

测试报告

样品信息			
样品名称	吡嗪二酸酐、2-氨基-5-氯吡啶	编号	Z20211217-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	/	测试期间	2021/12/15-12/20
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	吡嗪二酸酐、2-氨基-5-氯吡啶、杂质 G、杂质 E		
参考标准			
参考标准	/	标样	/
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Thermo U3000

● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate [®] XB-C18 (4.6*250 mm,5 μm)		
流动相：	流动相 A：取 70%~72%高氯酸 0.43 mL 及三氟乙酸 1 mL 置 1 L 水中，混匀。		
	流动相 B：乙腈		
	时间	A%	B%
	0	80	20
	2	80	20
	10	10	90
	15	10	90
	15.1	80	20
20	80	20	
柱温：	30°C		



检测波长:	283 nm
流速:	1.0 mL/min
进样量:	20 μ L
注意事项:	/

● 流动相的配置:

流动相 A: 取 70%~72%高氯酸 0.43 mL 及三氟乙酸 1 mL 置 1 L 水中, 混匀。

流动相 B: 取适量乙腈, 过滤, 即得。

● 样品溶液的配置:

供试品溶液: 精密称取本品 0.0200 g, 置 50 mL 量瓶中, 乙腈稀释至刻度, 摇匀即得。

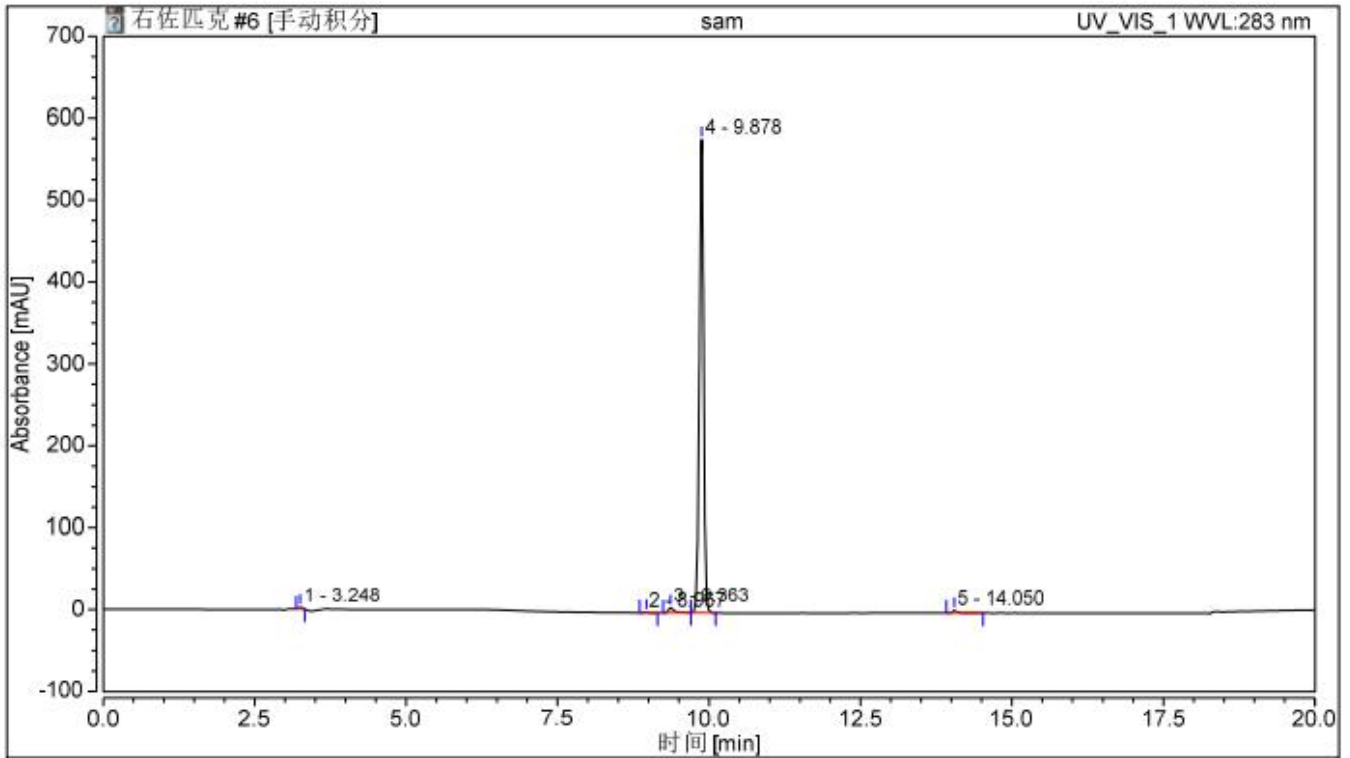
混标溶液: 分别称取吡嗪二酸酐 5.6 mg, 2-氨基-5-氯吡啶 4.3 mg, 杂质 G 1.7 mg, 杂质 E 1.1 mg, 用乙腈分别定容至 10 mL, 配制成浓度为 560 μ g/mL 吡嗪二酸酐, 浓度为 430 μ g/mL 2-氨基-5-氯吡啶, 浓度为 170 μ g/mL 杂质 G, 浓度为 110 μ g/mL 杂质 E。精密移取 20 μ L 560 μ g/mL 吡嗪二酸酐, 20 μ L 430 μ g/mL 2-氨基-5-氯吡啶, 100 μ L 170 μ g/mL 杂质 G 和 100 μ L 110 μ g/mL 杂质 E, 乙腈定容至 1 mL, 即得。

