

测试报告

样品信息			
样品名称	丙泊酚	编号	NJ201409-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2014/11/14	测试期间	2014/11/18~11/21
样品描述	系统适用性溶液, 标准曲线对照溶液		
测试需求			
测试成分	系统适用性		
参考标准			
参考标准	无	标样	有混标
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20A

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Diol (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	流动相 A: 甲醇 - 水 - 冰醋酸 - 三乙胺 (85 : 15 : 0.5 : 0.05); 流动相 B: 正己烷 - 异丙醇 - 流动相 A (20 : 48 : 32) 梯度
检测器:	ELSD: 气流速 2.5L/min, 漂移管温度 70℃
柱温:	40℃
流速:	1.0ml/min
进样量:	20μl
注意事项:	无

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:浙江省金华市仙缘路855号研发展示中心01号6楼

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

● **流动相配置:**

流动相 A: 甲醇-水-冰醋酸-三乙胺 (85 : 15 : 0.5 : 0.05);

流动相 B: 正己烷-异丙醇-流动相 A (20 : 48 : 32)

梯度程序:

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	5	95
10	22	78
22	90	10
23	5	95
27	5	95

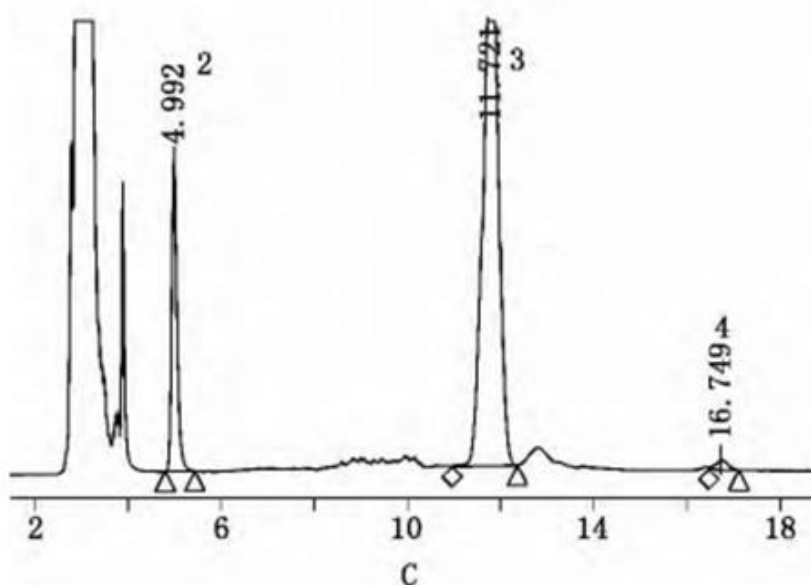
● **样品溶液配制:**

系统适用性溶液: 精密量取本品 1ml, 置 10ml 量瓶中, 加异丙醇-正庚烷(2:1) 稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。取溶血磷脂酰乙醇胺对照品, 加三氯甲烷-甲醇 (2:1) 适量使溶解, 用异丙醇-正庚烷 (2:1) 稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液, 量取该溶液 0.5ml, 加供试品溶液 1ml, 混匀, 作为系统适用性溶液;

混合对照溶液: 取溶血磷脂酰胆碱对照品及溶血磷脂酰乙醇胺对照品适量, 精密称定, 加三氯甲烷-甲醇 (2:1) 适量使溶解, 用异丙醇-正庚烷 (2:1) 定量稀释制成每 1ml 中分别含溶血磷脂酰胆碱 0.2mg 和溶血磷脂酰乙醇胺 0.1mg 的溶液, 作为混合对照溶液。

