

测试报告

样品信息			
样品名称	萘哌地尔片	编号	
样品重量	\	剂型	片剂
收样日期		测试期间	2015/11/13
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 版药典二部 1206P	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Thermo Ultimate 3000

● 色谱条件:

流动相:	缓冲液-乙腈-甲醇 (35:40:25)
检测波长:	283nm
柱温:	30℃
注意事项:	本实验柱温为 30℃

● 流动相配置:

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

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:

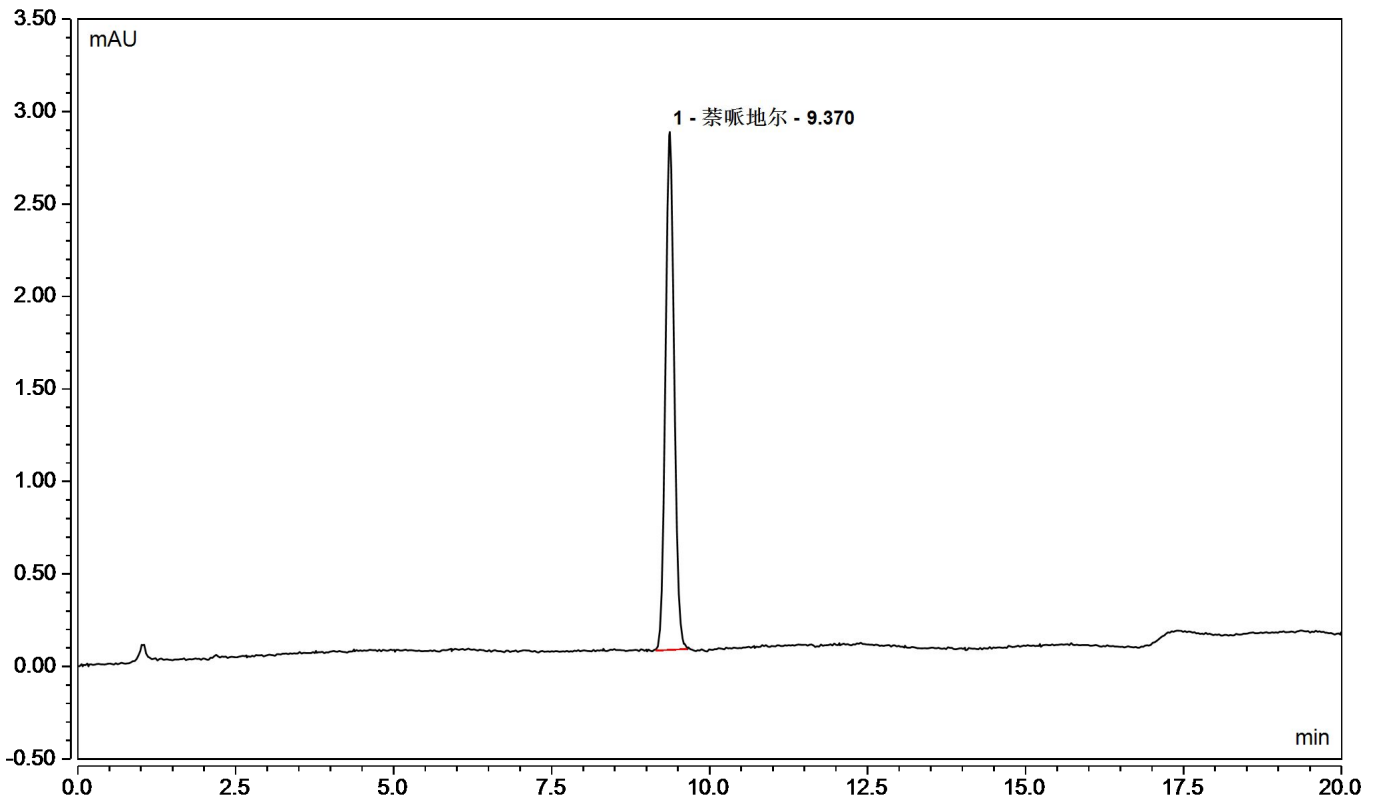
1、色谱柱 Ultimate® XB-C18 3.0*100mm. 1.8um

对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 284 bar



峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	萘哌地尔	9.370	0.148	M	n.a.	1.07	22156

α -萘酚对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 284 bar

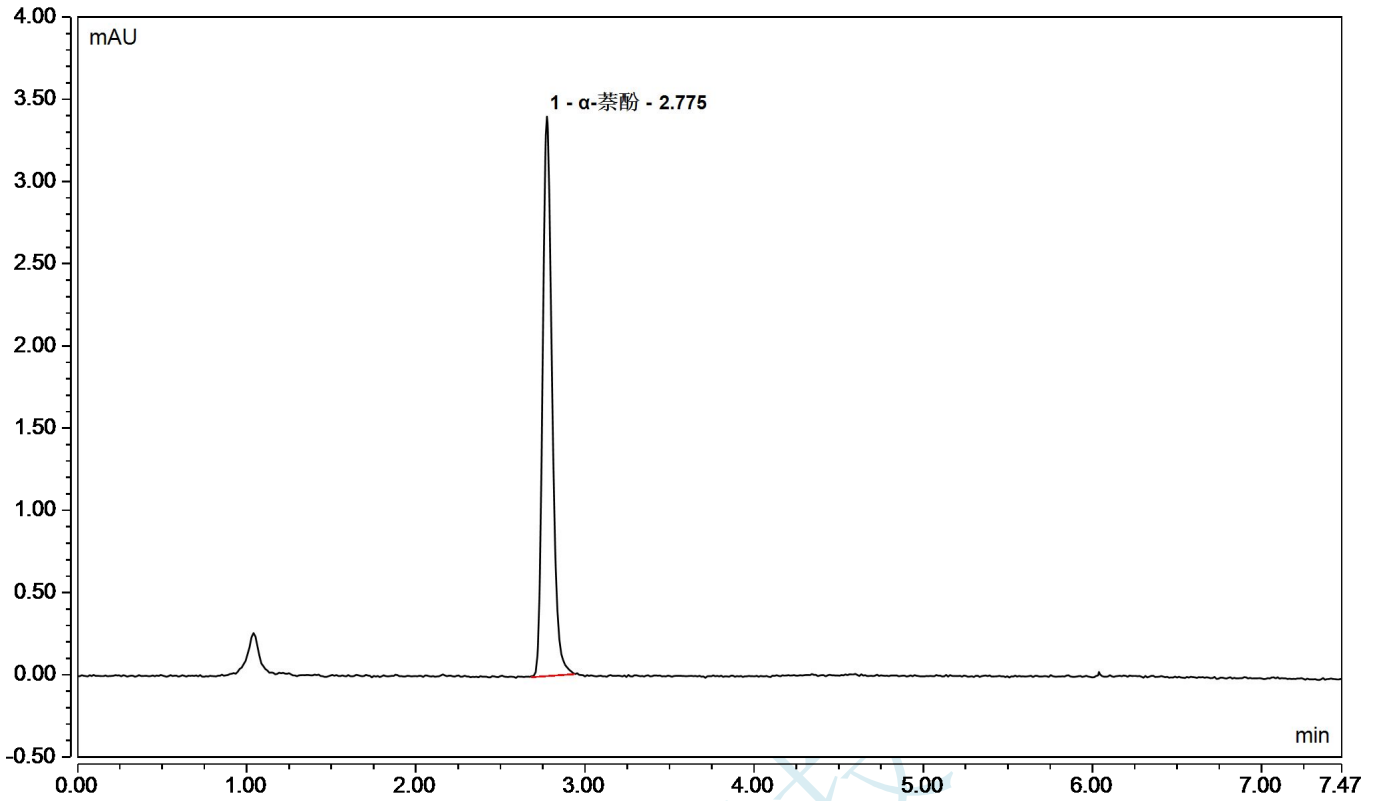
声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

