

测试报告

样品信息			
样品名称	盐酸二甲双胍	编号	W20160908-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2016/09/08	测试期间	2016/09/08-09/13
样品描述	白色粉末		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	2015 版药二部 859P	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 Xtimate™ XB-SCX 4.6*250mm, 5μm
流动相:	1.7%磷酸二氢铵溶液, 用磷酸调 PH 为 3.00
检测波长:	218nm
柱温:	室温
流速:	1.0ml/min
进样量:	10μl
注意事项:	

● 流动相配置:

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:浙江省金华市双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com

1. 7%磷酸二氢铵溶液, 用磷酸调 PH 为 3.00

● 样品溶液的配制:

供试品溶液: 精密量取本品, 用流动相溶解稀释至每 1ml 中含 5mg 的溶液。

对照溶液: 精密量取 1ml 供试品溶液置 200ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。

对照溶液 2: 取双氰胺对照品, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每 1 ml 中约含 0.1mg 的溶液, 精密量取适量, 用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1ug 的溶液, 作为对照品溶液。

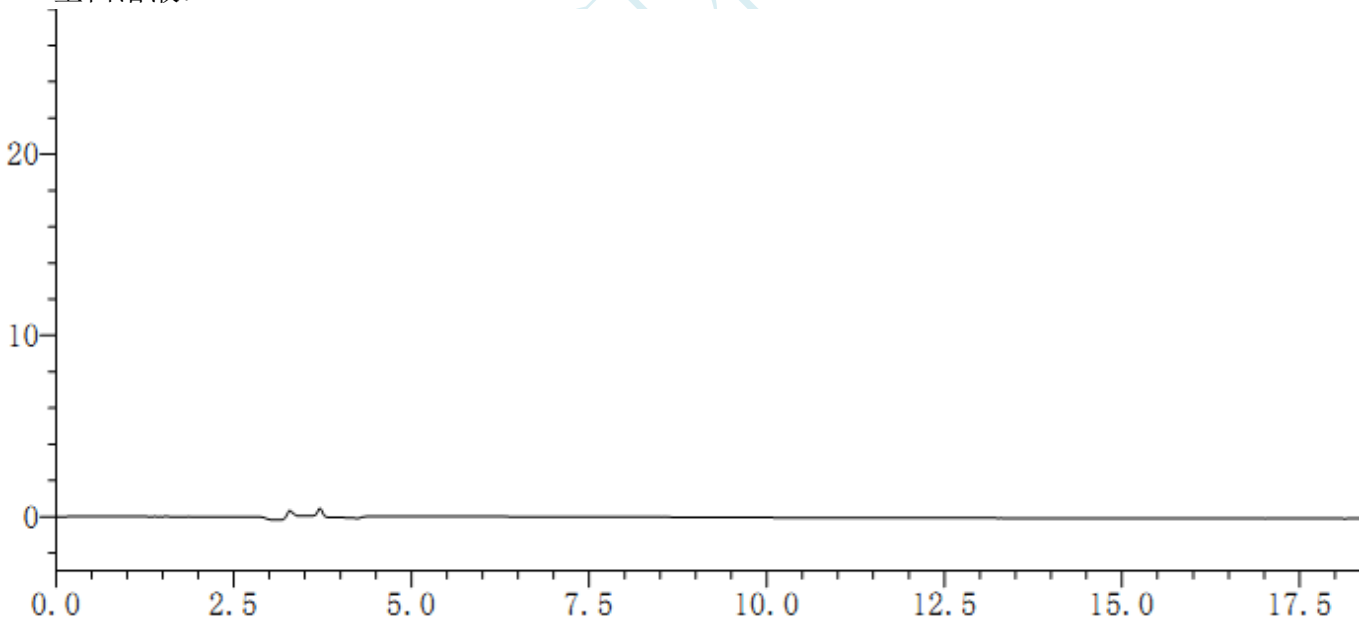
混合对照溶液: 盐酸二甲双胍与三聚氰胺, 加水溶解并稀释制成每 1 ml 中含盐酸二甲双胍 0.25 mg 与三聚氰胺 0.1mg 的溶液, 取 1ml, 用流动相稀释至 50ml, 摇匀。