● **谱图和数据:**

(1) 参考文献中丙泊酚系统适用性的 HPLC-ELSD 图



图中, 峰 2 为溶血磷脂酰乙醇胺峰, 峰 3 为丙泊酚峰, 峰 4 为溶血磷脂酰胆碱峰

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。

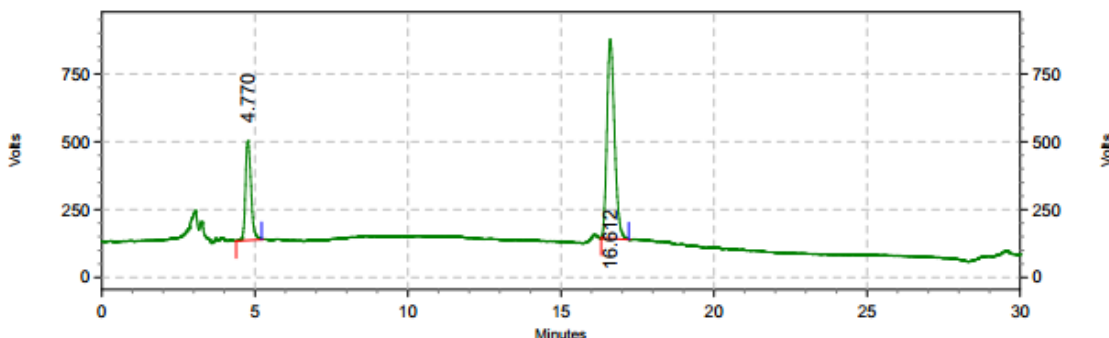
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编 : 321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

(2) 混合对照溶液的 HPLC-ELSD 图 (含溶血磷脂酰乙醇胺和溶血磷脂酰胆碱)



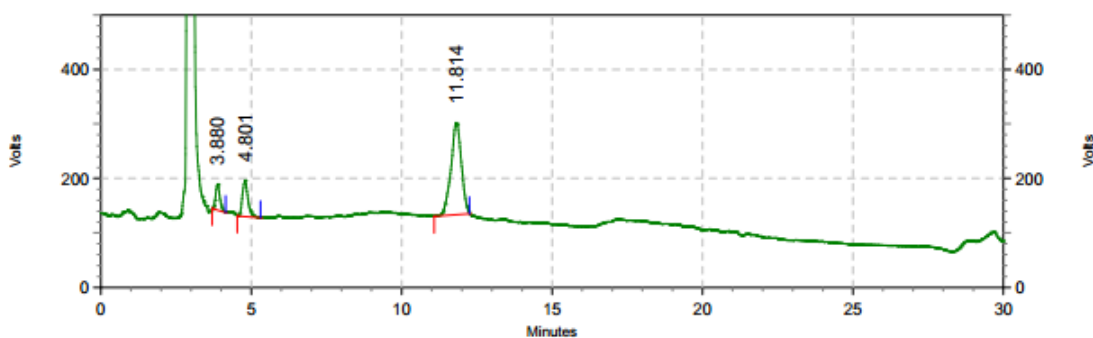
elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
4.770	4600258	26.600	3493	0.00000	1.23372
16.612	12693749	73.400	21059	30.33763	1.21329
Totals	17294007	100.000			

图中, 4.770min 为溶血磷脂酰乙醇胺峰, 16.612min 为溶血磷脂酰胆碱峰

(3) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (初始条件)



elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.880	470767	8.739	3744	0.00000	1.09821
4.801	833977	15.481	3392	3.15957	1.10543
11.814	4082463	75.781	5377	14.39713	0.94666
Totals	5387207	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。

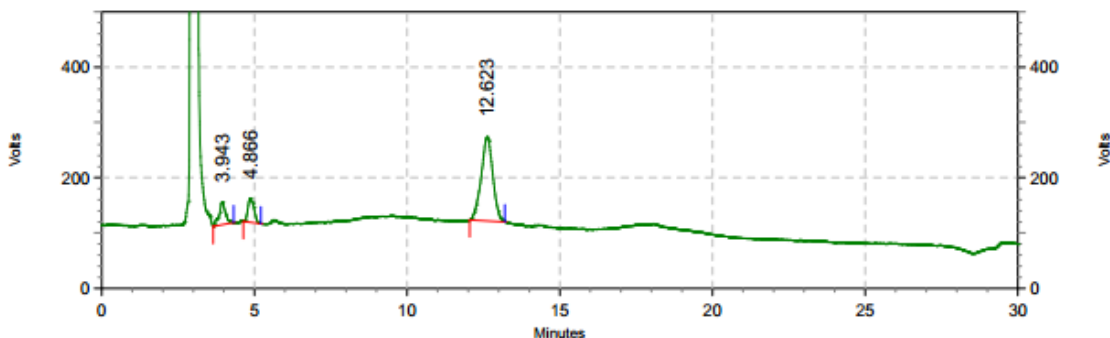
Add:浙江省金华市仙缘路855号研发展示中心01号6楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