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



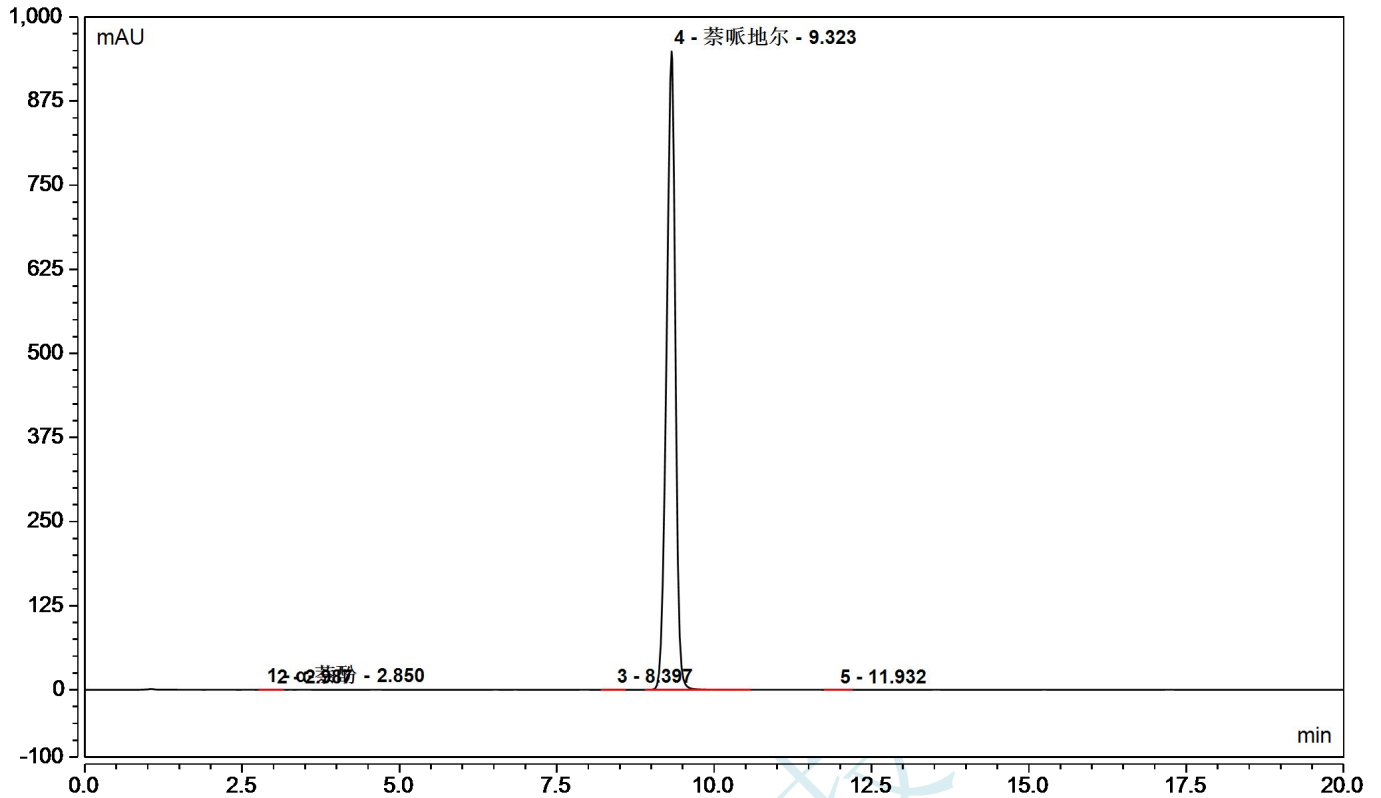
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	2.775	0.059	MB	n.a.	1.23	12251

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 284 bar



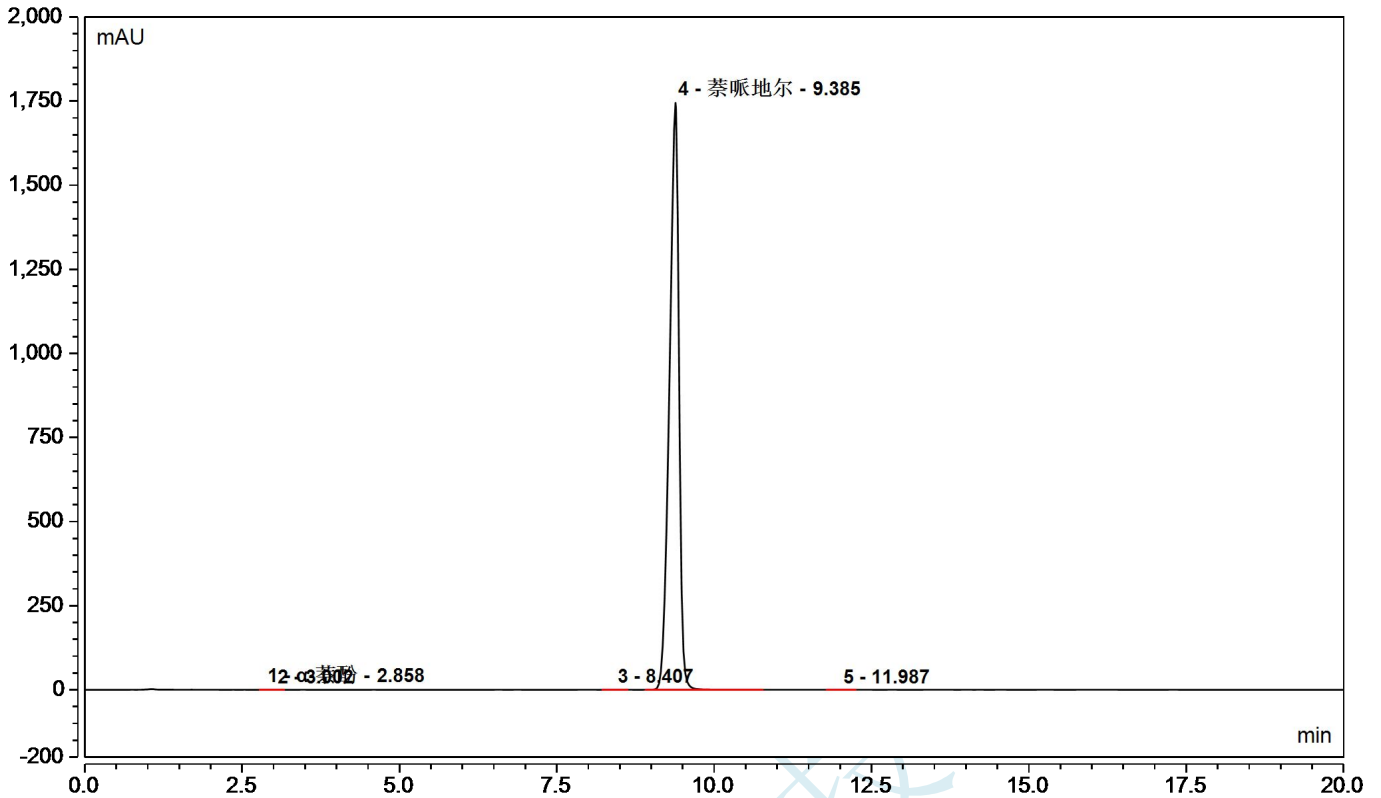
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	2.850	0.064	M	1.14	n.a.	11110
2		2.987	0.077	M	30.10	n.a.	8247
3		8.397	0.135	M	3.84	1.05	21532
4	萘哌地尔	9.323	0.150	M	8.92	0.90	21424
5		11.932	0.195	M	n.a.	1.16	20747

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 11.2ul

初始压力: 283 bar



峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	2.858	0.070	M	1.07	n.a.	9244
2		3.002	0.087	M	28.23	n.a.	6534
3		8.407	0.139	M	3.85	1.11	20391
4	萘哌地尔	9.385	0.161	M	8.57	0.81	18812
5		11.987	0.197	M	n.a.	1.09	20471

