

测试报告

样品信息			
样品名称	盐酸考来维仑	编号	W20141027-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2014/10/27	测试期间	2014/11/13-11/13
样品描述	类白色粉末		
测试需求			
测试成分	烯丙胺含量测定		
参考标准			
参考标准	客户标准	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-20A

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6*250mm, 5μm)
流动相:	乙腈: 0.05mol/L 磷酸二氢钾 (磷酸调 PH 至 2.5) =40:60
检测波长:	荧光检测器: 激发波长: 390nm, 发射波长: 475nm
柱温:	35℃
流速:	1.2ml/min
进样量:	10μl
注意事项:	0.3mg/ml 荧光胺二甲基亚砷溶液应精密移取

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:guodeyong@welchmat.com

● 流动相配置:

0.05mol/L 磷酸二氢钾: 0.05mol/L 磷酸二氢钾, 用磷酸调 PH2.51, 抽滤备用;

流动相: 乙腈: 0.05mol/L 磷酸二氢钾 (磷酸调 PH 至 2.5) =40:60, 双泵混合;

● 溶液配置:

稀释剂: 50%的乙腈水;

0.1mol/L 盐酸溶液: 取浓盐酸 0.9ml 至 100ml 水中, 混匀;

0.037mol/L 四硼酸钠溶液: 取十水合四硼酸钠 0.28g, 加水 20ml 超声使溶解, 即可;

0.3mg/ml 荧光胺二甲基亚砜溶液: 取荧光胺 3mg, 加二甲基亚砜 10ml, 超声使溶解, 即可 (因气温较低, 二甲基亚砜会出现凝结, 故在使用过程中, 将荧光胺二甲基亚砜溶液放置在温水中待用);

对照品储备液: 取烯丙胺 10mg 至 10ml 容量瓶中, 加水溶解稀释至刻度, 摇匀;

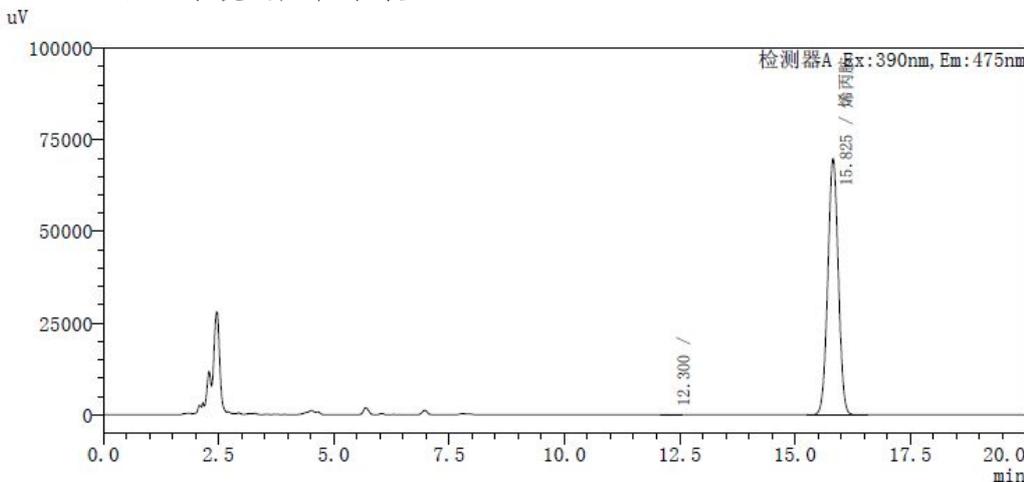
对照溶液: 取对照储备液适量, 用水稀释制成 1ug/ml 的溶液;

系统适应性溶液: 取 10ml 离心管, 加 0.037mol/L 的四硼酸钠溶液 2.0ml, 水 1.9ml、对照溶液 0.1ml、0.3mg/ml 的荧光胺二甲基亚砜溶液 0.5ml, 摇匀, 超声 5 分钟, 静置 3 分钟, 加入 50% 乙腈水 5.5ml, 摇匀, 放置 2 小时;

供试品溶液: 取供试品 200mg, 置 10ml 离心管中, 加入 0.1mol/l 的盐酸 10ml, 强力振摇使分散, 超声处理 30min 后, 再振摇 30min, 4000 转/分钟离心 20min, 取上清液 1ml 置 10ml 离心管, 加 0.037mol/L 的四硼酸钠溶液 2.0ml, 水 1.0ml、0.3mg/ml 的荧光胺二甲基亚砜溶液 0.5ml, 摇匀, 超声 5 分钟, 静置 3 分钟, 加入 50%乙腈水 5.5ml, 摇匀, 放置 2 小时;

● 谱图和数据:

1、 系统适应性溶液:



<峰表>

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	12.300	1373	116	22267	0.982	-	
2	15.825	1105441	69927	22407	1.006	9.368	烯丙胺
总计		1106814	70043				

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。

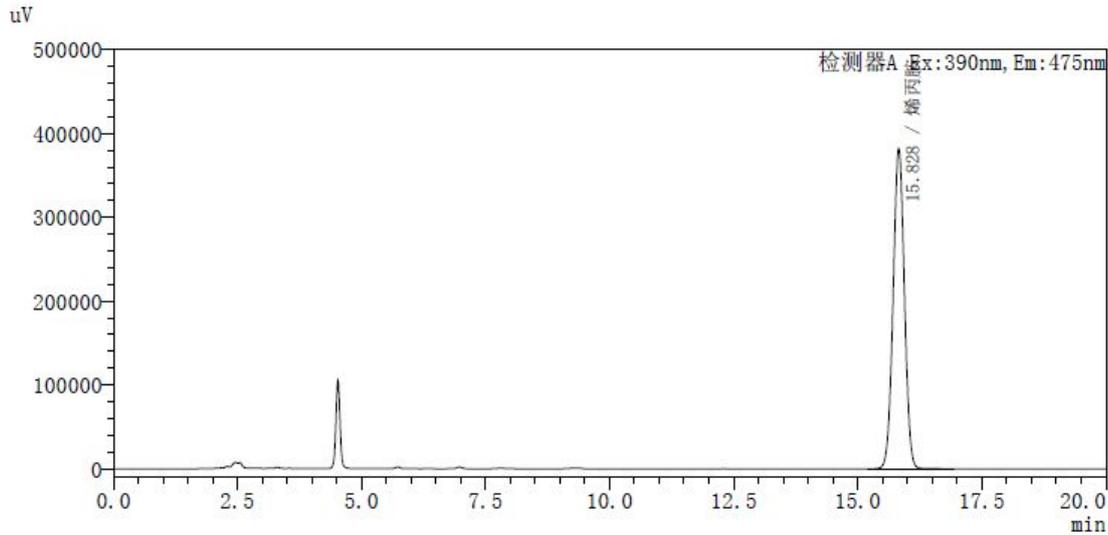
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

2、 供试品溶液:



<峰表>

检测器A Ex: 390nm, Em: 475nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	15.828	6035575	382102	22451	1.007	--	烯丙胺
总计		6035575	382102				

● 结论:

盐酸考来维仑中烯丙胺在此色谱条件下, 用月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6*250mm, 5 μ m) 色谱柱检测:

- (1) 烯丙胺的塔板数为 22407, 与相邻峰的分度为 9.368, 达到客户标准要求;
- (2) 拖尾因子为 1.006, 达到标准要求 (应不大于 2.0);

月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6*250mm, 5 μ m) 色谱柱可以用于盐酸考来维仑中烯丙胺的含量测定。

报告签字

测试: 郭德勇

日期: 2014-11-14

审核: 陈再洁

日期: 2014-11-14