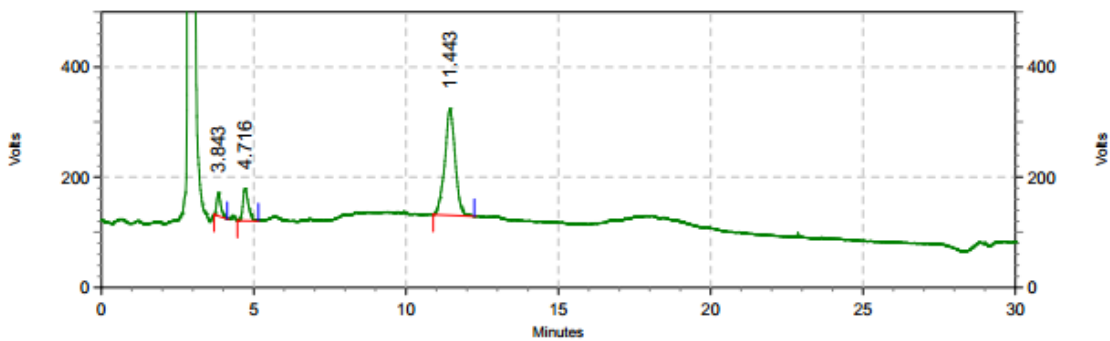
(4) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (柱温降至 30℃)



elsd6000 Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.943	601382	11.514	2047	0.00000	0.96213
4.866	603362	11.552	2705	2.55466	1.23837
12.623	4018470	76.935	5024	14.27679	0.95283
Totals	5223214	100.000			

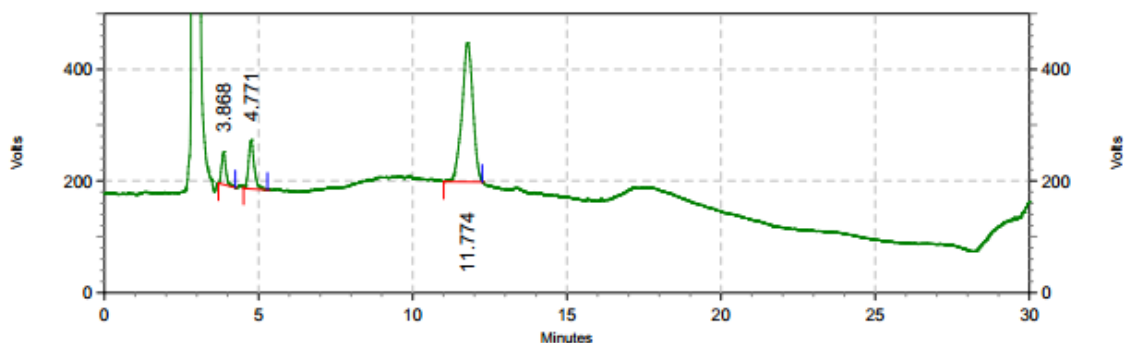
(5) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (柱温升至 45℃)



elsd6000 Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.843	393478	6.899	3925	0.00000	1.32054
4.716	739032	12.958	3395	3.06878	1.28972
11.443	4570905	80.143	5501	14.29774	0.97055
Totals	5703415	100.000			

(6) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (气流速降至 2L/min)



