

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|------------|------|------------------|
| 样品名称 | 叶酸片 | 编号 | W20221024-001 |
| 样品重量 | / | 剂型 | / |
| 收样日期 | 2022/10/24 | 测试期间 | 2022/10.31-11.03 |
| 样品描述 | / | | |
| 测试需求 | | | |
| 测试成分 | 有关物质 | | |
| 参考标准 | | | |
| 参考标准 | 客户标准（有调整） | 标样 | 有 |
| 仪器信息 | | | |
| 测试仪器 | 高效液相色谱仪 | 仪器型号 | 赛默飞 U3000 |

● 色谱条件:

| | | | |
|-------|---------------------------------------|------------------------------|--------|
| 色谱柱: | 月旭 Ultimate® ALK C18 (4.6×250mm, 5μm) | | |
| 流动相: | 时间 (分钟) | 0.05M 磷酸二氢钾溶液 (pH 至 5.5) (%) | 甲醇 (%) |
| | 0 | 100 | 0 |
| | 5 | 100 | 0 |
| | 18 | 88 | 12 |
| | 30 | 88 | 12 |
| | 40 | 68 | 32 |
| | 41 | 100 | 0 |
| | 47 | 100 | 0 |
| 检测波长: | 269nm | | |
| 柱温: | 30℃ | | |
| 流速: | 2.0ml/min | | |



| | |
|-------|------------|
| 进样量: | 20 μ L |
| 注意事项: | / |

● **流动相配置:**

0.05M 磷酸二氢钾溶液 (pH 至 5.5): 称取磷酸二氢钾 6.8g, 溶于 1000ml 娃哈哈水中, 用氢氧化钠溶液调节 pH 值至 5.5, 混匀抽滤, 即得;

甲醇: 取色谱纯甲醇, 超声脱气, 即得。

● **样品溶液的配置:**

杂质 A、B、F、对氨基苯甲酸单标贮备液 (各 0.1mg/ml): 由客户提供;

杂质 C 单标贮备液: 取客户提供的单标固体, 加 28.6g/L 碳酸钠溶液溶解制成 0.1mg/ml 的单标贮备液, 摇匀, 备用;

杂质 D、E、G、H 单标贮备液: 取客户提供的单标固体, 各加适量 28.6g/L 碳酸钠溶液溶解制成每种成分各含 1.0mg/ml 的单标贮备液, 摇匀, 备用;

叶酸贮备液: 称取客户提供的叶酸原料适量, 用流动相 A 溶解制成 1mg/ml 贮备液, 摇匀, 备用;

杂质混合溶液: 取叶酸贮备液 100 μ l, 杂质 A、B、F、对氨基苯甲酸单标贮备液各 20 μ l, 杂质 C 单标贮备液 50 μ l, 杂质 E、G、H 单标贮备液各 10 μ l, 杂质 D 30 μ l 与同一进样小瓶中, 再加 730 μ l 流动相 A, 摇匀, 即得。

空白辅料溶液: 取客户提供的辅料约 250mg, 置于 10ml 量瓶中, 先加入 28.6g/L 碳酸钠溶液 2ml, 再用流动相 A 定容, 摇匀; 转移至离心管中, 以 10000rpm 离心 10 分钟, 取上清液过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液, 即得;