● 谱图和数据

使用仪器: Thermo U3000 月旭 Ultimate[®] XB-C18 (4.6*250 mm, 5 μ m)

(1) 供试品



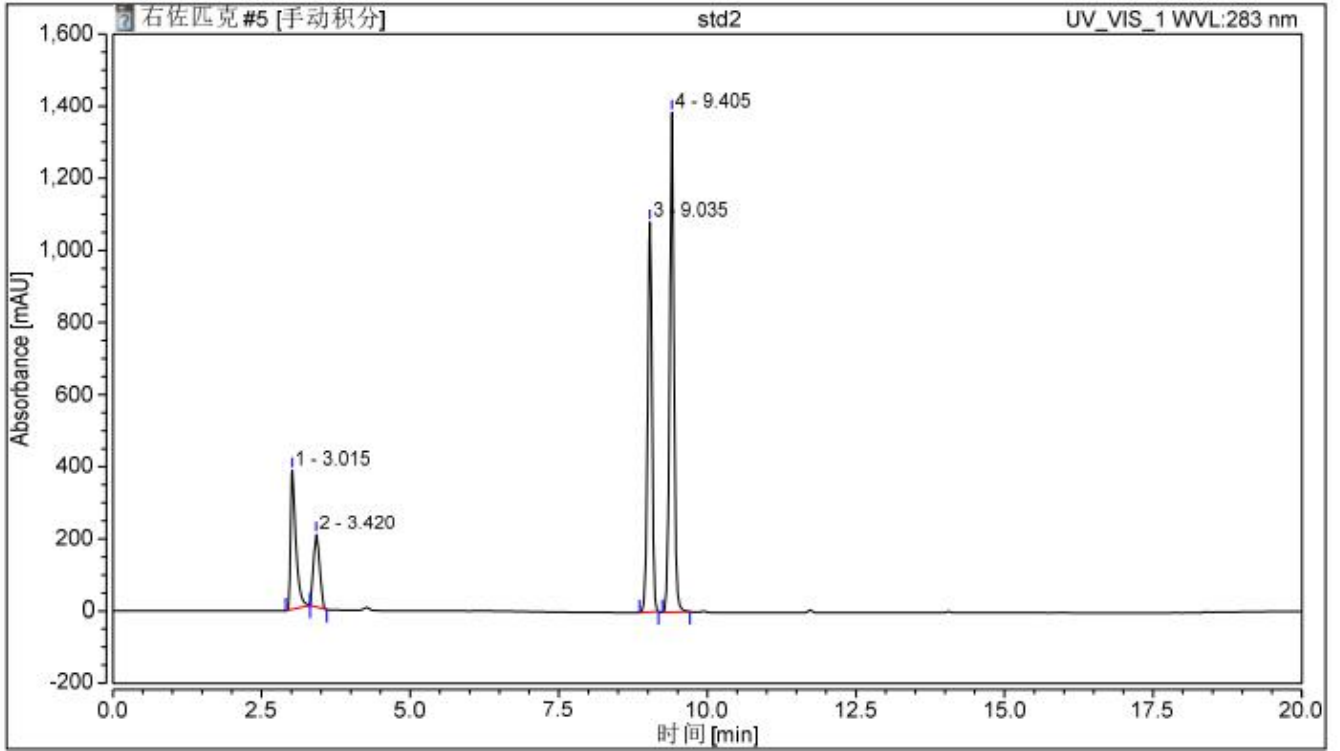


积分结果

序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1		3.248	0.191	0.40	7288	40.51	1.17
2		8.967	0.063	0.13	75090	2.88	0.98
3		9.363	0.700	1.48	66712	3.85	1.97
4		9.878	45.979	97.37	102221	35.59	0.94
5		14.050	0.287	0.61	254114	n.a.	1.96
总和:			47.220	100.000	505425.00	82.82	