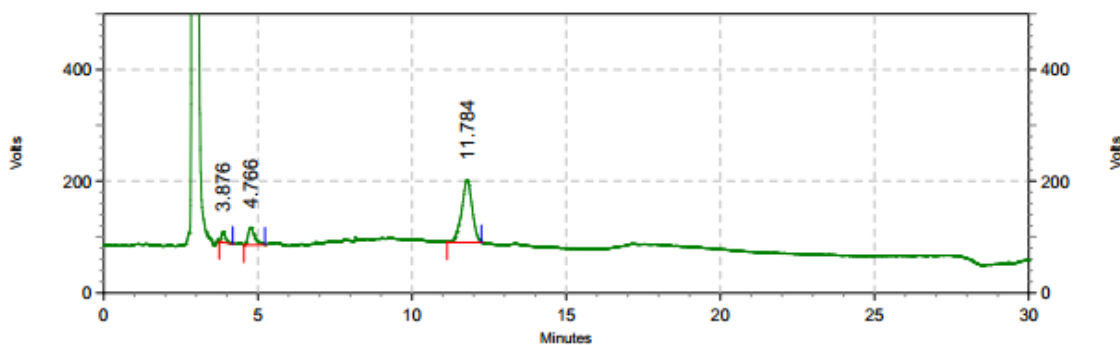
elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(US P)	不对称(10%)
3.868	562206	7.183	3585	0.00000	1.11781
4.771	1108905	14.167	3638	3.14267	1.05083
11.774	6156044	78.650	5200	14.44578	0.95799

Totals	7827155	100.000			
--------	---------	---------	--	--	--

(7) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (气流速升至 3L/min)



elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(US P)	不对称(10%)
3.876	183204	5.562	4006	0.00000	1.24692
4.766	462228	14.034	2739	2.92133	1.55177
11.784	2648251	80.404	5511	14.04633	0.94411

Totals	3293683	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。

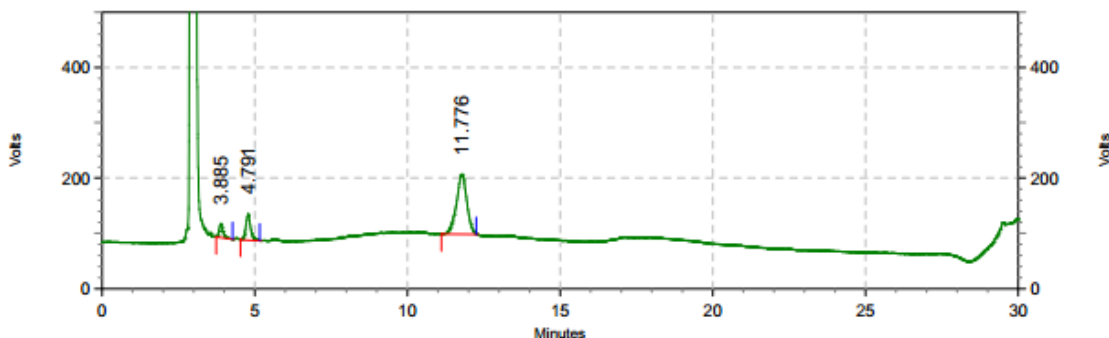
Add:浙江省金华市仙缘路855号研发展示中心01号6楼

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

(8) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (漂移管温度降至 60°C)

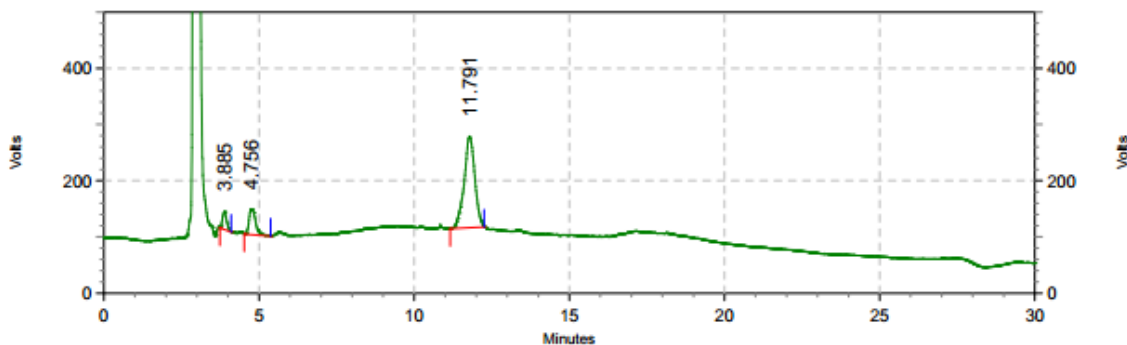


elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.885	217859	6.587	5047	0.00000	1.21574
4.791	504153	15.244	4830	3.66674	1.01506
11.776	2585241	78.169	5517	15.35187	0.94774
Totals	3307253	100.000			

