

测试报告

| 样品信息 | | | |
|--------------------------------------------|----------------|------|-----------------------|
| 样品名称 | 双氯芬酸钠盐酸利多卡因注射液 | 项目编号 | 20240301-156 |
| 样品批号 | / | 样品性状 | / |
| 收样日期 | 2023/03/08 | 测试期间 | 2024/03/13~2024/03/15 |
| 标样信息 | | | |
| 名称 | 规格 | 数量 | |
| 利多卡因与杂质混合溶液 | 1ml | 1 | |
| 双氯芬酸钠及杂质混合溶液 | 1ml | 1 | |
| 自制制剂供试品溶液 | 5ml | 3 | |
| 实验要求 | | | |
| 开发方法分析有关物质，要求双氯芬酸钠及其杂质对利多卡因中杂质 A 和 H 不产生干扰 | | | |
| 参考方法 | | | |
| 客户方法 | | | |
| 试剂信息 | | | |
| 试剂名称 | 级别 | 品牌 | |
| 纯水 | 二级 | 月旭 | |
| 乙腈 | 色谱级 | 月旭 | |
| 磷酸氢二钠 | 分析级 | 阿拉丁 | |
| 磷酸二氢钠 | 分析级 | 阿拉丁 | |
| 磷酸 | 分析级 | 阿拉丁 | |
| 仪器信息 | | | |
| 仪器厂家 | 仪器型号 | | |
| 赛默飞 | Vanquish | | |

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

| | |
|------|--------------------------------------|
| 色谱柱: | Ultimate ODS-3 (4.6*250mm*5 μ m) |
| 流动相: | 磷酸盐缓冲液-乙腈=50:50 |

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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 1 页 共 5 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



| | | |
|-------|------------|-----------------|
| 流速： | 1.0 ml/min | |
| 进样量： | 20 μ L | |
| 柱温： | 30°C | |
| 检测器： | UV | |
| 检测波长： | 230 nm | |
| 洗脱程序 | 时间（min） | 磷酸盐缓冲液-乙腈=50:50 |
| | 0 | 100% |
| | 40 | 100% |
| 注意事项 | / | |

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 1.3ml 与 0.5mol/L 磷酸氢二钠溶液 32.5ml，并用纯水稀释至 1000ml 混匀后取 500ml 与 500ml 乙腈混合，用磷酸调节 pH=8.0，混匀超声脱气即得；

