

## 测试报告

样品信息			
样品名称	硫酸双胍屈嗪、氢氯噻嗪	编号	W20210415-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2021/04/21	测试期间	2021/04/21-04/23
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	有关物质 (硫酸双胍屈嗪、氢氯噻嗪、氨苯蝶啶、4-氨基-6-氯-1,3-苯二磺酰胺、氯噻嗪、利血平、5-亚硝基-2,4,6-三氨基嘧啶、硫酸双胍屈嗪杂质 A)		
参考标准			
参考标准	/	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-20AD

### ● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate <sup>®</sup> AQ-C18 (4.6×250mm, 5μm)		
	流动相 A: 0.2%三氟乙酸水溶液; 流动相 B: 乙腈		
	时间 (分钟)	水 (%)	乙腈 (%)
	0	98	2
	10	95	5
	40	60	40
	50	30	70
	55	25	75
	56	98	2
	70	98	2
检测波长:	230nm		
柱温:	30℃		
流速:	1.0ml/min		



进样量:	20 $\mu$ L
注意事项:	/

● **流动相配置:**

流动相 A: 移取 2ml 三氟乙酸, 于 1000ml 娃哈哈水中, 混合均匀, 超声脱气, 即得;

流动相 B: 取色谱纯乙腈, 即得。

● **样品溶液的配置:**

1. 硫酸双胍屈嗪贮备液: 称取客户提供的对照品适量, 加 0.1mol/L 醋酸溶液溶解制成 10mg/ml;

2. 氢氯噻嗪贮备液: 称取客户提供的对照品适量, 加 0.1mol/L 醋酸溶液溶解制成 10mg/ml;

3. 氨苯蝶啶杂质单标贮备液: 称取客户提供的对照品适量, 加 0.1mol/L 醋酸溶液溶解制成 1mg/ml;

4. 4-氨基-6-氯-1,3-苯二磺酰胺、氯噻嗪、利血平杂质单标贮备液: 称取客户提供的这三种杂质对照品各适量, 分别用色谱纯乙腈溶解, 制成各含 1mg/ml 的单标杂质贮备溶液;

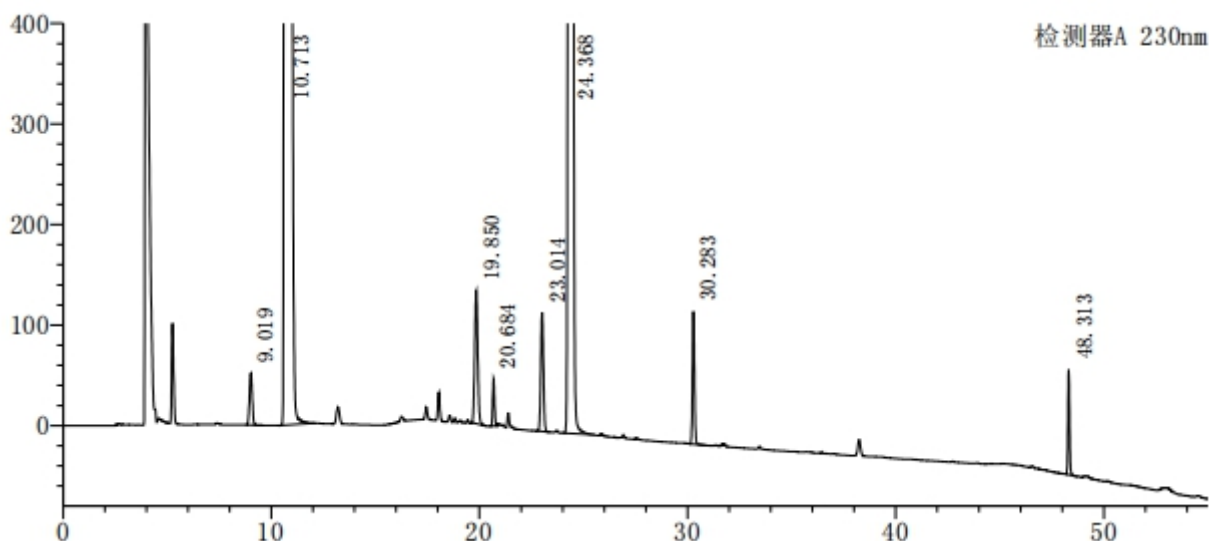
5. 5-亚硝基-2,4,6-三氨基嘧啶、硫酸双胍屈嗪杂质 A 杂质单标贮备液: 取客户提供的这两种杂质对照品各适量, 分别用 DMSO 溶解, 制成各含 1mg/ml 的单标杂质贮备溶液;