(9) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (漂移管温度升至 80°C)



elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.885	292523	6.031	3829	0.00000	1.16659
4.756	667530	13.763	2761	2.84296	1.40400
11.791	3890036	80.205	5774	14.31601	0.93127
Totals	4850089	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。

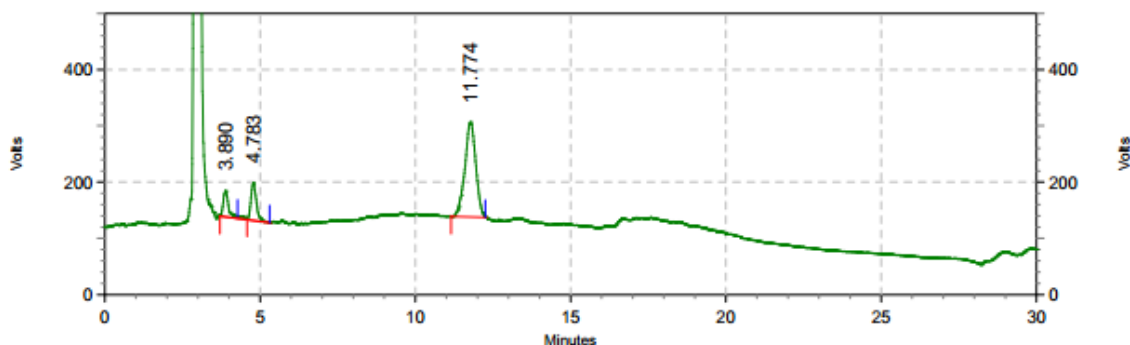
Add:浙江省金华市仙缘路855号研发展示中心01号6楼

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

(10) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (Diol 柱-2)



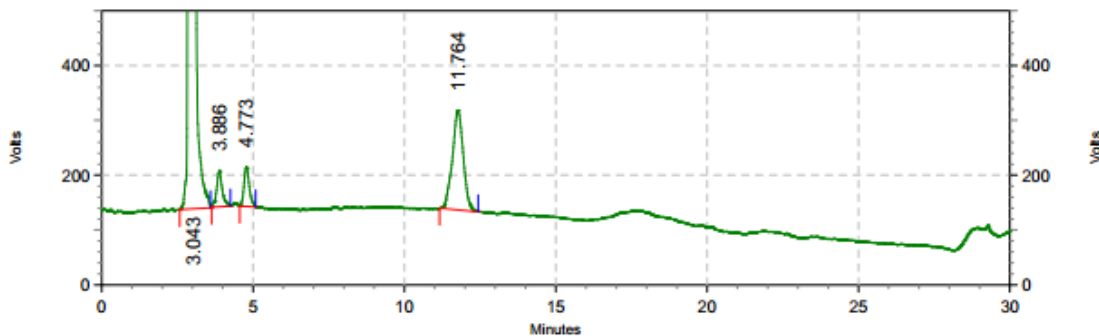
elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.890	540589	9.822	2951	0.00000	1.67199
4.783	829784	15.077	3427	2.91343	1.21241
11.774	4133351	75.101	5333	14.38958	0.95062

Totals	5503724	100.000
--------	---------	---------

(11) 丙泊酚系统适用性溶液的 HPLC-ELSD 图 (Diol 柱-3)



elsd6000

Results

保留时间	面积	面积百分比	理论塔板数(USP)	分离度(USP)	不对称(10%)
3.043	30453736	82.987	1520	0.00000	0.77615
3.886	834498	2.274	2347	2.66395	1.03696
4.773	866485	2.361	3822	2.81572	1.24453
11.764	4542227	12.378	4966	14.31772	0.97167

Totals	36696946	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:浙江省金华市仙缘路855号研发展示中心01号6楼

