

## 测试报告

样品信息			
样品名称	布洛芬杂质 F	项目编号	20231122-1102
样品批号	/	样品性状	液体
收样日期	2023/11/27	测试期间	2023/12/01-01/15
标样信息			
名称	规格	数量	
杂质 A	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
杂质 B	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
杂质 E	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
杂质 F	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
杂质 N	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
杂质 J	0.1 mg/mL (40%乙腈)	1	
原料药	约 500 mg/管	1	
混悬液	20 mg/mL, 约 4 mL/管	2	
实验要求			
做反向系统, 只需杂质 F 和布洛芬以及其他杂质分离, 其他杂质重叠没关系			
参考方法			
客户方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	HPLC 级	月旭科技（上海）股份有限公司	
异丙醇	HPLC 级	月旭科技（上海）股份有限公司	
甲酸铵	AR 级	上海阿拉丁生化科技股份有限公司	
甲酸	HPLC 级	上海阿拉丁生化科技股份有限公司	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
安捷伦		1260 Infinity II	



## 1. 试验过程

### 1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate PFP (4.6×250 mm, 5 μm)
流动相:	50 mM 甲酸铵 pH4.9: 乙腈: 异丙醇 (60: 30: 10)
流速:	1 mL/min
进样量:	10 μL
柱温:	25 °C
检测器:	紫外检测器
检测波长:	214 nm
洗脱程序	等度洗脱
注意事项	注意调整甲酸铵的 pH 在 5 左右

### 1.2. 溶液配制

#### 1.2.1. 流动相配制

称 1.89 g 甲酸铵，加入 600 mL 水溶解，用甲酸调整 pH 至 4.9 即得流动相 A；向流动相 A 中加入 300 mL 乙腈和 100 mL 异丙醇，混合超声脱气即得

#### 1.2.2. 原料药溶液配制

称 2.4 mg 原料药，加入 1.2 mL 的 40%乙腈溶解，即得 2 mg/mL 储备液；取 50 μL 的储备液，加入 950 μL 的 40%乙腈，即得 0.1 mg/mL 的中间液；取 100 μL 的中间液加入 600 μL 的 40%乙腈，即得工作液；

#### 1.2.3. 混合样品溶液配制

取 0.1 mg/mL 的杂质 A、B、E、F、N、J 和原料药各 100 μL 混合即得

#### 1.2.4. 杂质 A 溶液配制

取 100 μL 的 0.1 mg/mL 杂质 A 储备液，加入 600 μL 的 40%乙腈即得

#### 1.2.5. 杂质 B 溶液配制

取 100 μL 的 0.1 mg/mL 杂质 B 储备液，加入 600 μL 的 40%乙腈即得

#### 1.2.6. 杂质 E 溶液配制

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



取 100  $\mu\text{L}$  的 0.1 mg/mL 杂质 E 储备液，加入 600  $\mu\text{L}$  的 40%乙腈即得

#### 1.2.7. 杂质 F 溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 0.1 mg/mL 杂质 F 储备液，加入 600  $\mu\text{L}$  的 40%乙腈即得

#### 1.2.8. 杂质 N 溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 0.1 mg/mL 杂质 N 储备液，加入 600  $\mu\text{L}$  的 40%乙腈即得

#### 1.2.9. 杂质 J 溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 0.1 mg/mL 杂质 J 储备液，加入 600  $\mu\text{L}$  的 40%乙腈即得