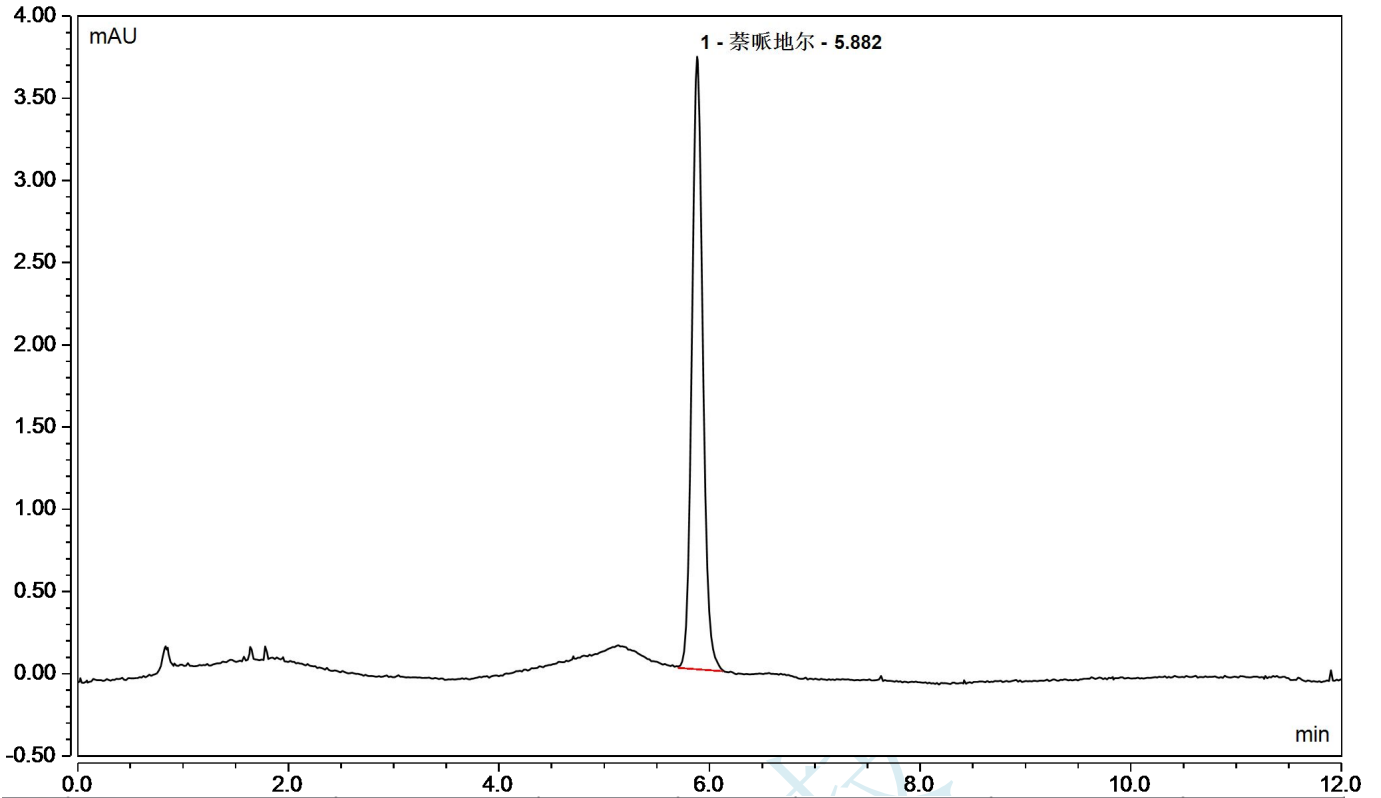
2、色谱柱 Bolitimate XB-C18 (3.0*100mm, 2.7 μm)

对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 138 bar



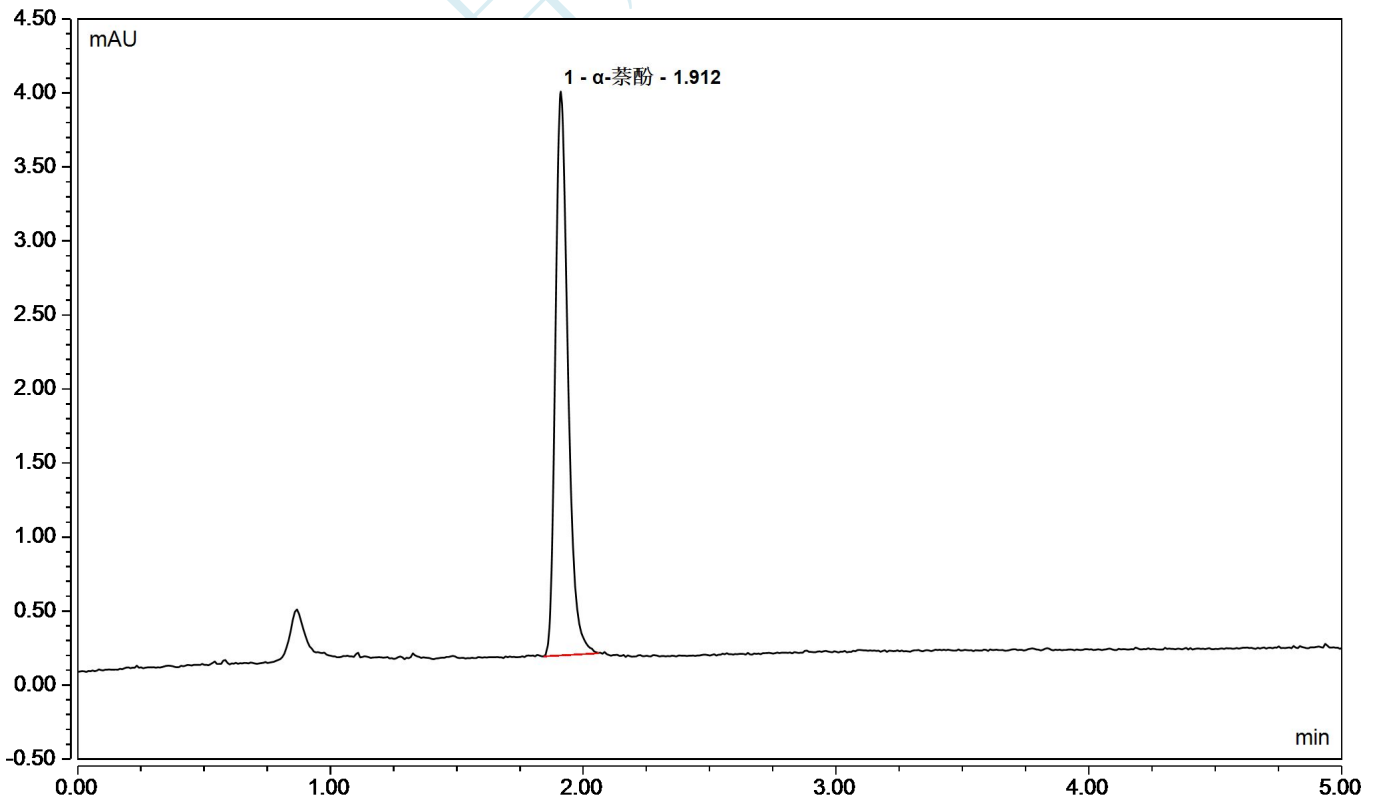
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	萘哌地尔	5.882	0.109	M	n.a.	1.12	16162