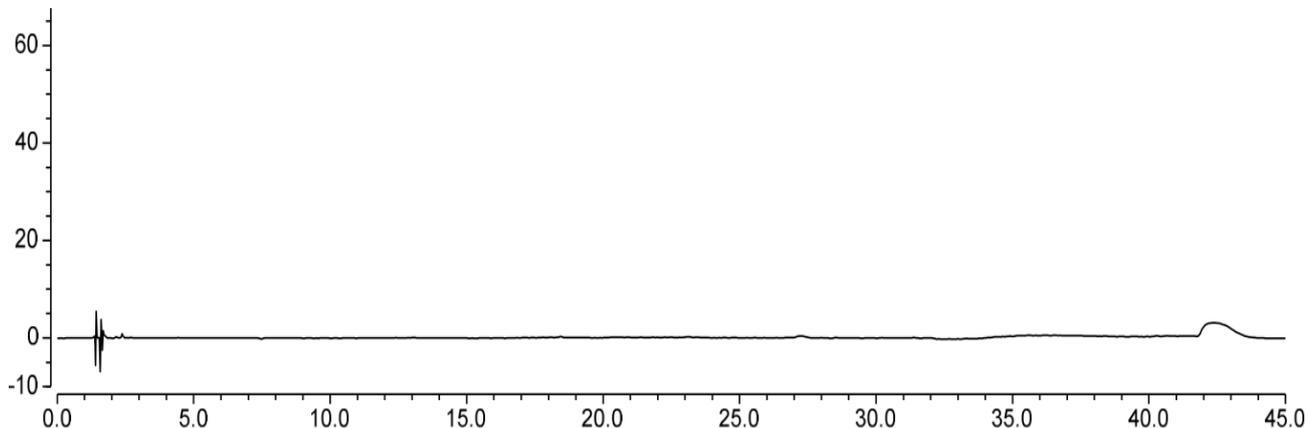
90%湿度样品溶液: 取适量客户提供的样品片剂研细, 称取粉末约 250mg, 置于 10ml 量瓶中, 先加入 28.6g/L 碳酸钠溶液 2ml, 使粉末分散, 再用流动相 A 定容, 摇匀; 转移至离心管中, 以 10000rpm 离心 10 分钟, 取上清液过滤, 弃去初滤液, 收集续滤液, 即得;