#### 1.2.10. 原料药 2 mg/mL 和 2 $\mu\text{g}$ /mL 杂质 F 溶液配制

称 3.0 mg 原料药，加入 30  $\mu\text{L}$  的 0.1 mg/mL 的杂质 F 和 1.470 mL 的 40%乙腈即得；

#### 1.2.11. 混悬液溶液配制

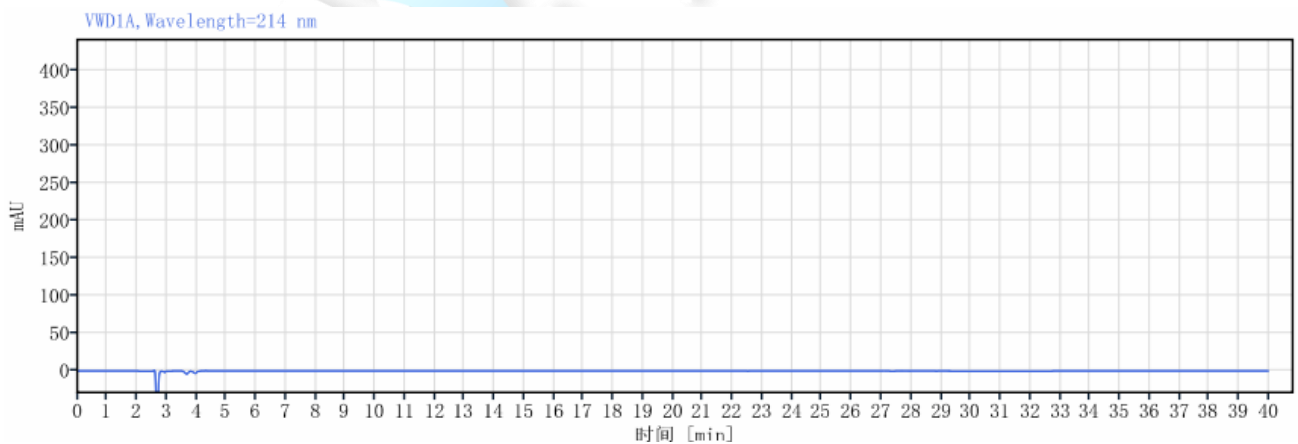
取 100  $\mu\text{L}$  的混悬液(20 mg/mL)，加入 500  $\mu\text{L}$  的水和 400  $\mu\text{L}$  的乙腈，混匀过滤膜即得 2 mg/mL 的混悬液样品