(2) 混标 (从左至右分别为 2-氨基-5-氯吡啶、吡嗪二酸酐、杂质 G、杂质 E)

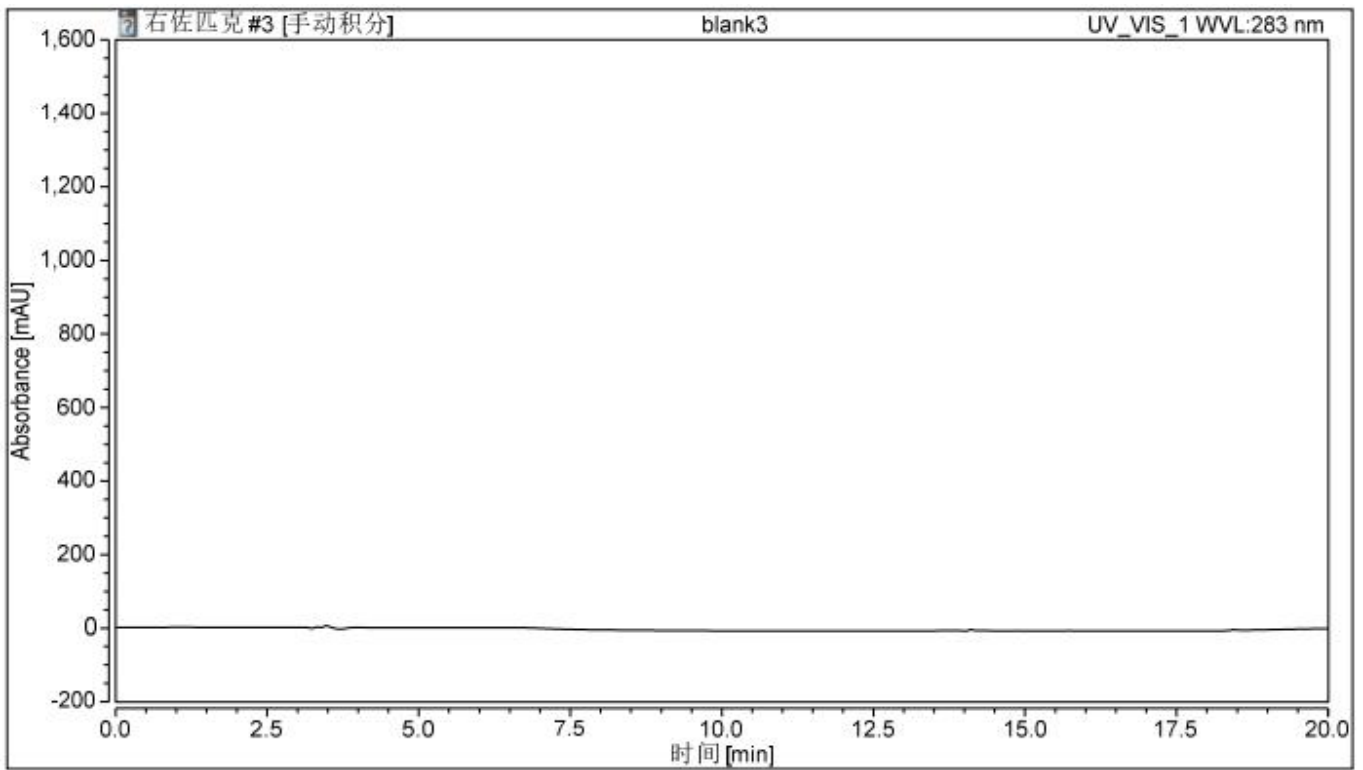




积分结果							
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	相对峰面积 %	塔板数 (EP)	分离度 (EP)	不对称度 (EP)
1		3.015	39.017	14.47	6588	2.36	2.32
2		3.420	24.082	8.93	4885	34.41	1.14
3		9.035	90.696	33.63	75551	2.88	0.94
4		9.405	115.861	42.97	89230	n.a.	0.98
总和:			269.657	100.000	176254.00	39.65	

(3) 空白





● 结论:

使用月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6*250 mm,5 μm)色谱柱, 可以满足检测要求。

日期: 2021/12/20