供试品加标溶液 1: 取供试品溶解, 加入适量双氰胺对照溶液, 使其 1ml 中含 5mg 二甲双胍, 1ug 双氰胺

供试品加标溶液 2: 取供试品溶解, 加入适量双氰胺, 三聚氰胺对照溶液, 使其 1ml 中含 5mg 二甲双胍, 1ug 双氰胺, 2ug 三聚氰胺

● 谱图和数据:

1. 空白溶液:



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。

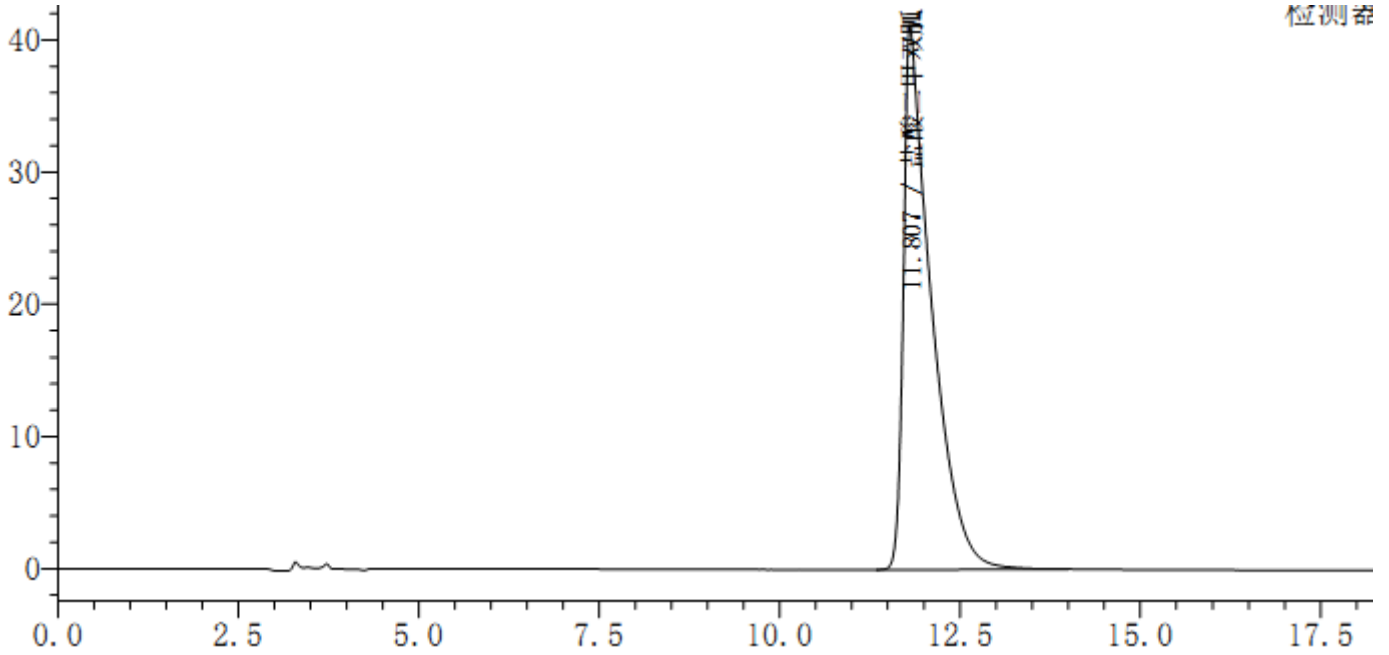
Add:浙江省金华市双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com

