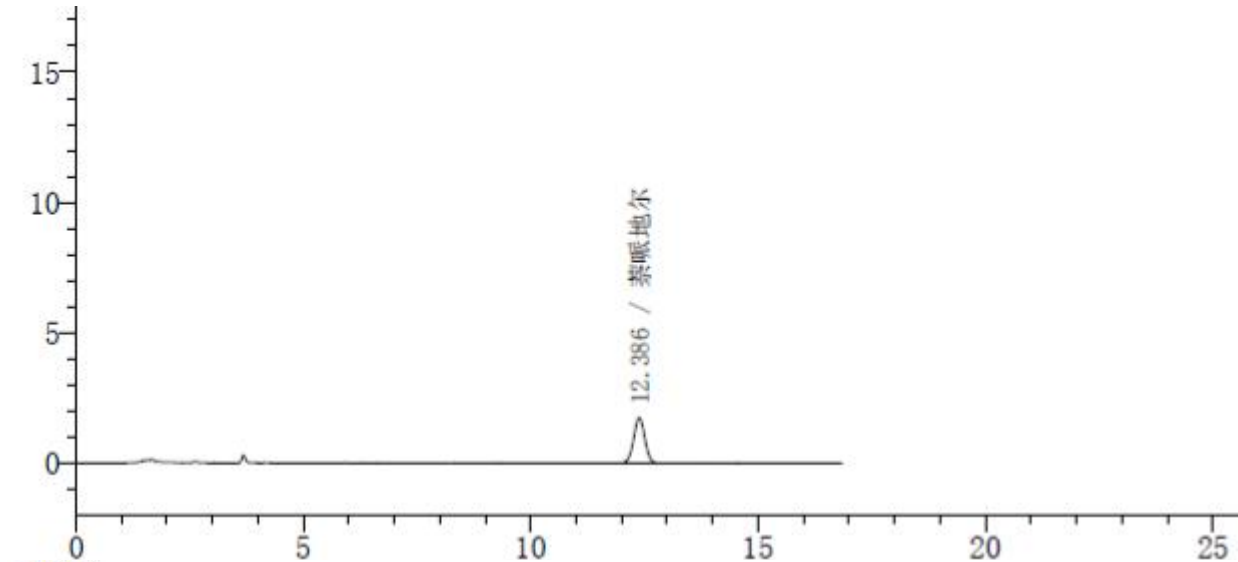
对照溶液: 精密移取供试品溶液适量, 加流动相稀释至每1ml 中约含1ug的溶液。

α -萘酚对照溶液: 精密称取 α -萘酚对照品适量, 用流动相溶解稀释至每1ml 中含有0.3ug的溶液。

● 谱图和数据:

1. 月旭 Ultimate® Plus-C18 (4.6*150mm, 5 μ m)

对照溶液:

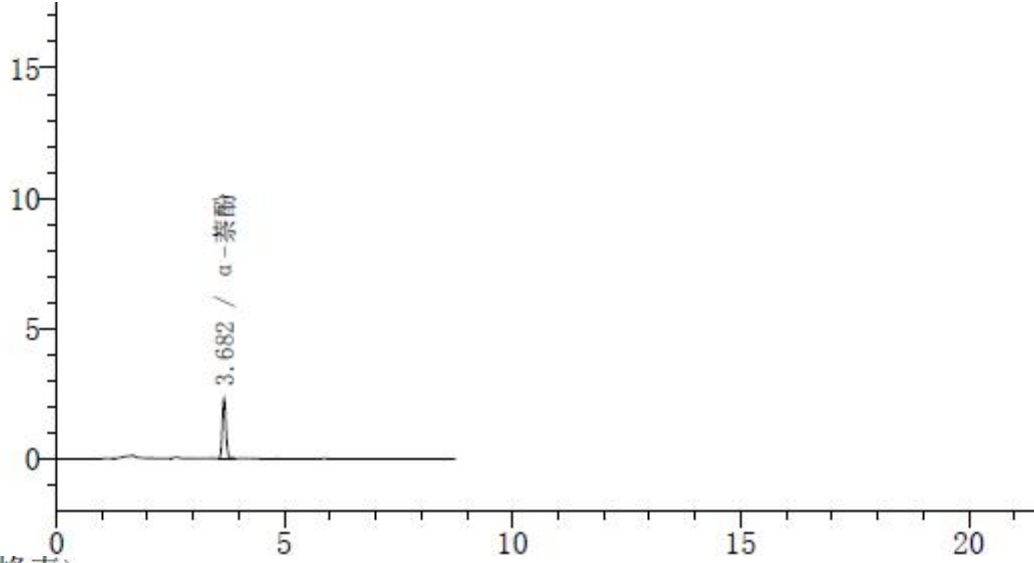


<峰表>

检测器A 283nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	分离度(USP)
1	12.386	萘哌地尔	29567	1743	100.000	11982	--
总计			29567	1743	100.000		