α -萘酚对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 138 bar



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

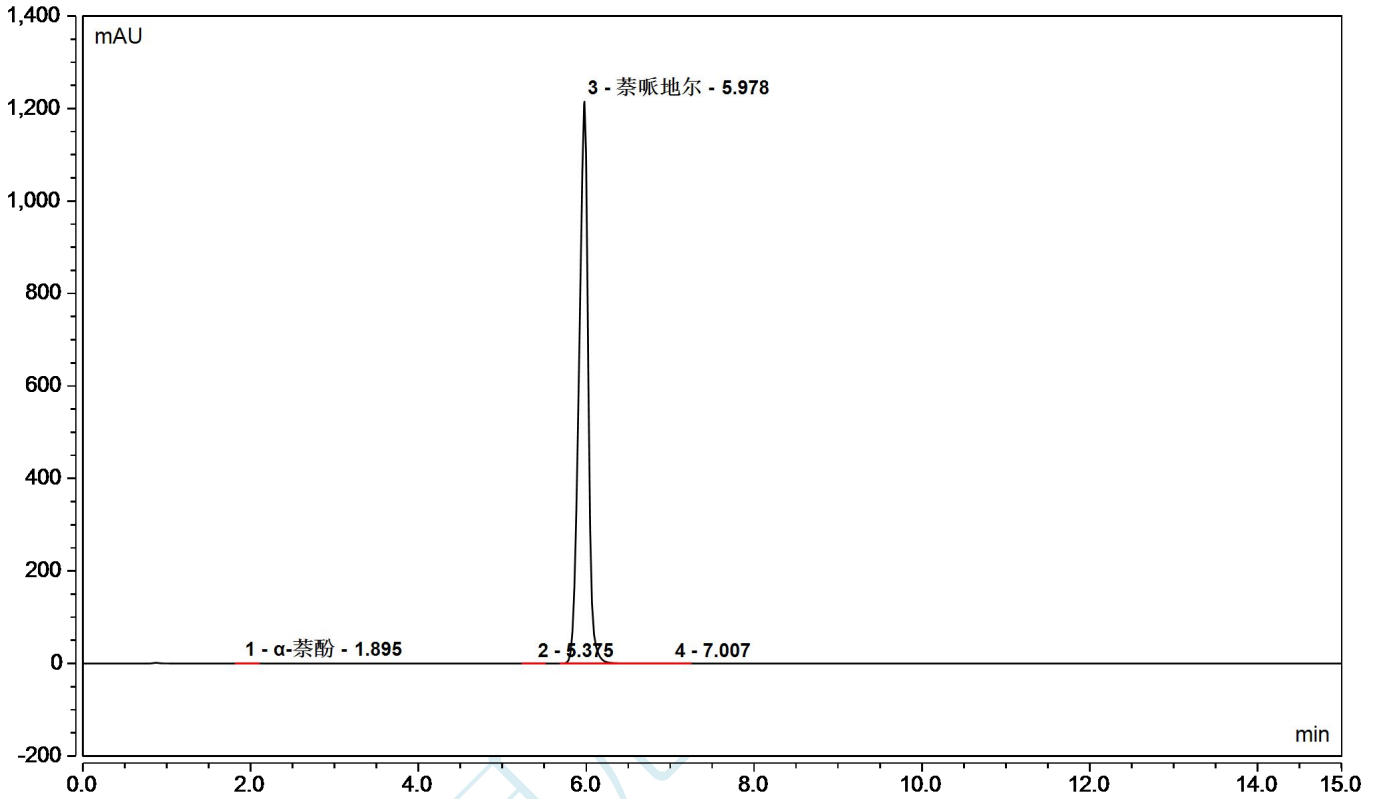
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α -萘酚	1.912	0.052	MB	n.a.	1.33	7486

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 138 bar



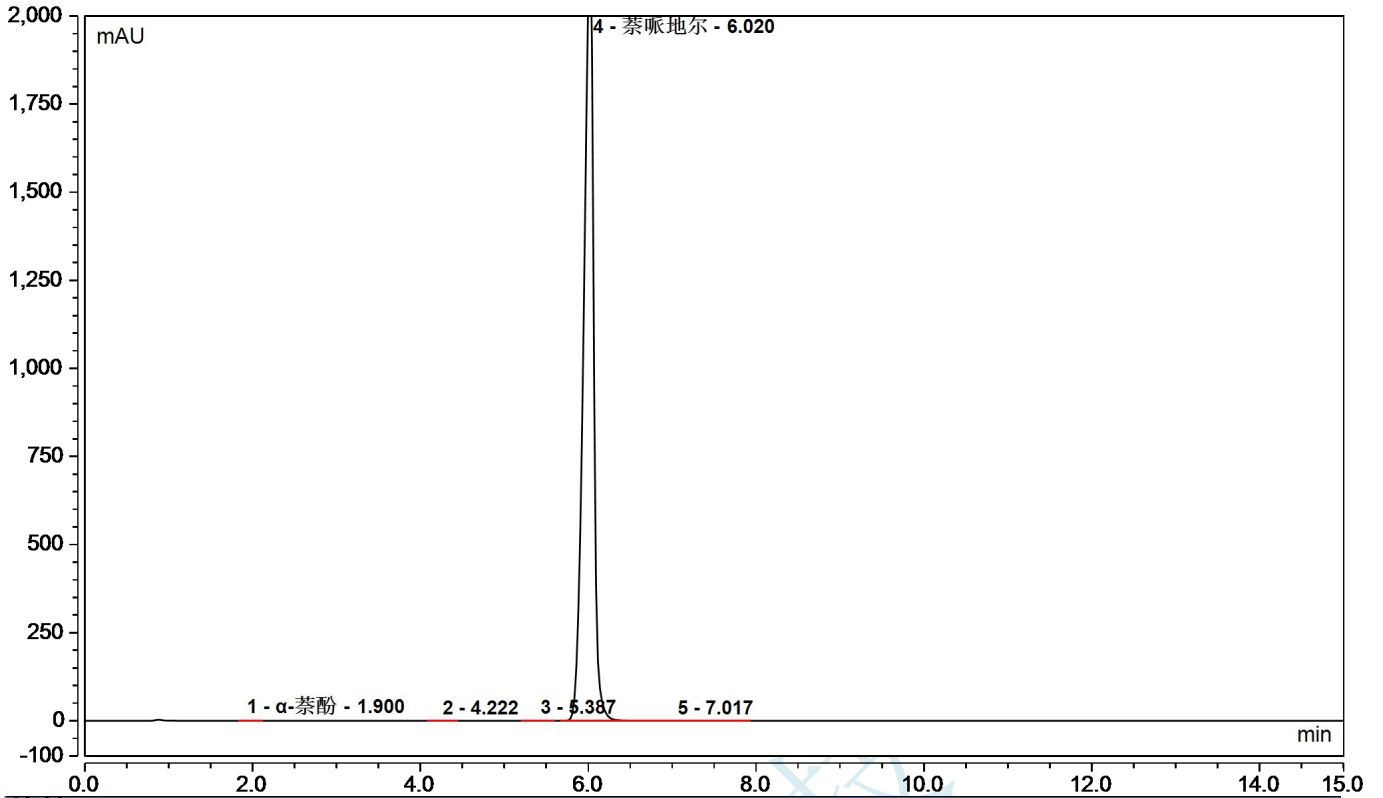
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α -萘酚	1.895	0.060	M	25.34	2.17	5503
2		5.375	0.102	M	3.28	1.01	15405
3	萘哌地尔	5.978	0.115	M	4.41	0.89	14968
4		7.007	0.160	M	n.a.	n.a.	10620