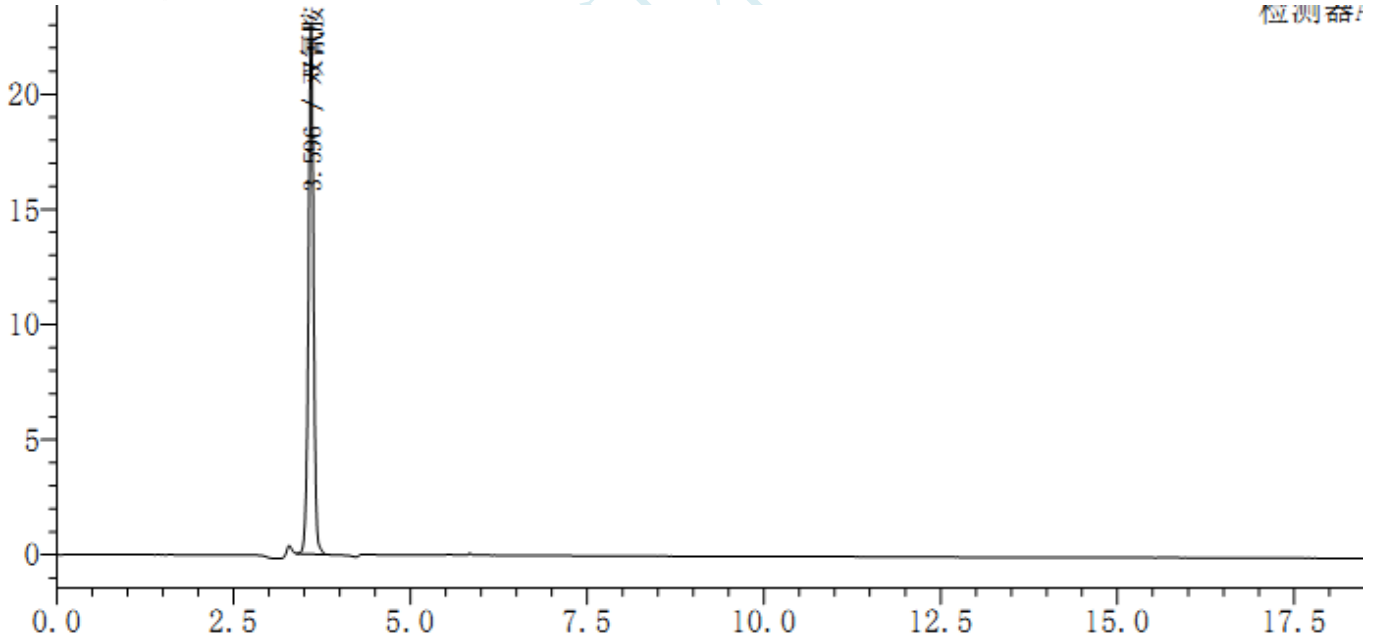
2. 对照溶液:



检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	11.807	盐酸二甲双胍	1104195	4771	2.489	--
总计			1104195			

3. 对照溶液 2



检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	3.596	双胍胺	115569	10070	0.970	--
总计			115569			

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。

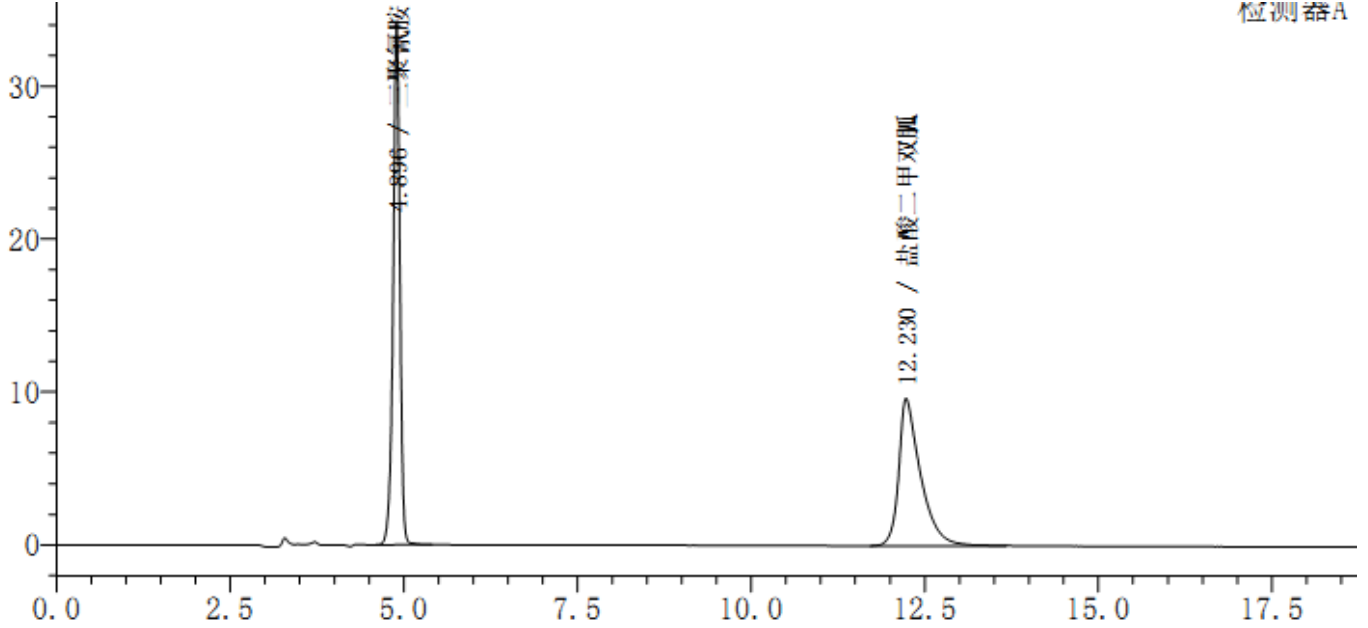
Add:浙江省金华市双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com