#### 1.2.12. 空白溶液配制

取 40%乙腈为空白溶液

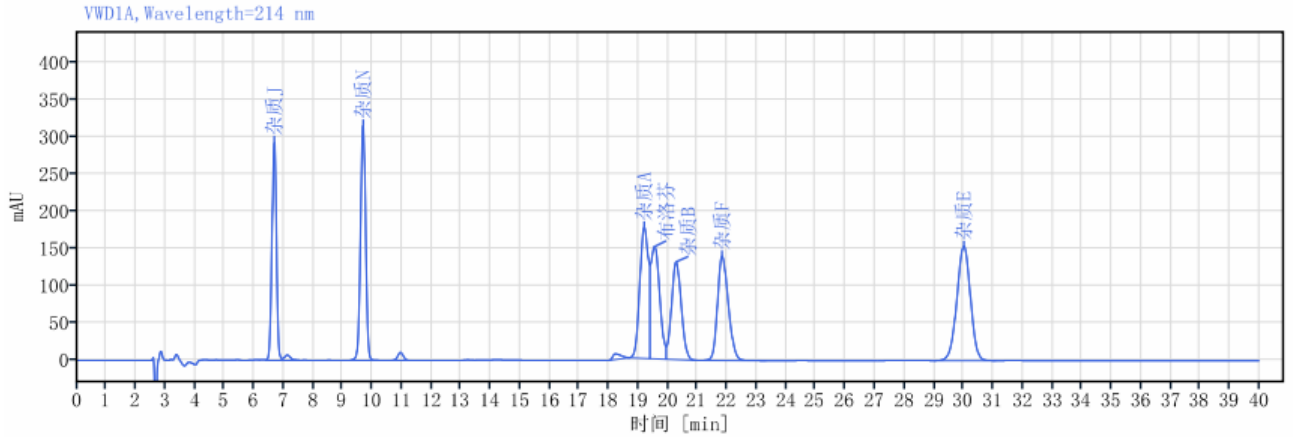
## 2. 谱图和数据

### (1) 空白检测图谱



### (2) 混合样品检测图谱

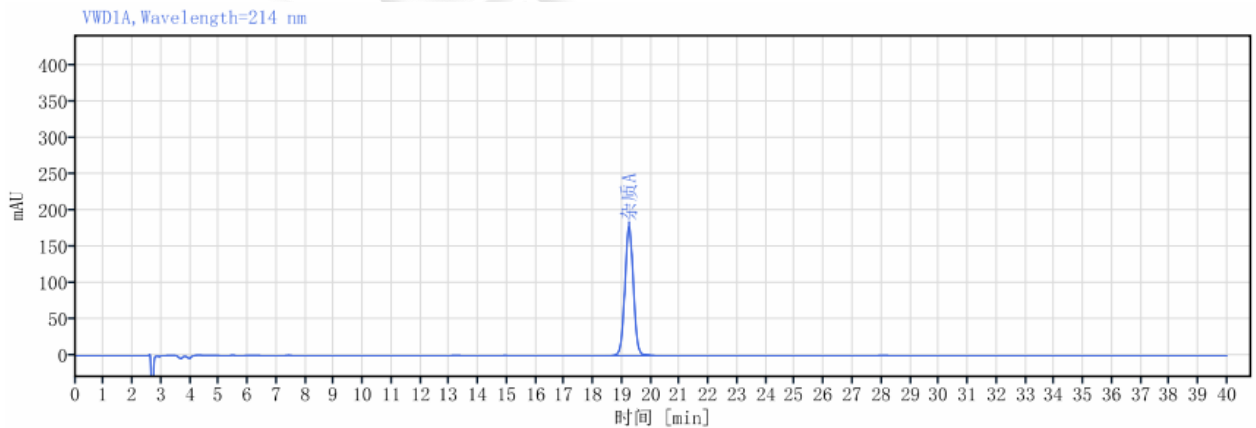




信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
杂质J	6.688	3095.28	12.12	294.60		0.97529	9180.03266
	7.124	101.80	0.40	6.97	1.31394	1.43327	5462.49537
杂质N	9.691	3799.93	14.88	316.79	7.30521	0.99050	14932.98036
	10.954	139.46	0.55	10.73	3.80296	1.00389	15922.36114
	18.230	145.17	0.57	7.51	16.14419	1.94856	17309.54119
杂质A	19.196	3603.93	14.12	176.72	1.45881	0.78541	9917.92990
布洛芬	19.546	3146.34	12.32	151.13	0.38703	1.75965	5677.80711
杂质B	20.273	3024.27	11.85	131.22	0.87838	1.10560	17278.07217
杂质F	21.830	3559.36	13.94	140.31	2.40616	1.22565	16637.16121
杂质E	30.004	4915.67	19.25	153.87	10.71906	0.97598	20027.53362
<b>总和</b>		<b>25531.21</b>					

### (3) 杂质 A 溶液检测图谱



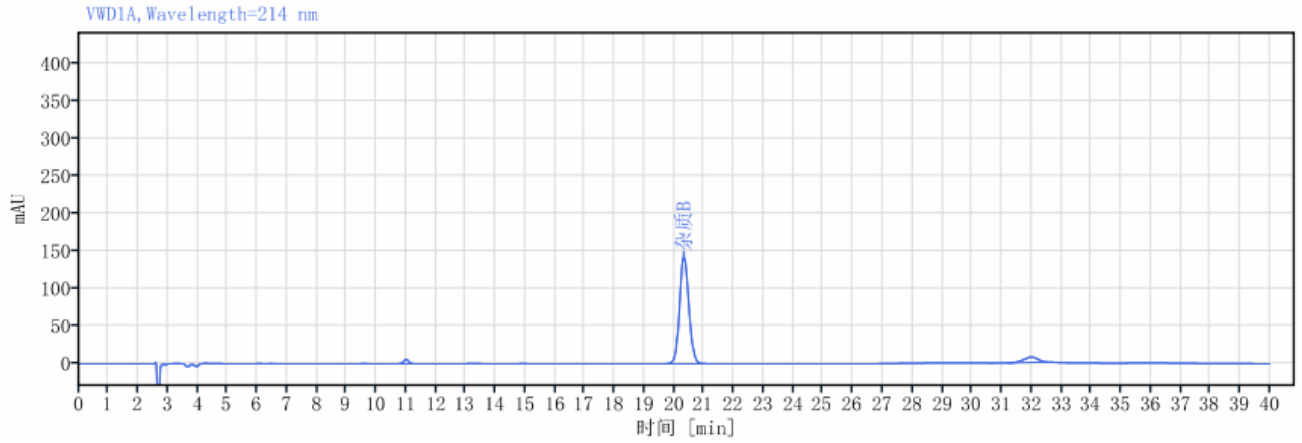
信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
杂质A	19.232	3668.36	100.00	178.05		1.02406	20196.47651
<b>总和</b>		<b>3668.36</b>					