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 11.2ul

初始压力: 138 bar



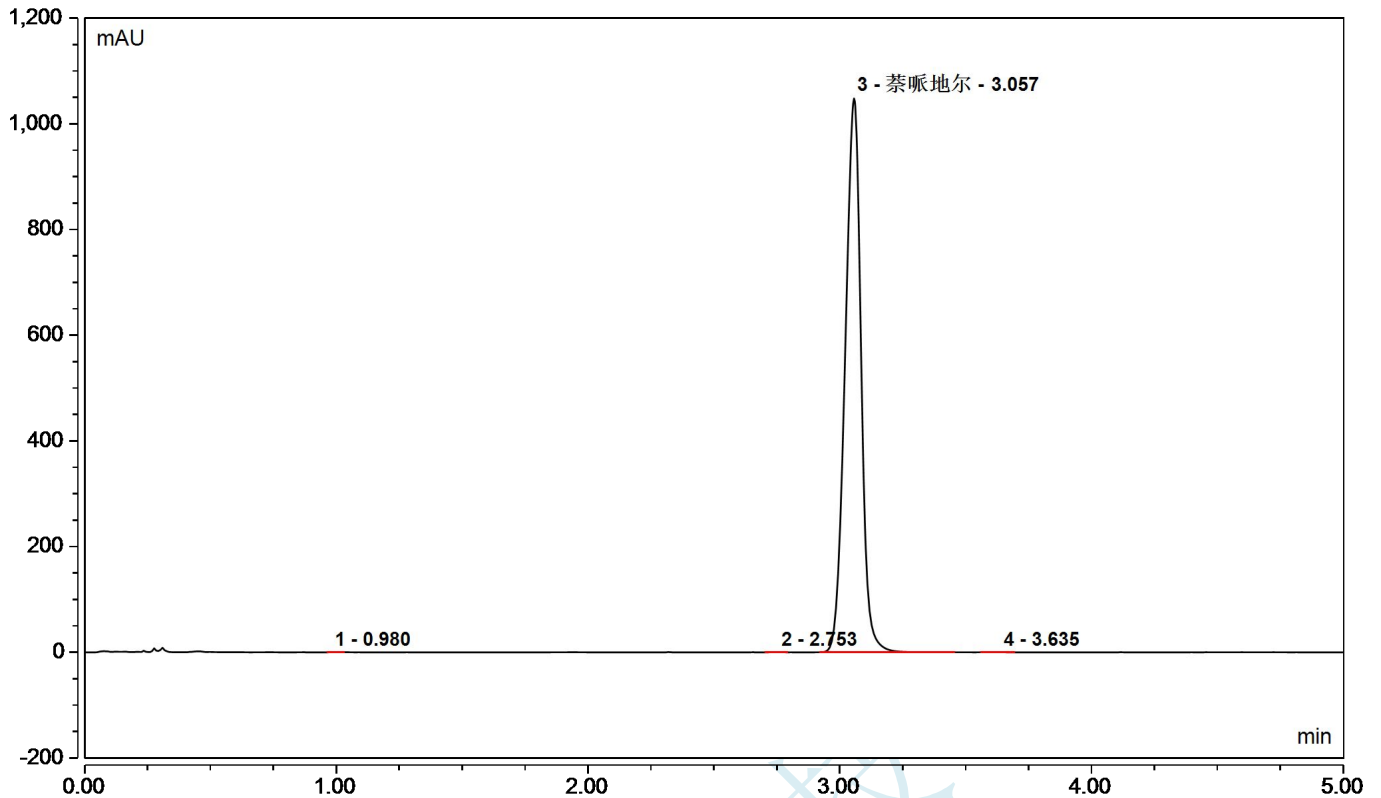
峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	1.900	0.068	M	15.39	2.22	4328
2		4.222	0.110	M	6.21	1.45	8154
3		5.387	0.111	M	3.21	1.08	13009
4	萘哌地尔	6.020	0.122	M	3.48	0.82	13486
5		7.017	0.216	M	n.a.	n.a.	5862

供试品溶液:

流速: 0.85ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 275 bar



峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1		0.980	0.020	M	30.45	2.21	13770
2		2.753	0.049	BM	3.08	0.92	17452
3	萘哌地尔	3.057	0.067	M	5.42	0.95	11475
4		3.635	0.059	M	n.a.	0.91	21147

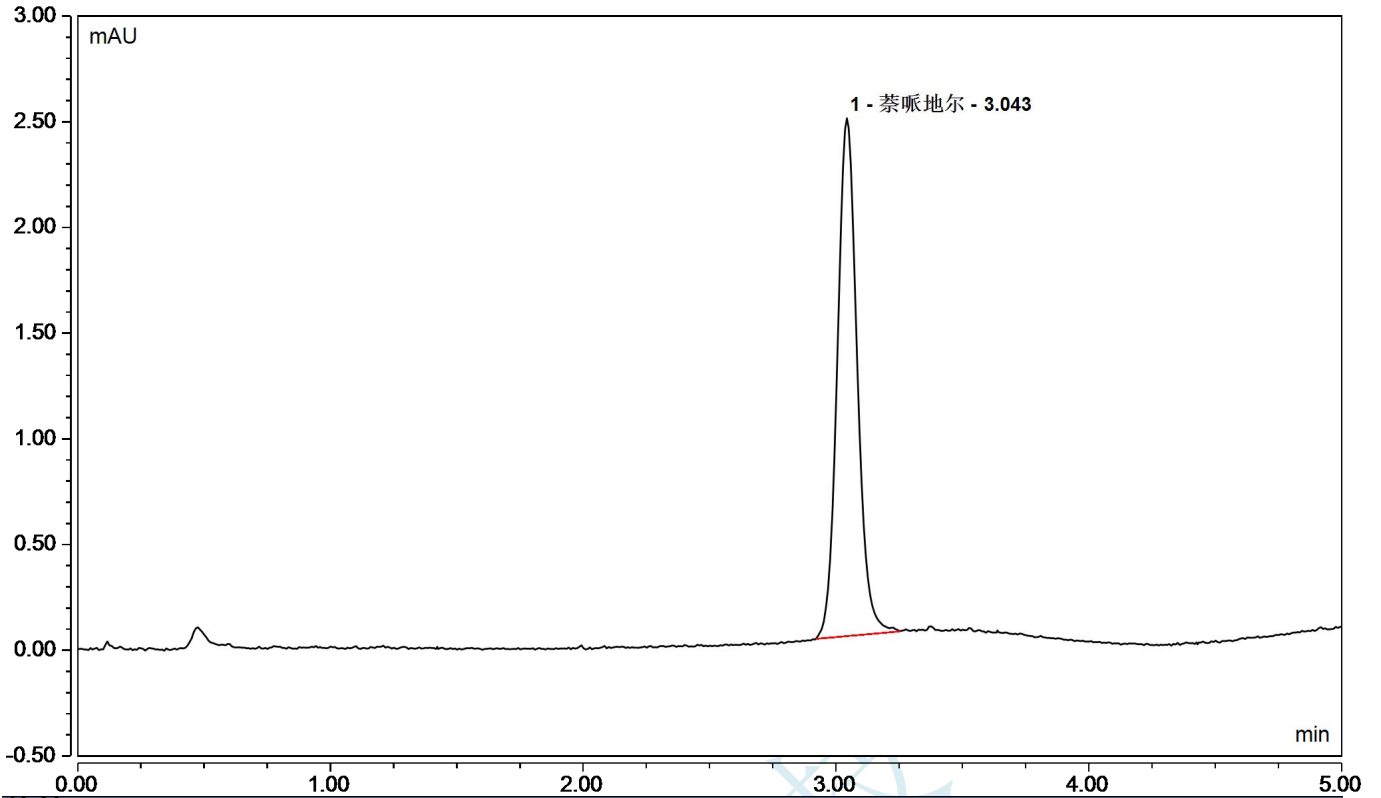
3、月旭 Bolitiamte XB-C18 (3.0*50mm, 2.7 μm)