75%湿度样品: 同法制得该样品溶液。

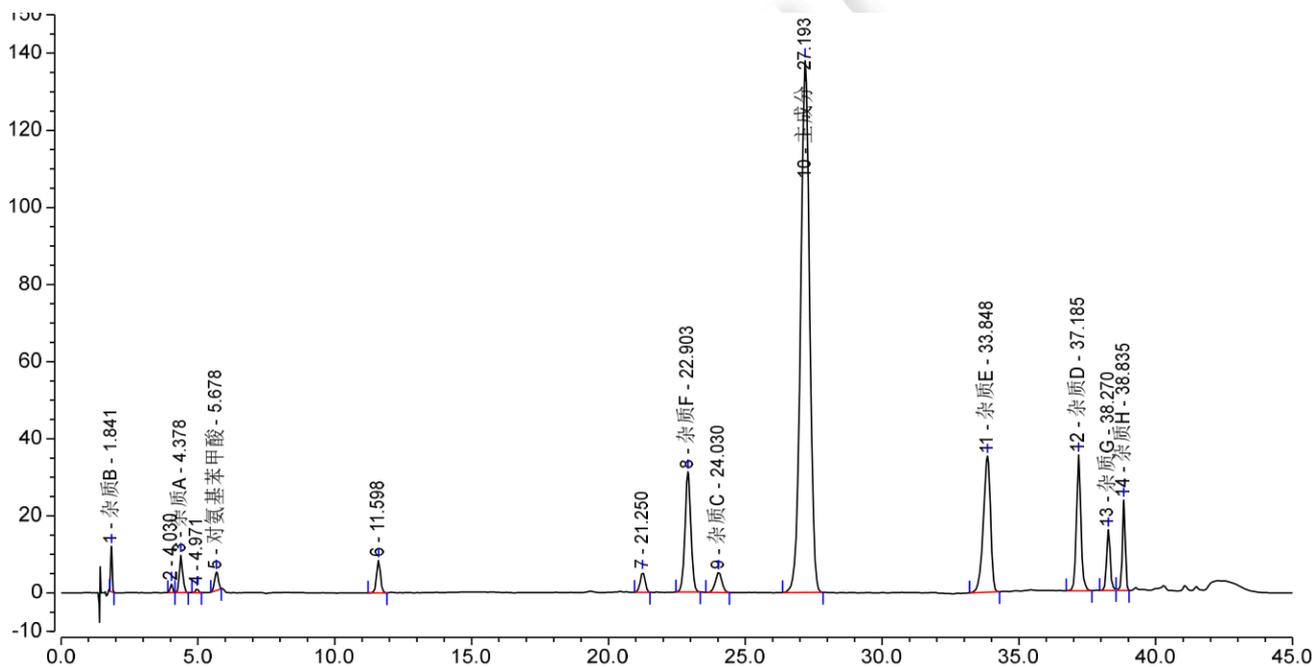


● 谱图和数据

1. 空白辅料



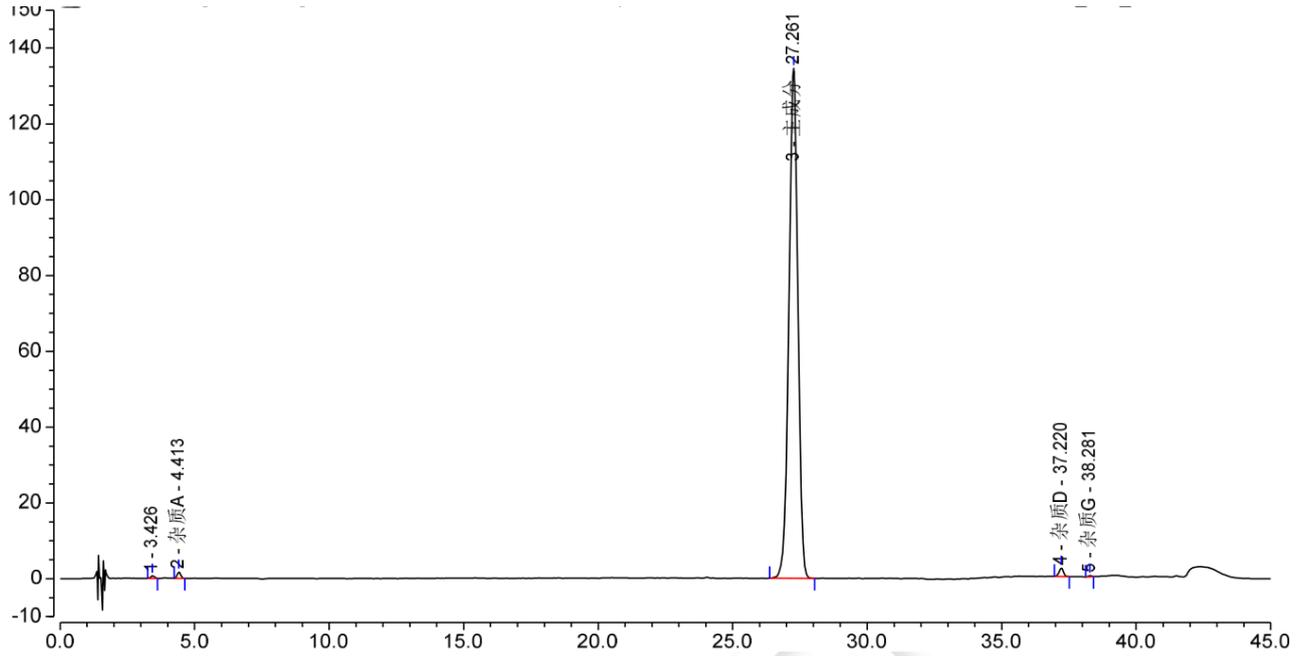
2. 杂质混合溶液



| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|----|--------|-------------|----------------|-----------|----------|----------|-----------|
| 1 | 杂质B | 1.841 | 0.577 | 11.829 | 9619 | 19.39 | 1.14 |
| 2 | | 4.030 | 0.213 | 2.220 | 11353 | 1.88 | 1.00 |
| 3 | 杂质A | 4.378 | 1.408 | 9.717 | 6270 | 2.92 | 1.15 |
| 4 | | 4.971 | 0.125 | 1.040 | 11398 | 3.19 | 0.95 |
| 5 | 对氨基苯甲酸 | 5.678 | 0.756 | 4.770 | 7735 | 23.12 | 0.96 |
| 6 | | 11.598 | 1.417 | 8.464 | 33038 | 33.40 | 1.01 |
| 7 | | 21.250 | 1.091 | 5.300 | 68734 | 4.64 | 0.97 |
| 8 | 杂质F | 22.903 | 7.831 | 31.220 | 54939 | 2.71 | 1.02 |
| 9 | 杂质C | 24.030 | 1.483 | 5.249 | 47213 | 6.10 | 0.98 |
| 10 | 主成分 | 27.193 | 52.734 | 137.999 | 33062 | 12.44 | 0.96 |
| 11 | 杂质E | 33.848 | 10.759 | 35.345 | 81260 | 8.84 | 0.84 |
| 12 | 杂质D | 37.185 | 6.699 | 35.298 | 278259 | 4.25 | 1.10 |
| 13 | 杂质G | 38.270 | 2.417 | 15.779 | 442520 | 2.70 | 1.12 |
| 14 | 杂质H | 38.835 | 2.872 | 23.543 | 677119 | n.a. | 0.95 |