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



(4) 杂质 B 溶液检测谱图

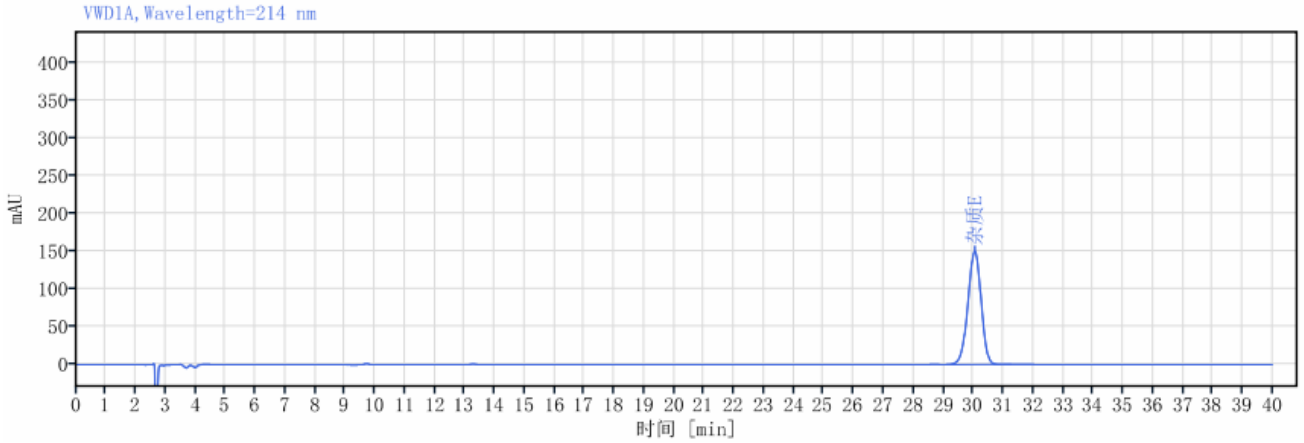


信号:

VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	11.000	69.19	2.02	5.88		0.98919	20045.71804
杂质B	20.322	3113.88	91.07	142.92	20.99612	1.09939	19829.32525
	31.987	236.06	6.90	7.11	15.78544	1.01792	20192.14724
<b>总和</b>		<b>3419.12</b>					

(5) 杂质 E 溶液检测谱图



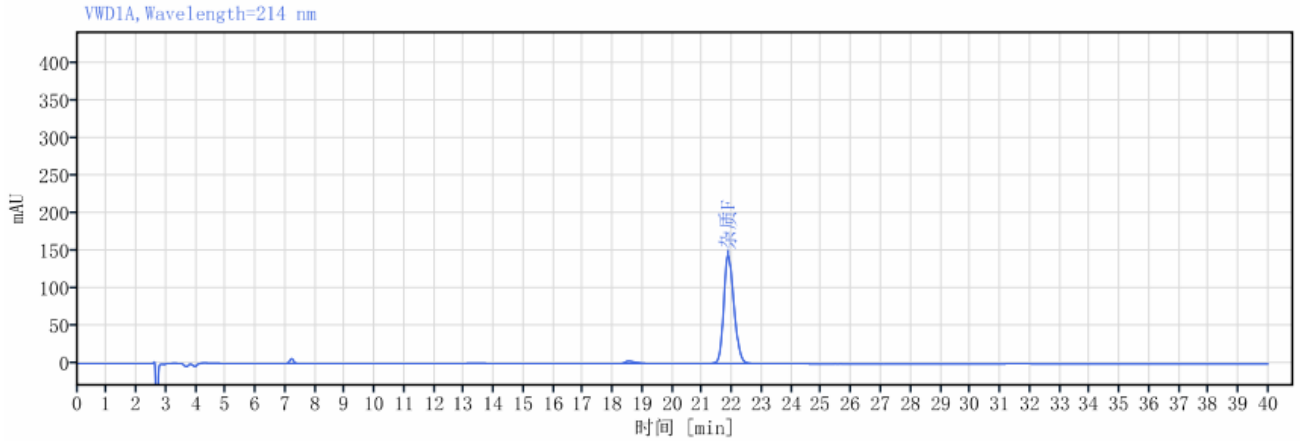
信号:

VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
杂质E	30.043	4643.75	100.00	150.51		0.95578	21498.92551
<b>总和</b>		<b>4643.75</b>					



(6) 杂质 F 溶液检测谱图

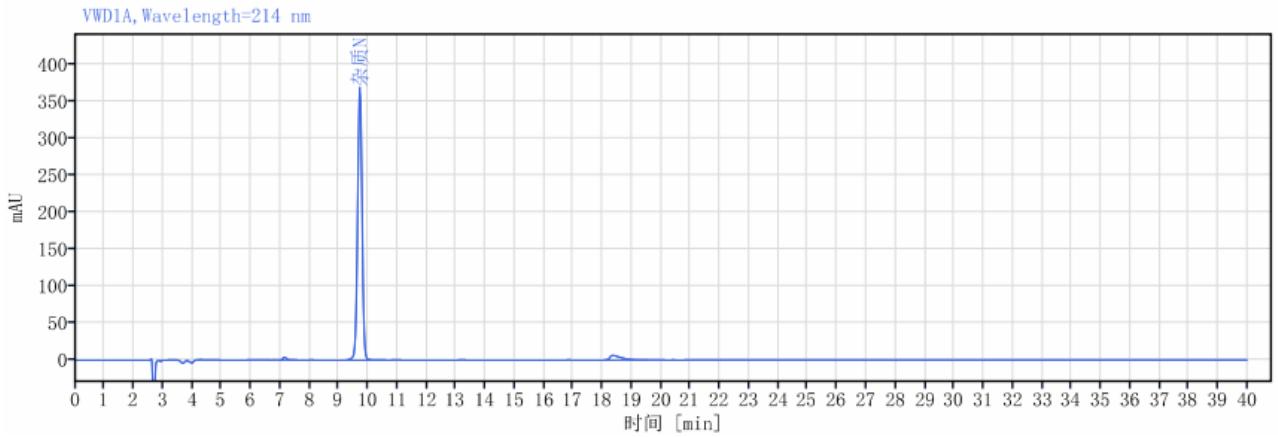


信号:

VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	7.208	60.07	1.67	6.52		1.04848	14173.66200
	18.518	86.67	2.41	3.40	24.68496	1.82270	12068.64174
杂质F	21.858	3454.78	95.93	144.30	5.10112	1.23422	18937.77846
<b>总和</b>		<b>3601.53</b>					

(7) 杂质 N 溶液检测谱图



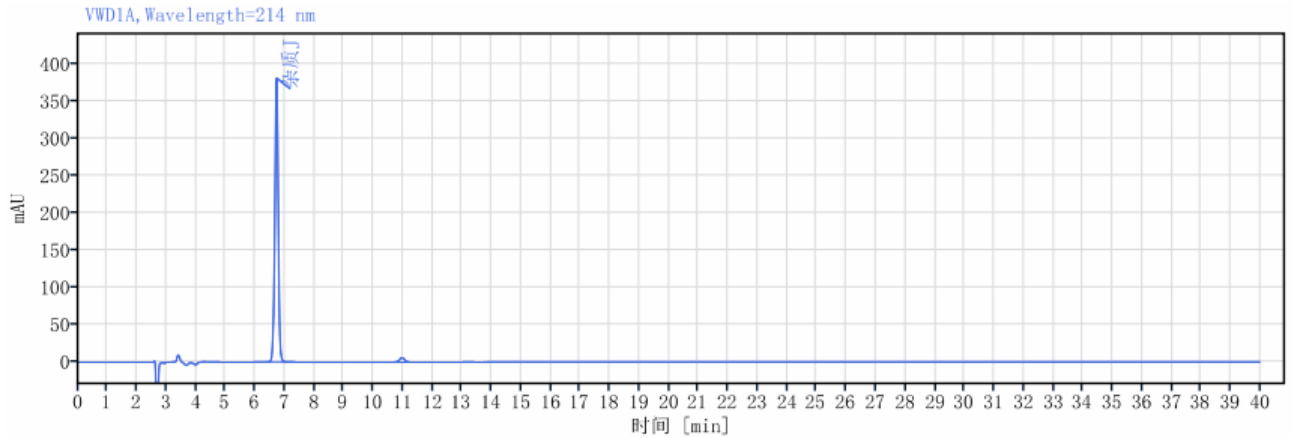
信号:

VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	7.148	33.99	0.84	3.96		1.26794	16610.91328
杂质N	9.718	3850.76	94.86	362.79	10.29204	0.97152	19621.08287
	18.349	174.73	4.30	6.43	17.49821	2.36048	10721.13807
<b>总和</b>		<b>4059.49</b>					



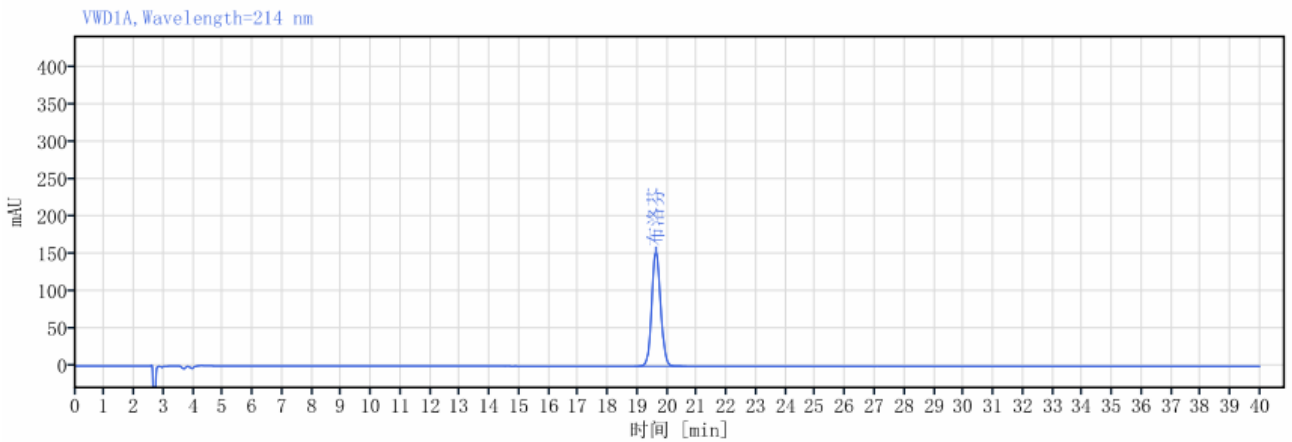
(8) 杂质 J 溶液检测谱图



信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
杂质J	6.730	3114.40	97.79	382.09		0.99569	15810.08304
	10.974	70.39	2.21	6.03	16.22021	1.00597	20155.11413
<b>总和</b>		<b>3184.79</b>					