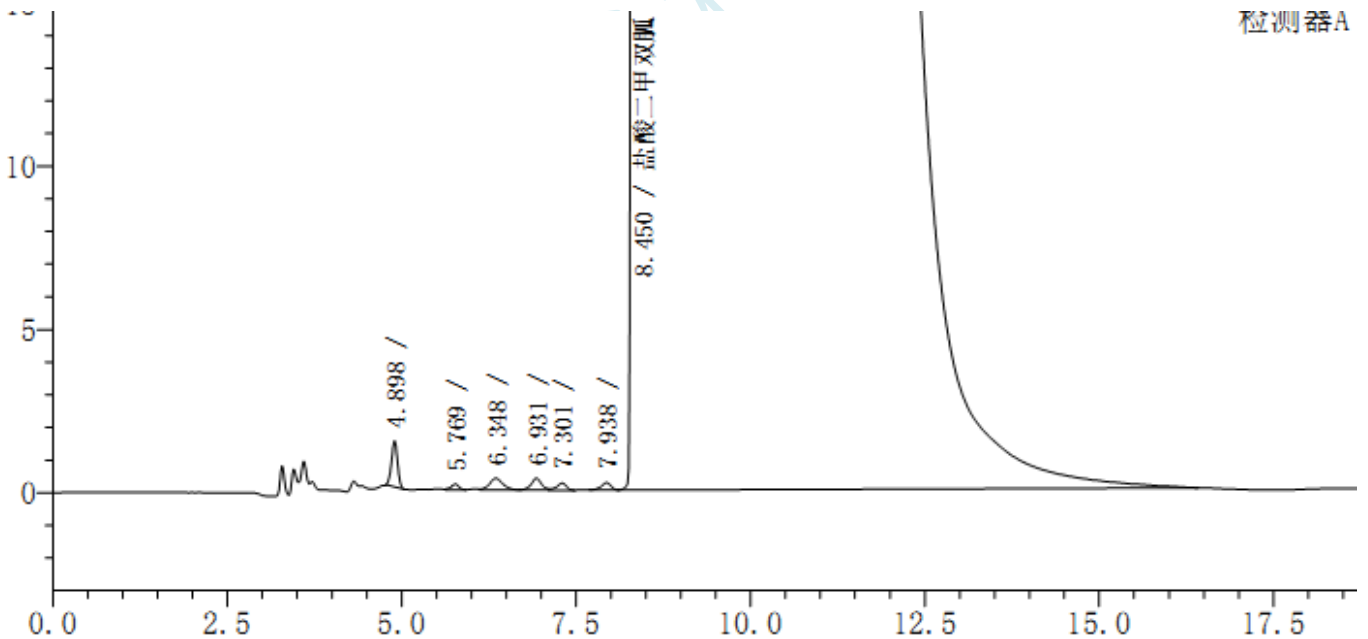
4. 混合对照溶液:



检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.896	三聚氰胺	231878	11210	0.921	--
2	12.230	盐酸二甲双胍	210830	7943	1.594	19.986
总计			442708			

5. 供试品溶液:



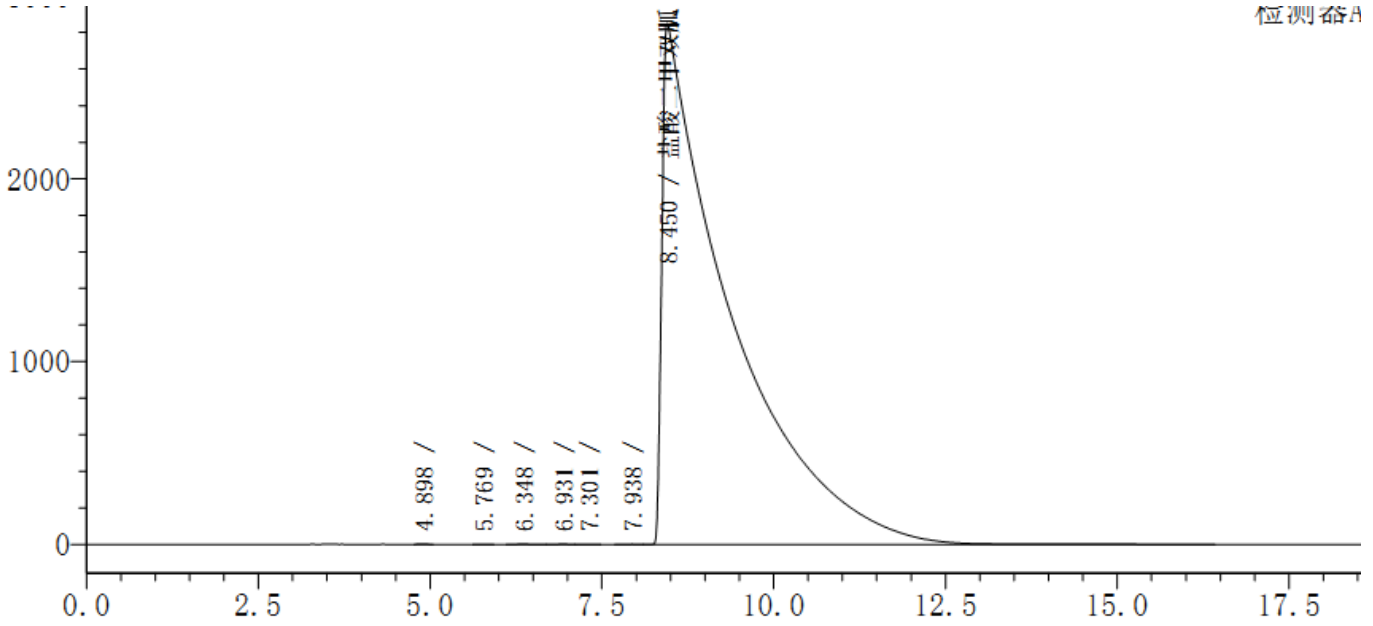
声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

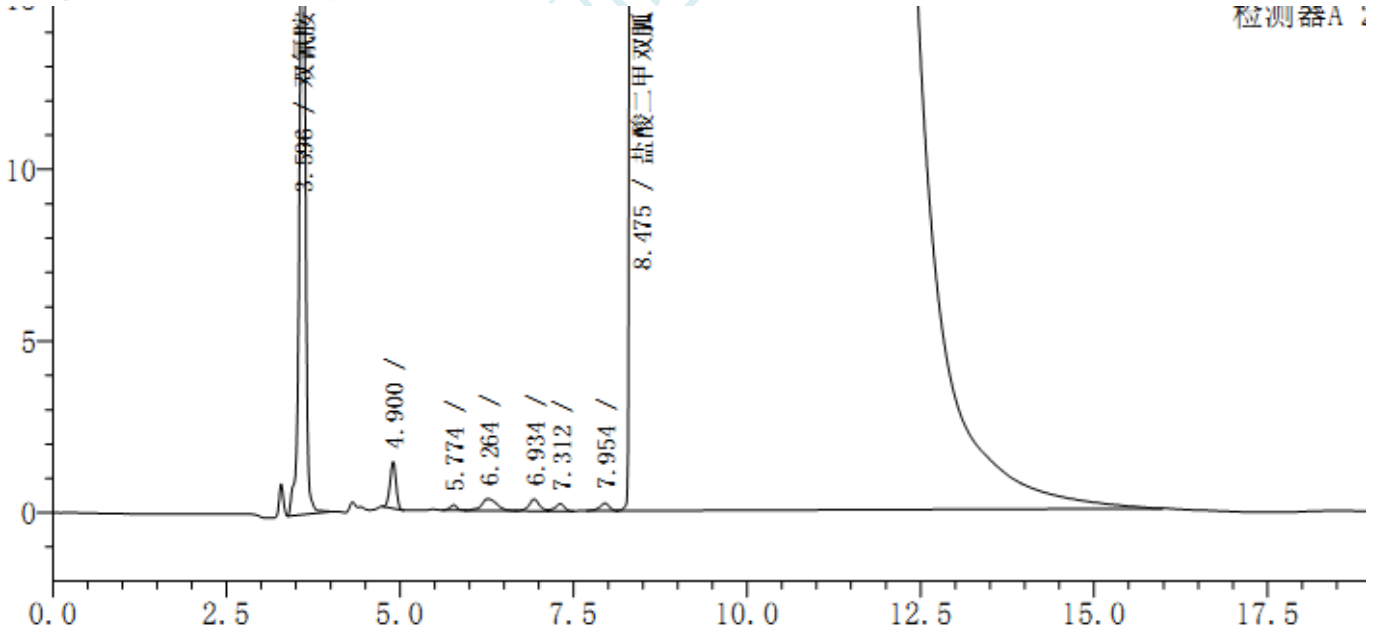
E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com