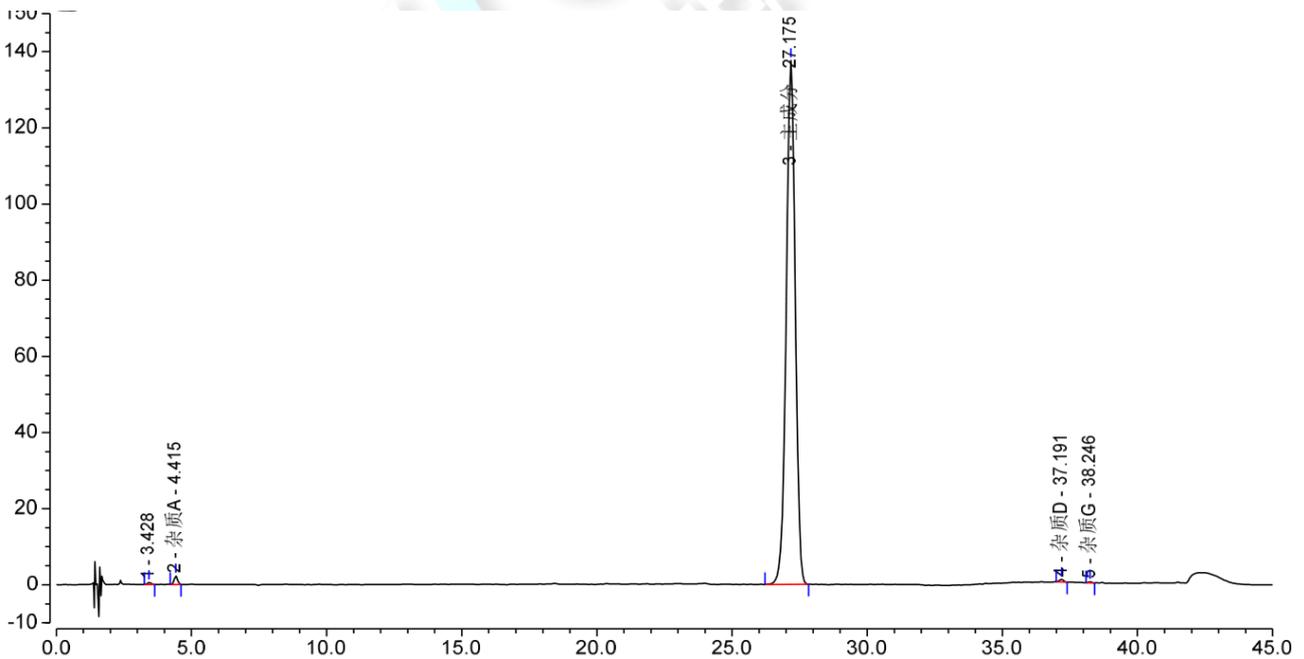


3. 92%湿度样品溶液



| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|----|-----|-------------|----------------|-----------|----------|----------|-----------|
| 1 | | 3.426 | 0.118 | 0.748 | 2956 | 4.09 | 1.15 |
| 2 | 杂质A | 4.413 | 0.263 | 1.814 | 5789 | 54.61 | 1.07 |
| 3 | 主成分 | 27.261 | 52.196 | 134.574 | 32265 | 22.44 | 0.96 |
| 4 | 杂质D | 37.220 | 0.438 | 2.395 | 277175 | 4.23 | 0.98 |
| 5 | 杂质G | 38.281 | 0.040 | 0.303 | 480726 | n.a. | 0.99 |

4. 75%湿度样品溶液



| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|----|-----|-------------|----------------|-----------|----------|----------|-----------|
| 1 | | 3.428 | 0.086 | 0.532 | 2571 | 3.95 | 1.15 |
| 2 | 杂质A | 4.415 | 0.330 | 2.283 | 5858 | 54.44 | 1.09 |
| 3 | 主成分 | 27.175 | 53.427 | 137.608 | 31993 | 22.67 | 0.96 |
| 4 | 杂质D | 37.191 | 0.124 | 0.726 | 285846 | 4.28 | 0.97 |
| 5 | 杂质G | 38.246 | 0.033 | 0.266 | 501740 | n.a. | 0.98 |

● 结论

用月旭 Ultimate® ALK C18 (4.6×250mm, 5μm) 色谱柱, 在该色谱条件下测定, 能满足检测需求。