(9) 原料溶液检测谱图

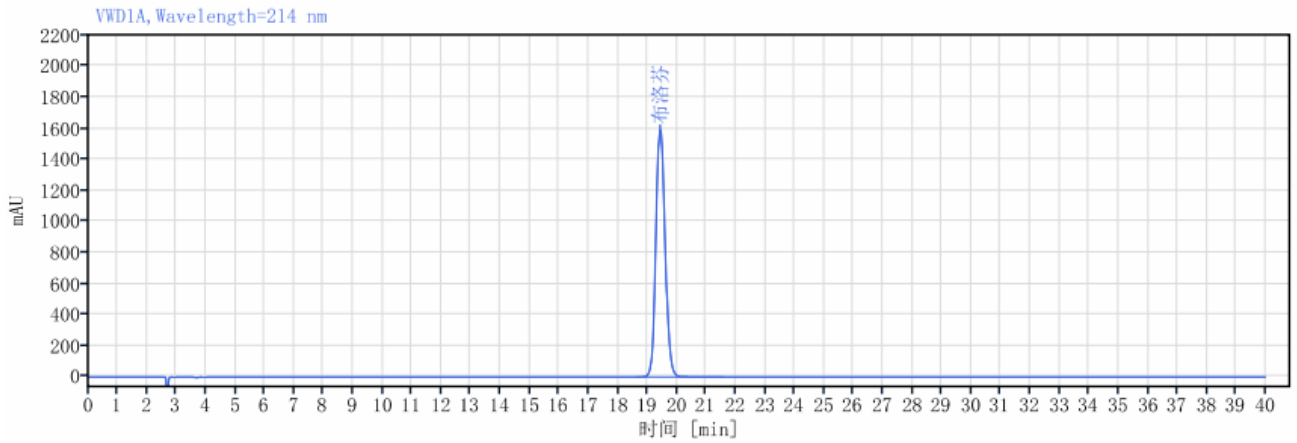


信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
布洛芬	19.606	3209.42	100.00	152.95		1.09966	19988.85766
<b>总和</b>		<b>3209.42</b>					



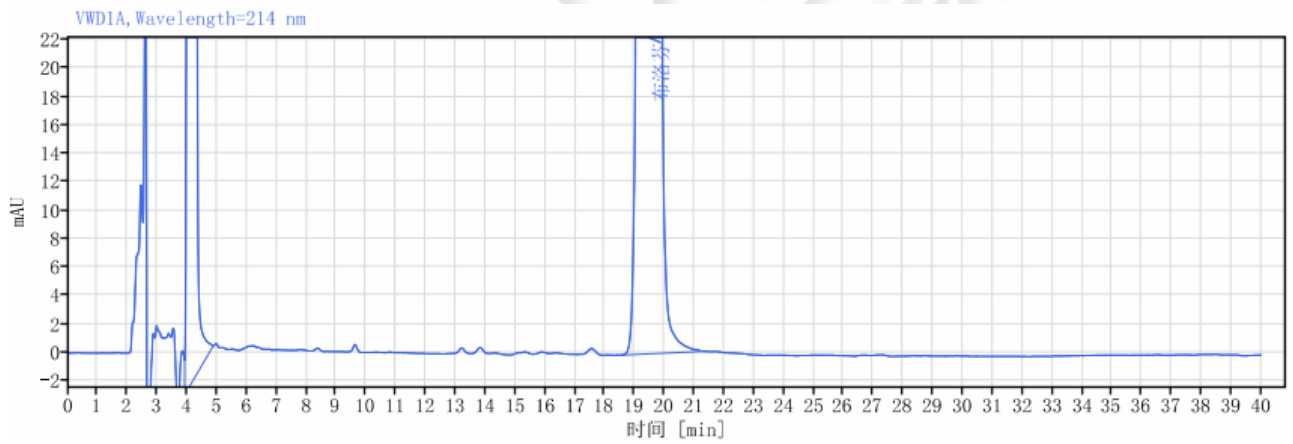
(10) 原料药 2 mg/mL 溶液检测谱图



信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
布洛芬	19.436	35043.19	100.00	1589.19		1.12350	18456.54831
<b>总和</b>		<b>35043.19</b>					

放大量程:



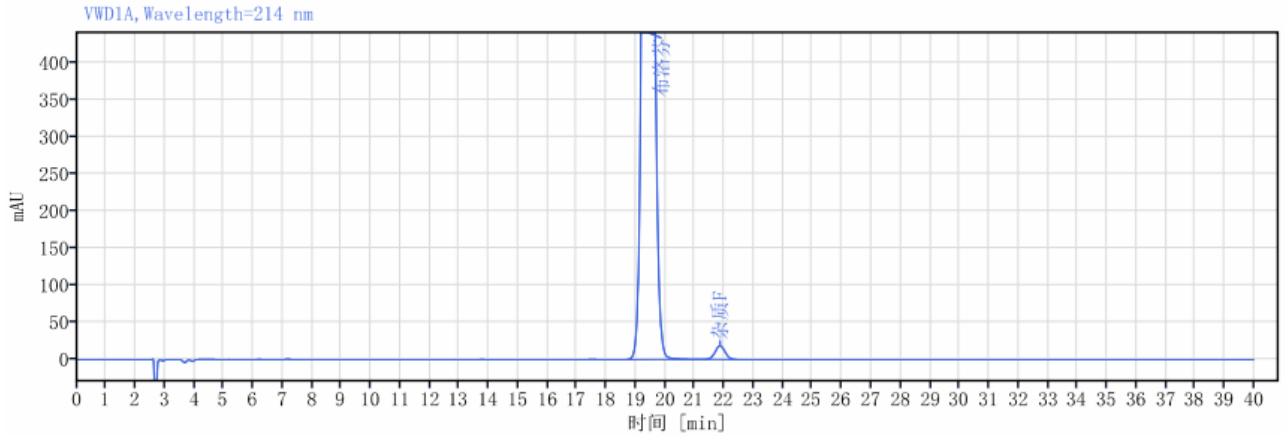
信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	4.267	3982.25	10.03	523.06		0.62323	9550.34683
布洛芬	19.428	35716.32	89.97	1617.65	40.59509	1.11845	18445.45449
<b>总和</b>		<b>39698.56</b>					





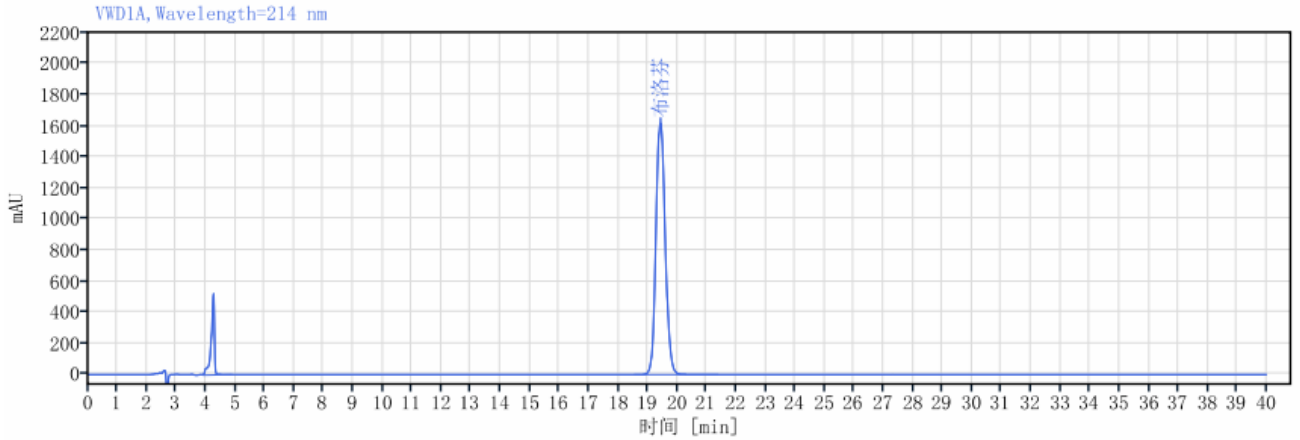
(11) 原料药 2 mg/mL 和 2 μg/mL 杂质 F 溶液检测谱图



信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
布洛芬	19.405	41104.79	98.93	1785.98		1.08266	17455.91188
杂质F	21.853	444.05	1.07	18.57	4.00975	1.00937	18979.21315
<b>总和</b>		<b>41548.84</b>					

(12) 混悬液 2 mg/mL 溶液检测谱图



信号: VWD1A, Wavelength=214 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	4.267	3982.25	10.03	523.06		0.62323	9550.34683
布洛芬	19.428	35716.32	89.97	1617.65	40.59509	1.11845	18445.45449
<b>总和</b>		<b>39698.56</b>					



### 3. 结论

使用月旭 Ultimate® PFP (4.6×250 mm, 5 μm) 色谱柱在此色谱条件下可以将杂质 F 和布洛芬以及其他 6 个杂质分离，分离度大于 2，所测物质峰形对称，2 mg/mL 原料药和混悬液中均未检出杂质 F，符合客户的检测要求。

报告人: Lucy

审核人: Tim

日期: 202/01/15