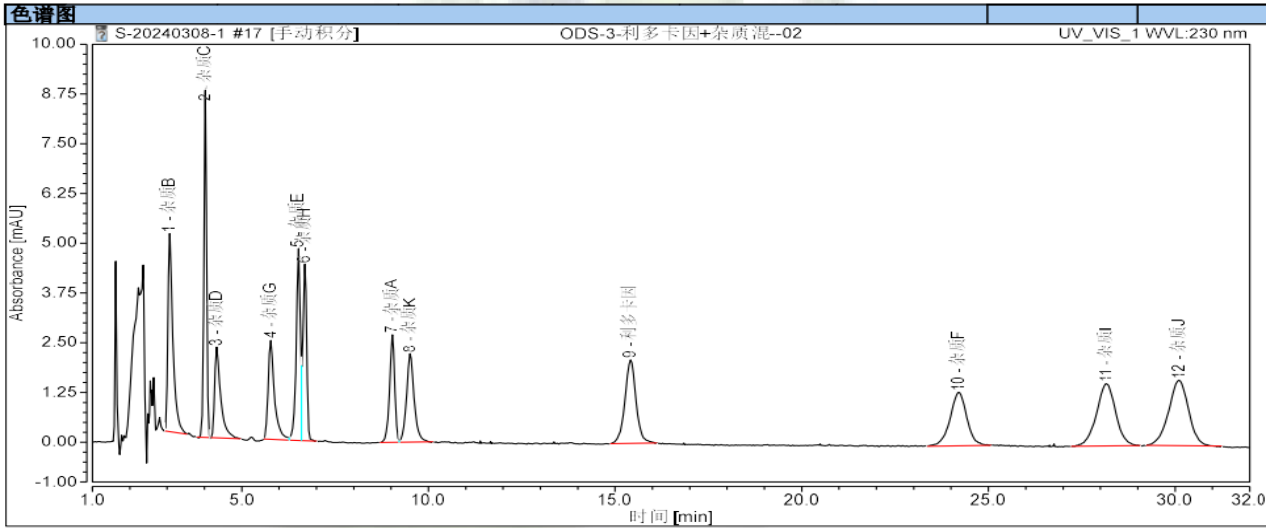
1.2.2. 对照品溶液配制

利多卡因及其杂质混合溶液、双氯芬酸钠及其杂质混合溶液以及制剂供试品溶液：均由客户提供，可直接进样分析。

2. 谱图和数据

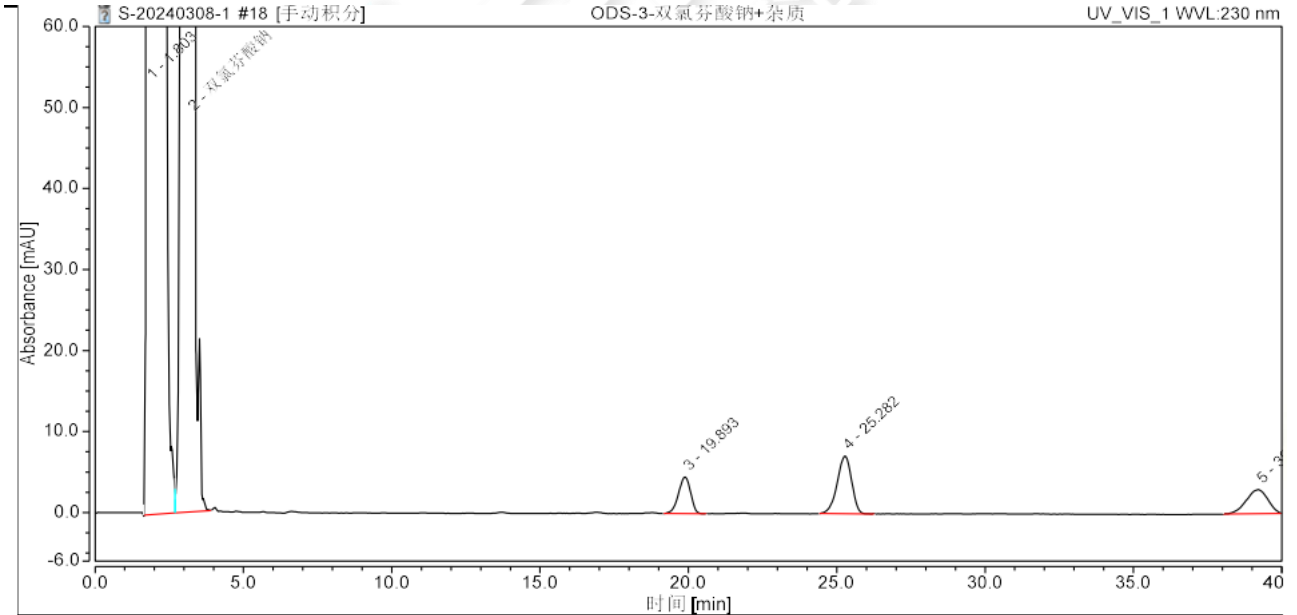
1) 利多卡因及其杂质混合溶液分析图谱：





| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 分离度 (EP) | 塔板数 (EP) | 不对称度 (EP) |
|----|------|----------|-------------|--------|---------|----------|----------|-----------|
| 1 | 杂质B | 3.068 | 0.777 | 4.979 | 9.80 | 5.33 | 2956 | 1.84 |
| 2 | 杂质C | 4.022 | 0.746 | 8.724 | 9.42 | 1.52 | 14649 | 0.99 |
| 3 | 杂质D | 4.326 | 0.437 | 2.280 | 5.51 | 5.32 | 4175 | 2.06 |
| 4 | 杂质G | 5.776 | 0.493 | 2.493 | 6.22 | 3.08 | 6887 | 1.63 |
| 5 | 杂质E | 6.519 | 0.615 | 4.822 | 7.76 | 0.87 | 16132 | n.a. |
| 6 | 杂质H | 6.692 | 0.521 | 4.440 | 6.58 | 10.68 | 19362 | n.a. |
| 7 | 杂质A | 9.034 | 0.434 | 2.704 | 5.48 | 1.58 | 21297 | 0.87 |
| 8 | 杂质K | 9.506 | 0.528 | 2.226 | 6.66 | 13.62 | 11748 | 1.16 |
| 9 | 利多巴因 | 15.416 | 0.726 | 2.107 | 9.16 | 13.61 | 14104 | 1.00 |
| 10 | 杂质F | 24.209 | 0.698 | 1.349 | 8.81 | 4.68 | 15574 | 0.97 |
| 11 | 杂质I | 28.157 | 0.931 | 1.567 | 11.76 | 2.10 | 15155 | 0.97 |
| 12 | 杂质J | 30.116 | 1.017 | 1.657 | 12.84 | n.a. | 15908 | 0.94 |

2) 双氯芬酸钠及其杂质混合溶液分析图谱:

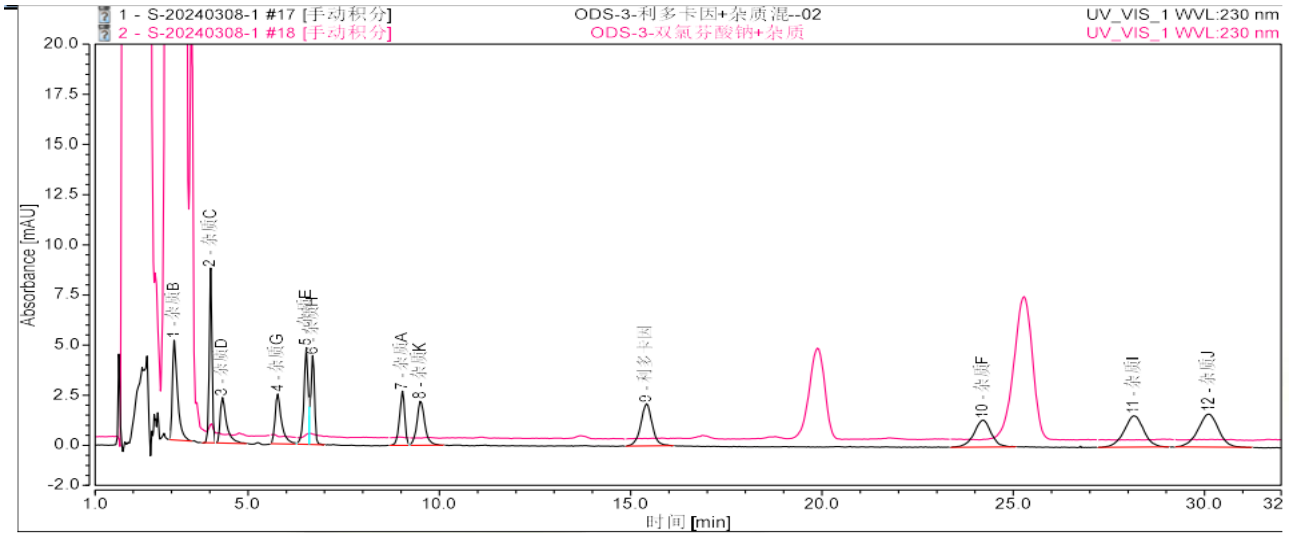


| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 分离度 (EP) | 塔板数 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------|----------|----------------|----------|---------------|--------------|----------|-----------|
| 1 | 双氯芬酸钠 | 1.803 | 168.785 | 364.075 | 20.97 | 2.10 | 46 | 3.76 |
| 2 | 双氯芬酸钠 | 3.202 | 627.650 | 3040.132 | 77.96 | 32.71 | 2223 | 0.79 |
| 3 | | 19.893 | 2.124 | 4.535 | 0.26 | 6.57 | 11207 | 0.89 |
| 4 | | 25.282 | 4.006 | 7.118 | 0.50 | 12.36 | 12785 | 0.89 |
| 5 | | 39.189 | 2.510 | 2.989 | 0.31 | n.a. | 13241 | 0.91 |
| 总和: | | | 805.074 | | 100.00 | 53.73 | | |

3) 叠加对比图谱:

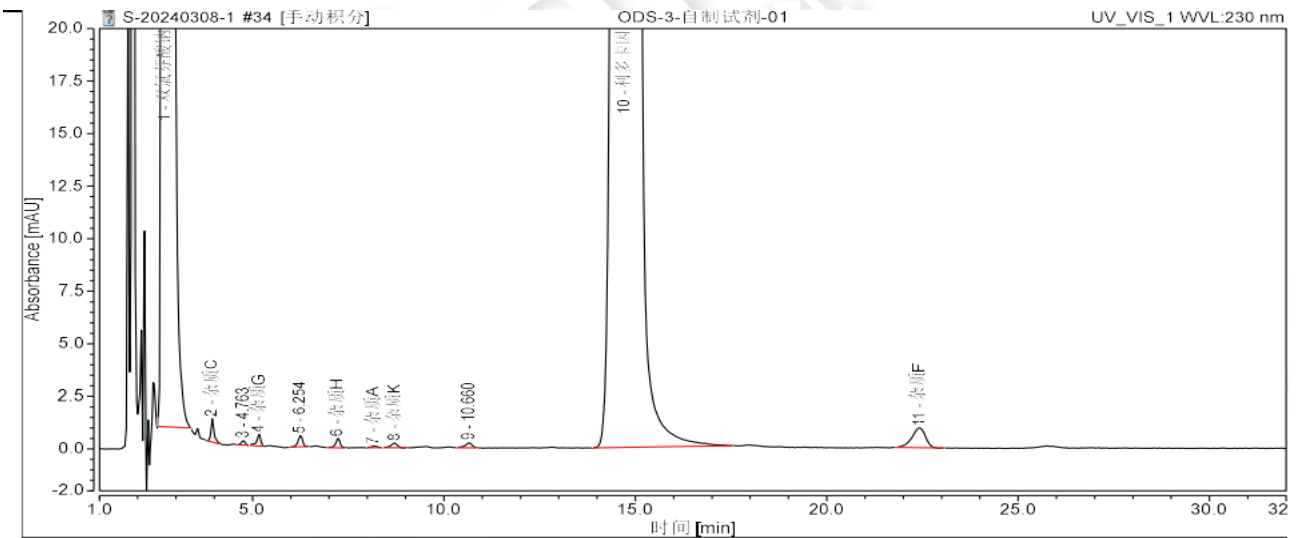
声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969





| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 分离度 (EP) | 塔板数 (EP) | 不对称度 (EP) |
|----|------|-------------|----------------|-----------|------------|----------|----------|-----------|
| 1 | 杂质B | 3.068 | 0.777 | 4.979 | 9.80 | 5.33 | 2956 | 1.84 |
| 2 | 杂质C | 4.022 | 0.746 | 8.724 | 9.42 | 1.52 | 14649 | 0.99 |
| 3 | 杂质D | 4.326 | 0.437 | 2.280 | 5.51 | 5.32 | 4175 | 2.06 |
| 4 | 杂质G | 5.776 | 0.493 | 2.493 | 6.22 | 3.08 | 6887 | 1.63 |
| 5 | 杂质E | 6.519 | 0.615 | 4.822 | 7.76 | 0.87 | 16132 | n.a. |
| 6 | 杂质H | 6.692 | 0.521 | 4.440 | 6.58 | 10.68 | 19362 | n.a. |
| 7 | 杂质A | 9.034 | 0.434 | 2.704 | 5.48 | 1.58 | 21297 | 0.87 |
| 8 | 杂质K | 9.506 | 0.528 | 2.226 | 6.66 | 13.62 | 11748 | 1.16 |
| 9 | 利多卡因 | 15.416 | 0.726 | 2.107 | 9.16 | 13.61 | 14104 | 1.00 |
| 10 | 杂质F | 24.209 | 0.698 | 1.349 | 8.81 | 4.68 | 15574 | 0.97 |
| 11 | 杂质I | 28.157 | 0.931 | 1.567 | 11.76 | 2.10 | 15155 | 0.97 |
| 12 | 杂质J | 30.116 | 1.017 | 1.657 | 12.84 | n.a. | 15908 | 0.94 |

4) 制剂供试品溶液分析图谱:



| 序号 | 峰名称 | 保留时间 min | 峰面积 mAU*min | 峰高 mAU | 相对峰面积 % | 分离度 (EP) | 塔板数 (EP) | 不对称度 (EP) |
|------------|-------|-------------|-----------------|-----------|---------------|--------------|----------|-----------|
| 1 | 双氯芬酸钠 | 2.713 | 1050.182 | 4368.182 | 64.45 | 4.77 | 712 | 1.65 |
| 2 | 杂质C | 3.951 | 0.100 | 1.118 | 0.01 | 5.44 | 19112 | 1.27 |
| 3 | | 4.763 | 0.022 | 0.211 | 0.00 | 2.31 | 10588 | 0.96 |
| 4 | 杂质G | 5.173 | 0.067 | 0.551 | 0.00 | 5.85 | 14638 | 0.71 |
| 5 | | 6.254 | 0.072 | 0.546 | 0.00 | 5.02 | 15715 | 0.86 |
| 6 | 杂质H | 7.229 | 0.059 | 0.446 | 0.00 | 3.88 | 23269 | 0.85 |
| 7 | 杂质A | 8.172 | 0.015 | 0.091 | 0.00 | 1.84 | 12019 | 0.92 |
| 8 | 杂质K | 8.714 | 0.041 | 0.231 | 0.00 | 6.60 | 14157 | 0.81 |
| 9 | | 10.660 | 0.050 | 0.249 | 0.00 | 11.09 | 20428 | 0.82 |
| 10 | 利多卡因 | 14.720 | 578.539 | 1974.446 | 35.50 | 14.57 | 18243 | 1.13 |
| 11 | 杂质F | 22.417 | 0.379 | 0.956 | 0.02 | n.a. | 20668 | 0.86 |
| 总和: | | | 1629.527 | | 100.00 | 61.36 | | |



3. 结论

使用月旭色谱柱 Ultimate ODS-3 (4.6*250mm*5 μ m) 在此色谱条件下分析双氯芬酸钠盐酸利多卡因注射液相关物质，其中双氯芬酸钠色谱峰对利多卡因杂质 A 及杂质 H 不造成干扰，符合分析要求。

报告人: Jeff

审核人: Jim

日期: 2024/03/15

Welch
月旭科技