α-萘酚对照溶液:

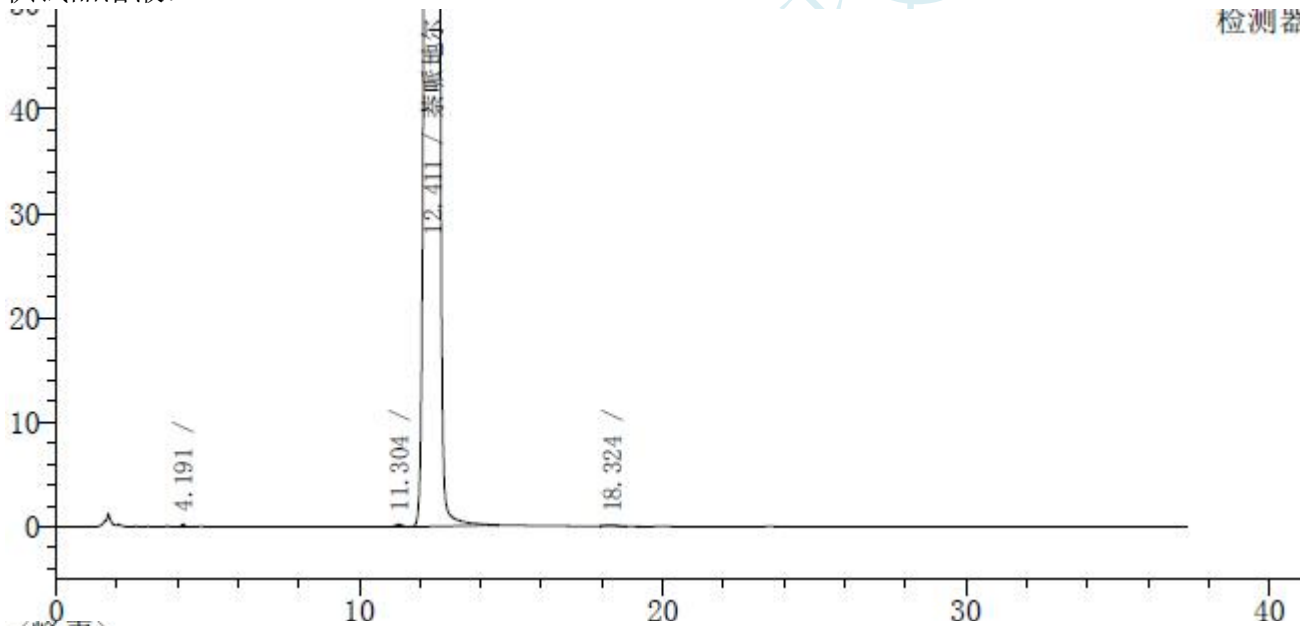


<峰表>

检测器A 283nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	分离度(USP)
1	3.682	α-萘酚	12504	2302	100.000	8850	-
总计			12504	2302	100.000		

供试品溶液:



<峰表>

检测器A 283nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	分离度(USP)
1	4.191		1765	251	0.012	7336	--
2	11.304		3624	237	0.025	11860	23.284
3	12.411	萘哌地尔	14689888	852911	99.952	11762	2.537
4	18.324		1700	71	0.012	13561	10.878
总计			14696977	853471	100.000		

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● 结论

征求意见稿要求	萘哌地尔与相邻杂质 分离度($R \geq 1.5$)	是否符合要求
色谱柱 (Plus-C18)	2.537	符合

● 检测方法

【检查】 有关物质 取含量测定项下细粉适量(约相当于萘哌地尔 25mg), 精密称定, 置 50ml 量瓶中, 加流动相 40ml, 超声 20 分钟使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液作为供试品溶液; 精密量取供试品溶液适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液, 作为对照溶液; 另取 α -萘酚对照品, 精密称定, 用流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 中含 0.3 μ g 的溶液, 作为对照品溶液。照含量测定项下的方法测定, 供试品溶液的色谱图中如有杂质峰, 扣除相对保留时间 0.2 之前的辅料峰, 供试品溶液的色谱图中如有与 α -萘酚峰保留时间一致的色谱峰, 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.06%; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积 (0.2%); 其他各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍 (1.0%)。供试品溶液色谱中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的峰可忽略不计。

报告签字

测试: 李良翔

日期: 2015-04-17

审核: 薛昆鹏

日期: 2015-04-17