6. 各成分混合溶液: 取硫酸双胍屈嗪贮备液和氢氯噻嗪贮备液各 1ml, 于 10ml 棕色量瓶中, 其他杂质贮备液各 100 $\mu$ l 于同一量瓶中, 用 0.1mol/L 醋酸溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。

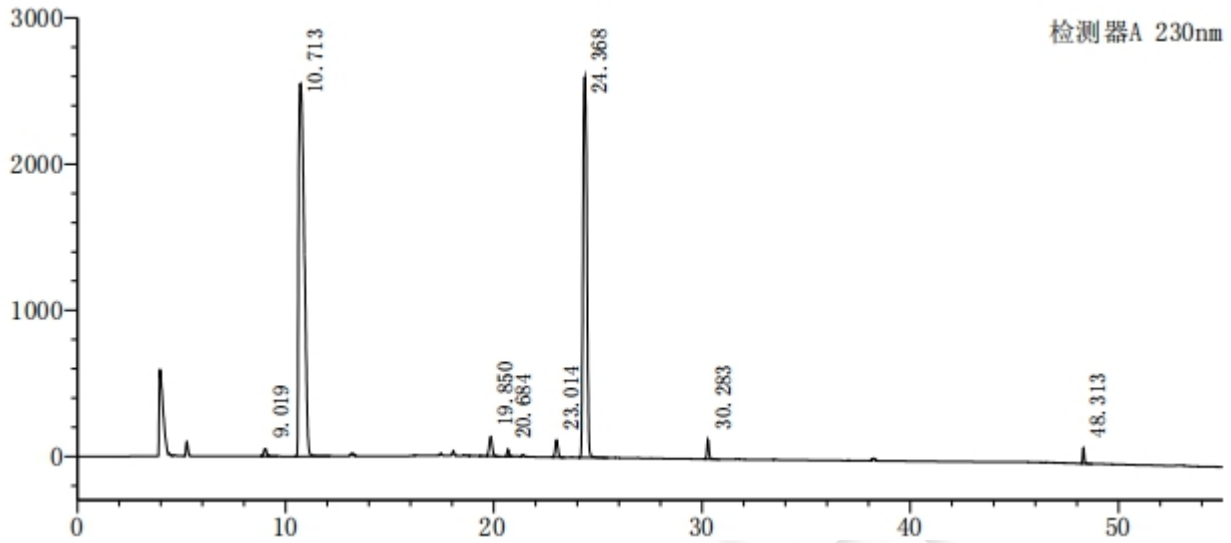
● **谱图和数据**

各成分混合溶液

1.各成分混合溶液-放大图



2.各成分混合溶液-满量程图



峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	5-亚硝基-2,4,6-三氨基嘧啶	9.019	483225	51631	20080	1.051	--
2	硫酸双胍屈嗪	10.713	47374996	2548935	7701	1.824	4.561
3	4-氨基-6-氯-1,3-苯二磺酰胺	19.850	1338304	132193	83062	1.052	23.924
4	硫酸双胍屈嗪杂质A	20.684	278785	47216	236154	1.067	3.739
5	氯噻嗪	23.014	1020895	118376	150806	1.041	11.443
6	氢氯噻嗪	24.368	33398351	2601365	88710	1.135	4.801
7	氨苯蝶啶	30.283	885254	131965	414768	1.093	22.952
8	利血平	48.313	567718	104570	1538861	1.140	104.867
总计			85347528	5736251			

● 结论

用月旭 Ultimate® AQ-C18 (4.6×250mm, 5μm)色谱柱, 在该色谱条件下测定, 能满足实验需求。

报告签字

测试: 李向珍

日期: 2021/04/23

审核: 吴小梅

日期: 2021/04/23