对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 2.8ul

初始压力: 81 bar



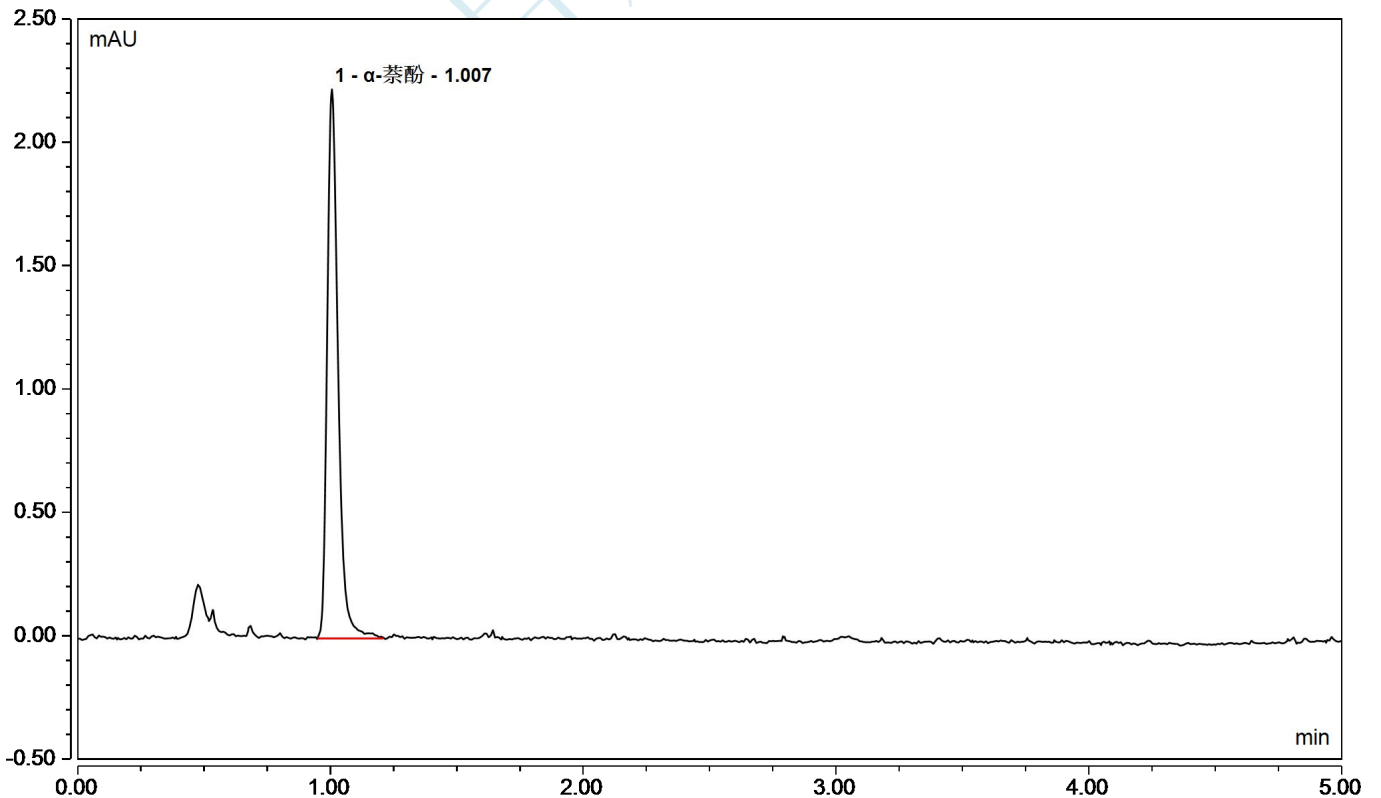
峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	萘哌地尔	3.043	0.083	M	n.a.	1.10	7518

α-萘酚对照溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 2.8ul

初始压力: 81 bar



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

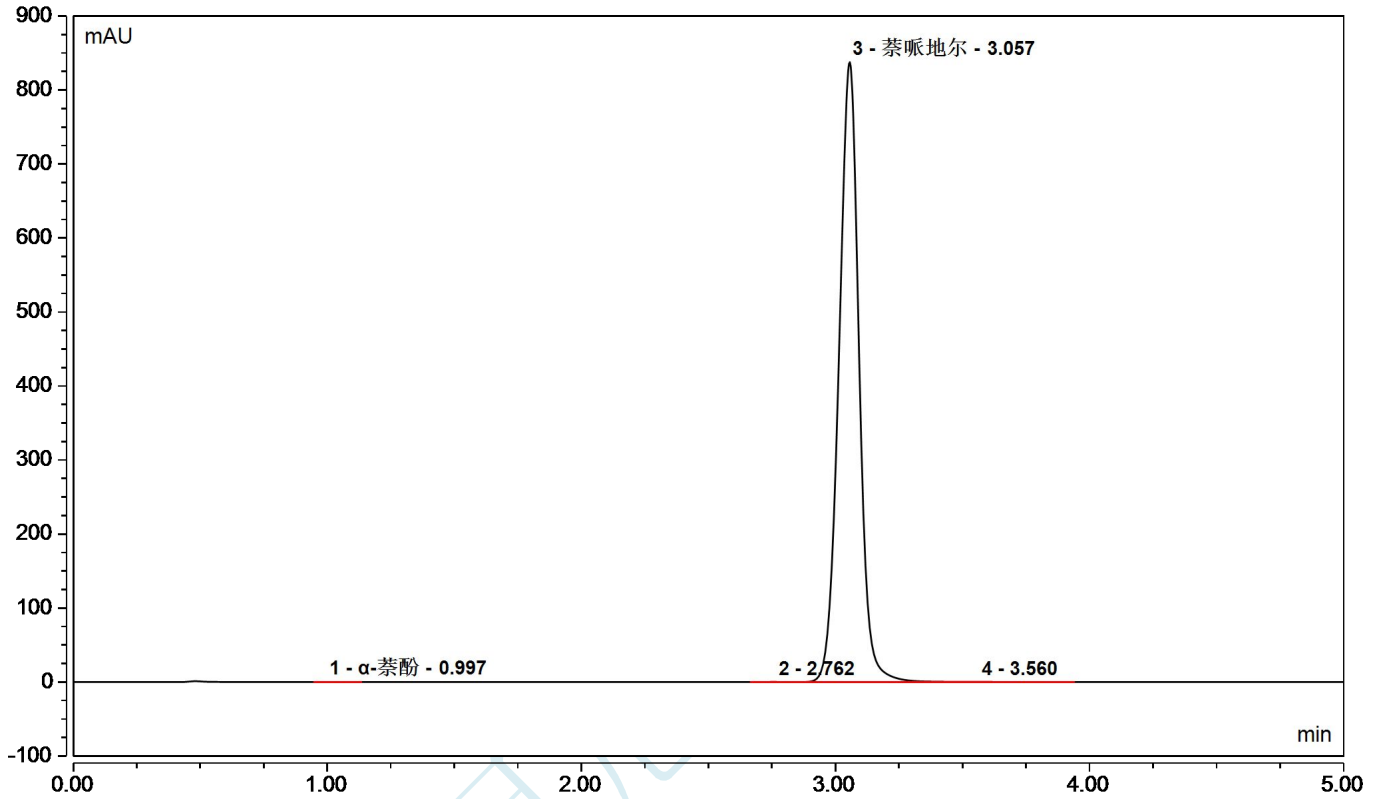
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	1.007	0.045	M	n.a.	1.32	2823