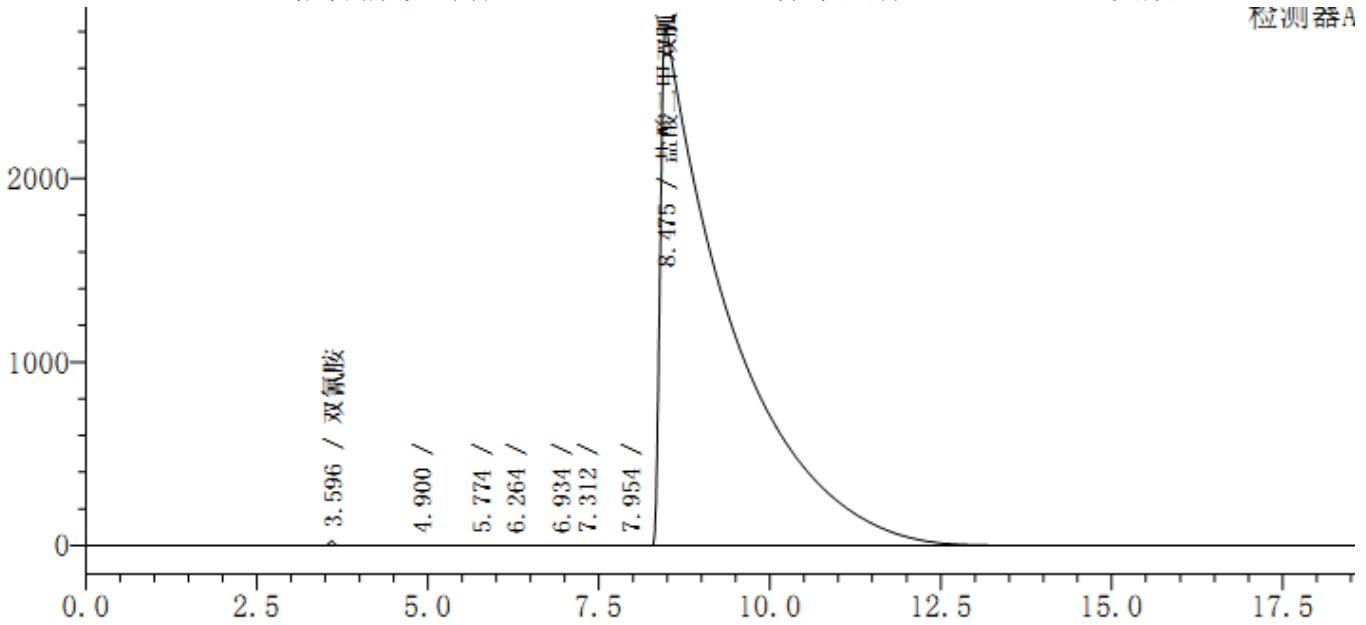


检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.898		8432	12820	0.972	--
2	5.769		1251	12570	--	4.600
3	6.348		4498	5383	1.074	2.099
4	6.931		3603	10309	--	1.884
5	7.301		2030	13444	--	1.408
6	7.938		2077	15866	0.837	2.528
7	8.450	盐酸二甲双胍	194690413	587	10.214	0.622
总计			194712305			