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com

表 1 实验结果与参考文献结果比较

	溶血磷脂酰乙醇胺	丙泊酚	溶血磷脂酰胆碱	结论
参考文献	4.992min	11.721min	16.749min	基本一致
实验结果	4.770min	11.814min	16.612min	

表 2 不同条件下的丙泊酚系统适用性测定结果

序号	色谱条件	药典要求	其它系统适用性评价		
		分离度	保留时间 min	理论板数	拖尾因子
1	初始条件	3.15	11.814	5377	0.95
2	柱温 30°C	2.55	12.623	5024	0.95
3	柱温 45°C	3.07	11.443	5501	0.97
4	气流速 2.0	3.14	11.774	5200	0.96
5	气流速 3.0	2.92	11.784	5511	0.94
6	漂移管温度 60°C	3.67	11.776	5517	0.95
7	漂移管温度 80°C	2.84	11.791	5774	0.93
8	Diol 柱-2	2.91	11.774	5333	0.95
9	Diol 柱-3	2.82	11.764	4966	0.97

注: 表中分离度为溶血磷脂酰乙醇胺峰与相邻峰之间的分离度, 保留时间、理论板数和拖尾因子以系统适用性溶液中丙泊酚峰计。

结果: (1) 实验结果与参考文献中同种条件下系统适用性测定结果基本一致。

(2) 采用月旭 Ultimate® Diol (4.6×250mm, 5µm) 按照征求意见稿检测丙泊酚样品, 在分析条件稍做变动时, 分析结果可以接受, 该方法耐用性良好。

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: 浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel: 400-808-6760

邮编: 321000

E-mail: zaijiechen@welchmat.com

检测方法:

溶血磷脂酰胆碱和溶血磷脂酰乙醇胺 精密量取本品 1ml, 置 10ml 量瓶中, 加异丙醇-正庚烷 (2:1) 稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。取溶血磷脂酰乙醇胺对照品, 加三氯甲烷-甲醇 (2:1) 适量使溶解, 用异丙醇-正庚烷 (2:1) 稀释制成每 1ml 中约含 0.5mg 的溶液, 量取该溶液 0.5ml, 加供试品溶液 1ml, 混匀, 作为系统适用性溶液。照高效液相色谱法 (中国药典 2010 年版二部附录 V D) 试验, 以二羟基丙基硅烷键合硅胶为填充剂 (推荐 Ultimate Diol 250mm×4.6mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱); 以甲醇-水-冰醋酸-三乙胺 (85:15:0.5:0.05) 为流动相 A, 以正己烷-异丙醇-流动相 A (20:48:32) 为流动相 B; 流速为每分钟 1.0ml; 按下表进行梯度洗脱。检测器为蒸发光散射检测器 (以下参数供参考: 雾化气为氮气, 雾化气压力为 25psi., 漂移管温度为 70 $^{\circ}$ C)。柱温为 40 $^{\circ}$ C。溶血磷脂酰乙醇胺峰与相邻峰的分度应符合要求。另取溶血磷脂酰胆碱对照品及溶血磷脂酰乙醇胺对照品适量, 精密称定, 加三氯甲烷-甲醇 (2:1) 适量使溶解, 用异丙醇-正庚烷 (2:1) 定量稀释制成每 1ml 中分别含溶血磷脂酰胆碱 0.02、0.04、0.1、0.2mg 和溶血磷脂酰乙醇胺 0.01、0.02、0.05、0.1mg 的溶液, 作为对照品溶液, 精密量取上述 4 种对照品溶液各 20 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图。根据供试品中溶血磷脂酰胆碱的含量, 选择 3 个相邻浓度的对照品溶液, 以浓度的对数和对应峰面积的对数计算线性回归方程。另精密量取供试品溶液 20 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图, 由回归方程计算供试品中溶血磷脂酰胆碱和溶血磷脂酰乙醇胺的含量。本品每 1ml 中含溶血磷脂酰胆碱不得过 2.0mg, 溶血磷脂酰乙醇胺不得过 0.6mg。

甘	时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	5	95
	10	22	78
	22	90	10
	23	5	95
	27	5	95

报告签字

测试: 汪少峰

日期: 2014-11-25

审核:

日期:

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:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:zaijiechen@welchmat.com