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 2.8ul

初始压力: 81bar



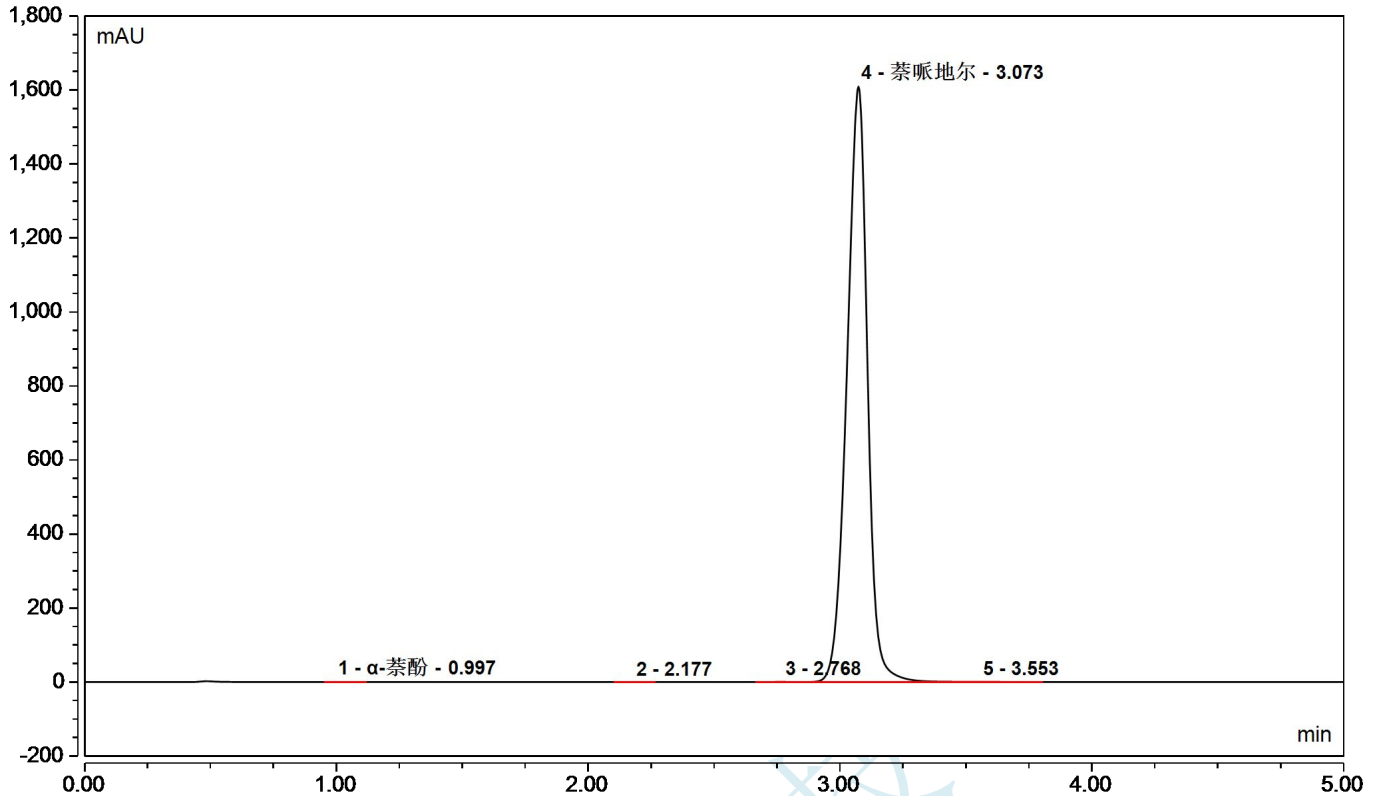
峰结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	0.997	0.055	M	15.94	1.85	1811
2		2.762	0.076	M	2.20	n.a.	7410
3	萘哌地尔	3.057	0.083	M	n.a.	0.98	7583
4		3.560	n.a.	M	n.a.	n.a.	n.a.

供试品溶液:

流速: 0.425ml/min

进样量: 5.6ul

初始压力: 81 bar



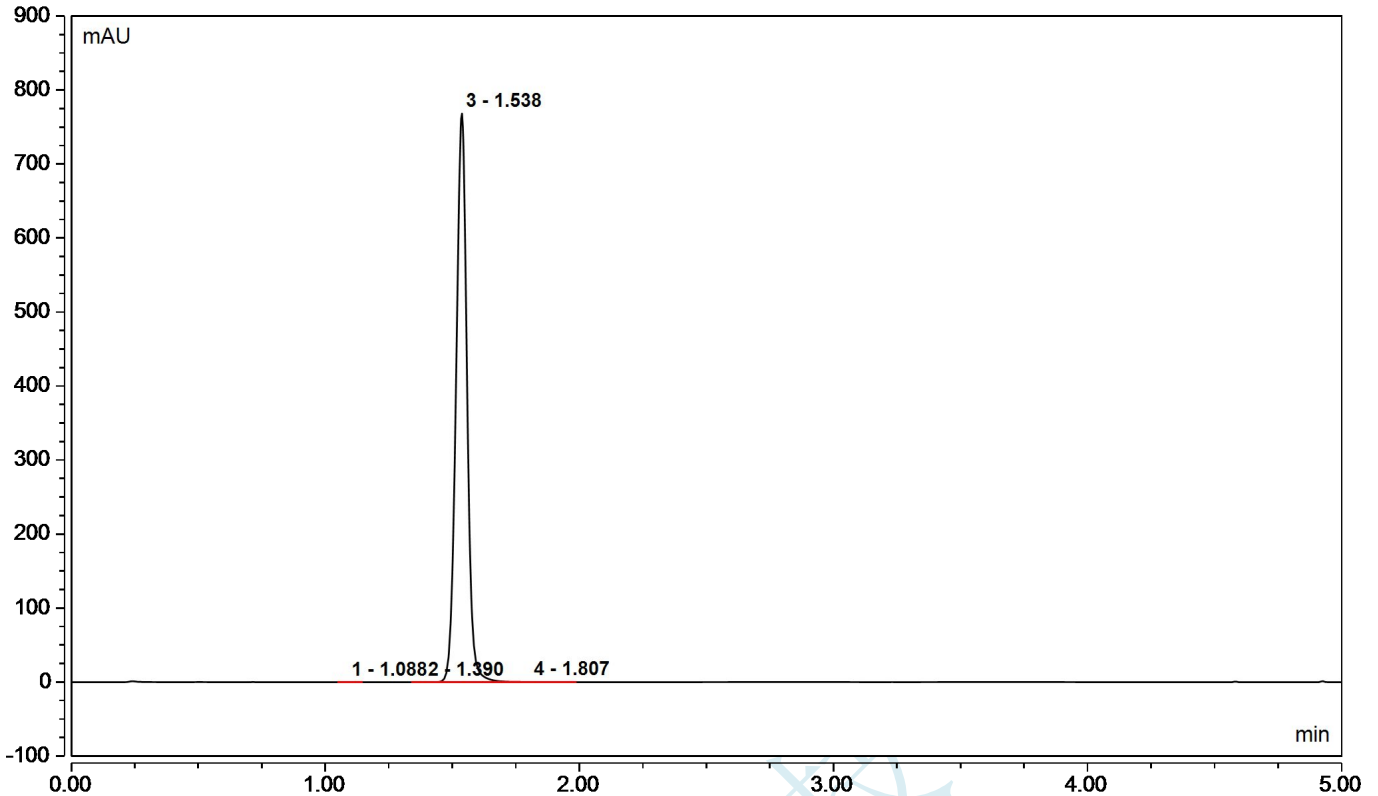
峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1	α-萘酚	0.997	0.060	M	10.52	1.93	1518
2		2.177	0.072	M	4.57	1.17	5041
3		2.768	0.081	M	2.17	n.a.	6516
4	萘哌地尔	3.073	0.085	M	n.a.	0.93	7218
5		3.553	n.a.	M	n.a.	n.a.	n.a.