6. 供试品溶液加标双氧胺:

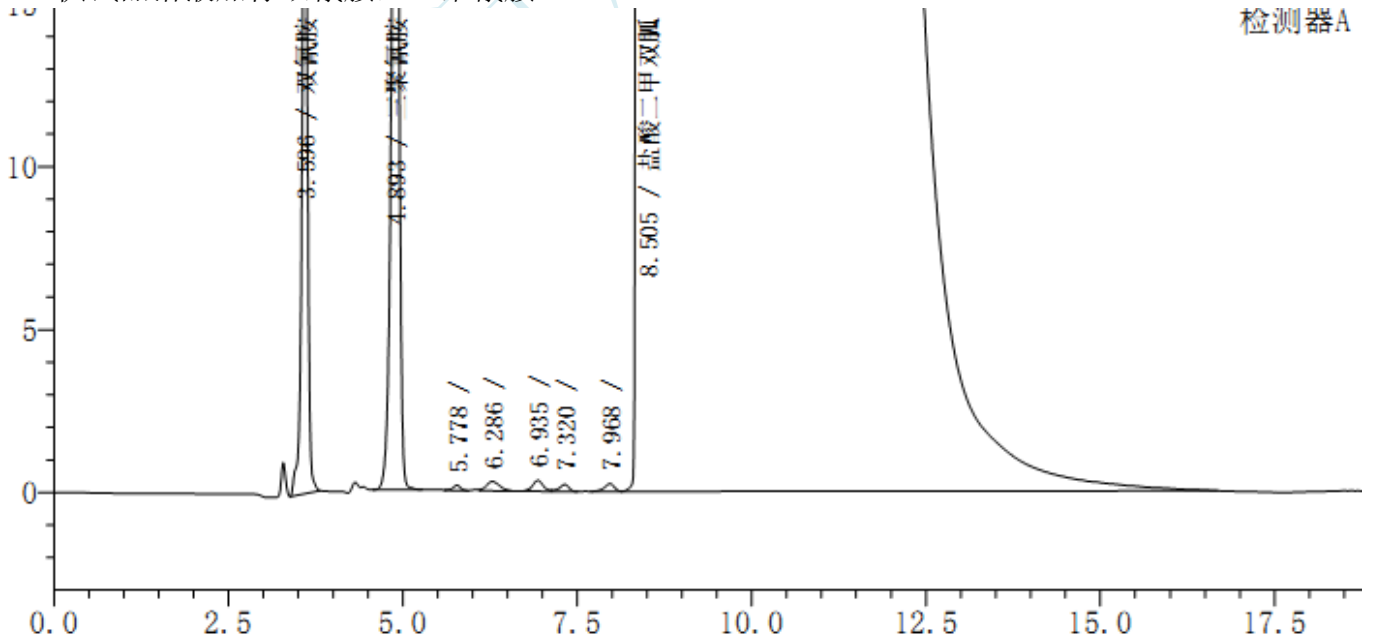




检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	3.596	双胍胺	132604	9942	0.930	--
2	4.900		8276	12698	0.952	8.198
3	5.774		1080	13622	0.893	4.698
4	6.264		5255	4321	1.054	1.693
5	6.934		3550	10532	--	2.059
6	7.312		1980	13485	--	1.448
7	7.954		2080	15813	0.837	2.542
8	8.475	盐酸二甲双胍	192764619	590	10.200	0.632
总计			192919444			

7. 供试品溶液加标双胍胺, 三聚胍胺:



检测器A

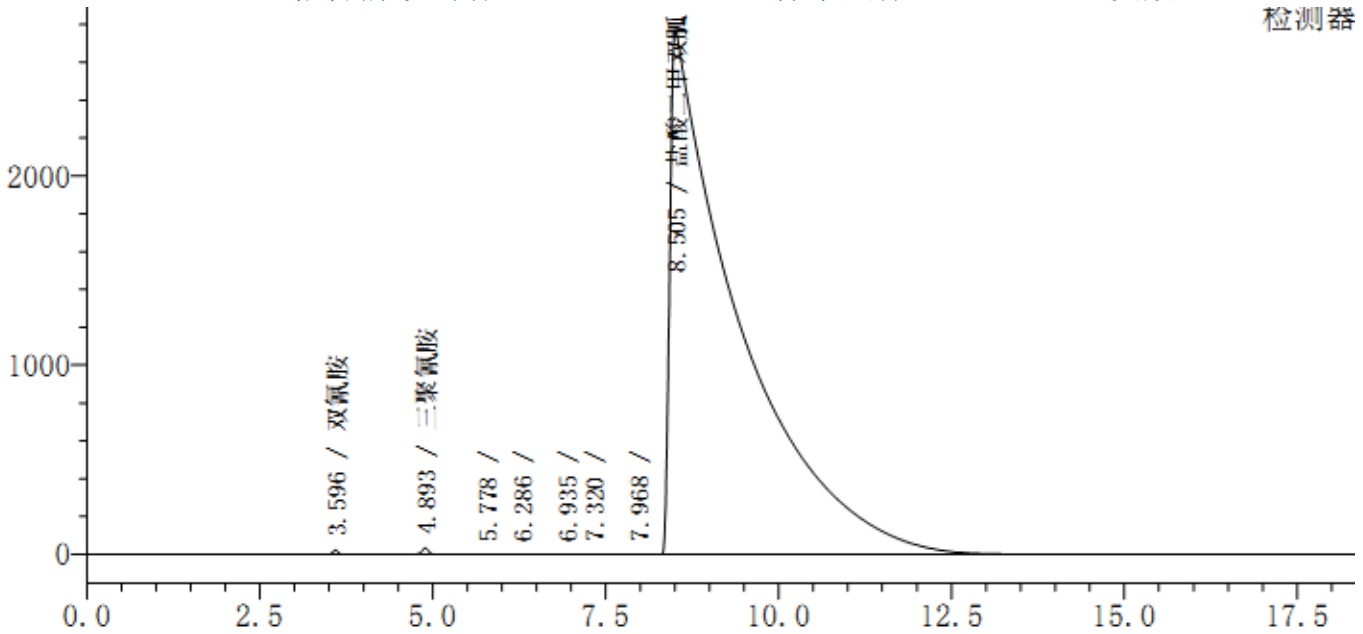
声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com



检测器A 218nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	3.596	双胍胺	125148	9964	0.929	--
2	4.893	三聚氰胺	224187	11733	0.902	7.989
3	5.778		1120	13402	0.933	4.656
4	6.286		3802	5237	--	1.854
5	6.935		3536	10030	--	2.079
6	7.320		2035	13273	--	1.452
7	7.968		2249	15468	0.839	2.537
8	8.505	盐酸二甲双胍	189298607	596	10.172	0.651
总计			189660685			

● 结论

二甲双胍与三聚氰胺分离度为 19.986, 大于 10.0, 所以色谱柱 Xtimate™ XB-SCX 4.6*250mm, 5µm 满足方法要求

● 检测方法

【检查】 有关物质 取本品,精密称定,加流动相溶解并

定量稀释制成每 1ml 中约含 5mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 200ml 量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液;另取双氰胺对照品,精密称定,加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.1mg 的溶液,精密量取适量,用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 1 μ g 的溶液,作为对照品溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)试验,用磺酸基阳离子交换键合硅胶为填充剂,以 1.7%磷酸二氢铵溶液(用磷酸调节 pH 值至 3.0)为流动相,检测波长为 218nm。取盐酸二甲双胍与三聚氰胺,加水溶解并稀释制成每 1ml 中含盐酸二甲双胍 0.25mg 与三聚氰胺 0.1mg 的溶液,取 1ml,用流动相稀释至 50ml,摇匀,取 10 μ l 注入液相色谱仪,记录色谱图,二甲双胍峰与三聚氰胺峰的分离度应大于 10.0。精密量取供试品溶液、对照溶液与对照品溶液各 10 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图至二甲双胍峰保留时间的 2 倍。供试品溶液的色谱图中如有与对照品溶液色谱图中双氰胺峰保留时间一致的峰,按外标法以峰面积计算,不得过 0.02%,其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 0.2 倍(0.1%),其他杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积(0.5%)。

报告签字

测试: 李良翔

日期: 2016-09-13

审核: 薛昆鹏

日期: 2016-09-13

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:浙江省金华市双林南街 168 号

Tel:400-808-6760

邮编:321000

E-mail: LiangxiangLi @welchmat.com