供试品溶液:

流速: 0.85ml/min

进样量: 2.8ul

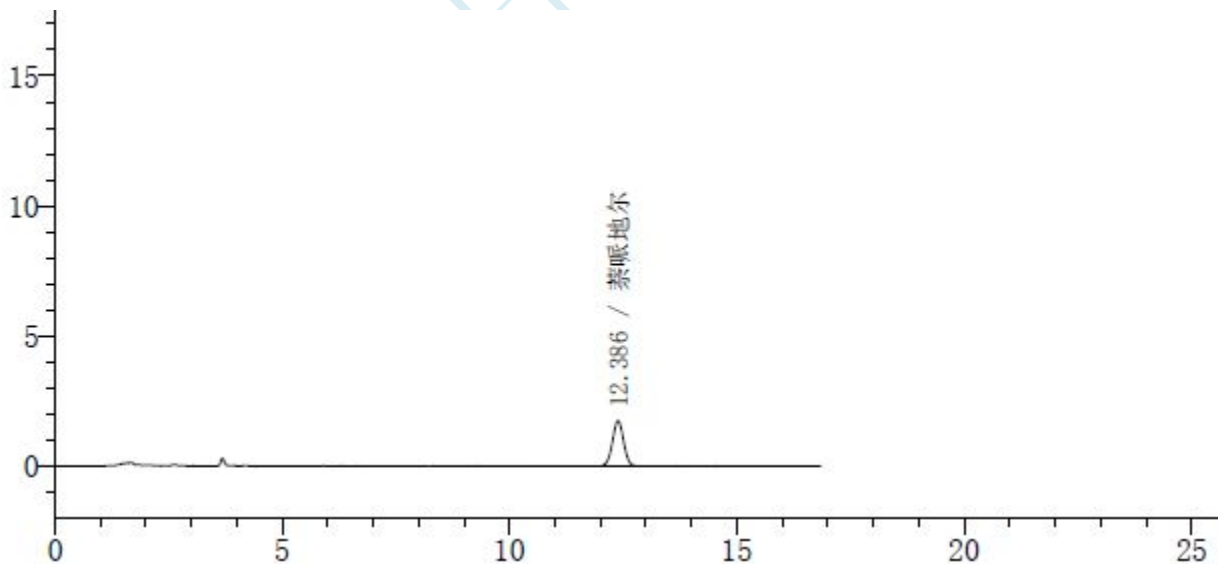
初始压力: 161 bar



峰序号	峰名称	保留时间 min	峰宽(50%) min	类型	分离度(EP)	不对称度(EP)	塔板数(EP)
1		1.088	0.030	BMB	5.06	1.31	7438
2		1.390	0.041	BM	2.04	n.a.	6478
3		1.538	0.045	M	n.a.	0.98	6423
4		1.807	n.a.	MB	n.a.	n.a.	n.a.
n.a.	萘哌地尔	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.	n.a.

4、月旭 Ultimate® Plus-C18 (4.6*150mm, 5 μm)

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		

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。

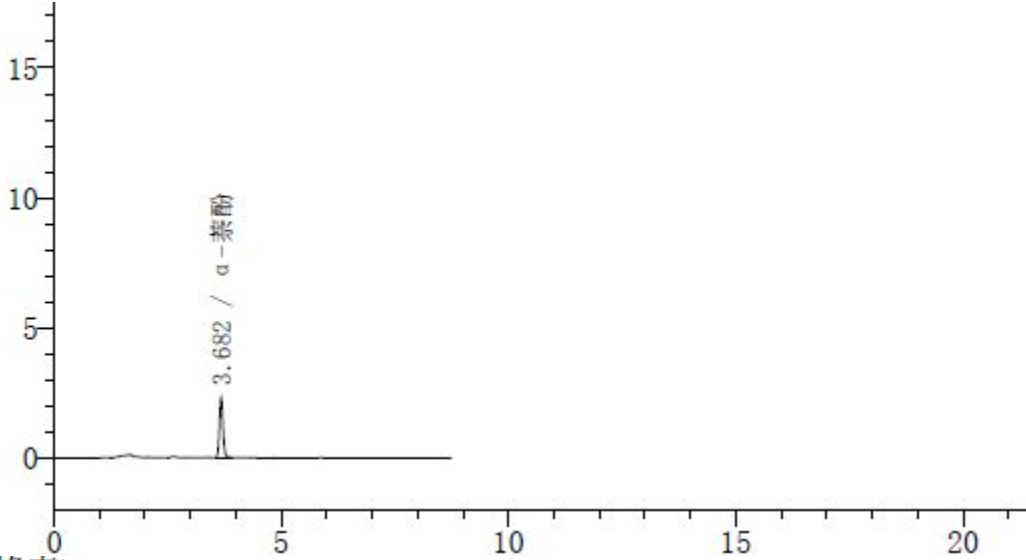
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

α-萘酚对照溶液:

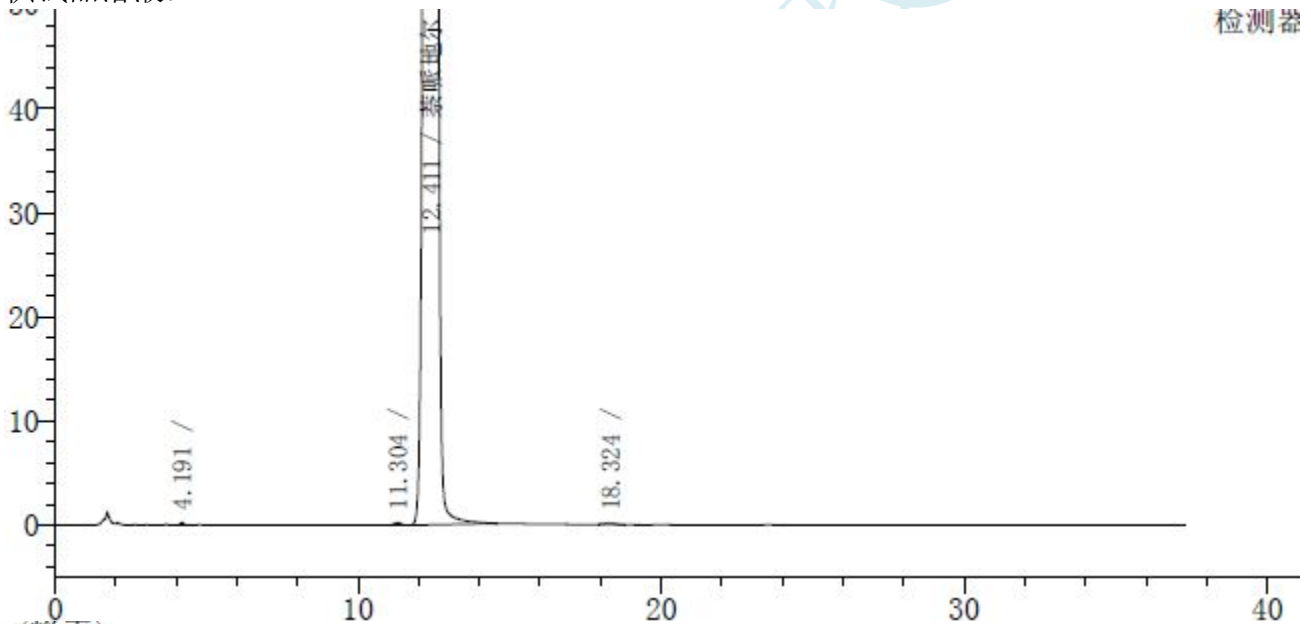


<峰表>

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

● 仪器	岛津 LC-20AD	Thermo Ultimate 3000							
色谱柱	Ultimate® Plus-C18 (4.6*150mm, 5 μm)	Ultimate XB-C18 (3.0*100mm 1.8um)		Boltimate C18 (3.0*100mm 2.7um)			Boltimate C18 (3.0*50mm 2.7um)		
流速 (ml/min)	1.0	0.425	0.425	0.425	0.425	0.85	0.425	0.425	0.85
压力 (bar)		283	283	138	138	275	81	81	161
进样量 (ul)	20	5.6	11.2	5.6	11.2	5.6	5.6	11.2	5.6
保留时间 (min)	12.386	9.323	9.385	5.978	6.02	3.057	3.057	3.073	1.538
理论塔板数 (N≥2000)	11982	21424	18812	14968	13486	11475	7583	7218	6423
不对称度	/	0.9	0.81	0.89	0.82	0.95	0.98	0.93	0.98
分离度 R	2.537	3.84	3.85	3.28	3.48	3.08	/	/	/

Boltimate C18 (3.0*50mm 2.7um) 柱分离度不符合要求, 其他柱子都符合要求。

药典要求	萘哌地尔与相邻杂质 分离度 (R≥1.5)
------	--------------------------

报告签字

测试: 李良翔

日期: 2015-11-17

审核: 薛昆鹏

日期: 2015-11-17