

测试报告

样品信息			
样品名称	2-(4-氨基甲基苯氧基)-N,N-二甲基乙胺	编号	W20210209-003
样品重量	/	剂型	粉末
收样日期	2021/02/09	测试期间	2021/02/25-03/22
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	客户方法	标样	杂质 7、杂质 13、杂质 17
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	WISys 5000 Agilent 1100

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	A(0.05mol/L 磷酸二氢钾(含 0.005mol 庚烷磺酸钠)用磷酸调节 pH 至 3.5): B (乙腈) =82:18
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃
流速:	1ml/min
进样量:	20 μL
注意事项:	

● 流动相配置:

流动相 A: 精密称定磷酸二氢钾 6.8045g, 庚烷磺酸钠 1.01120g, 加超纯水 900mL 溶解, 使用磷酸调节 pH 至 3.5, 加超纯水定溶至 1000mL, 混匀, 经 0.45μm 滤膜抽滤, 即得。



流动相 B（乙腈）：取适量色谱纯乙腈，经 0.45 μ m 滤膜抽滤，即得。

● 样品溶液的配制：

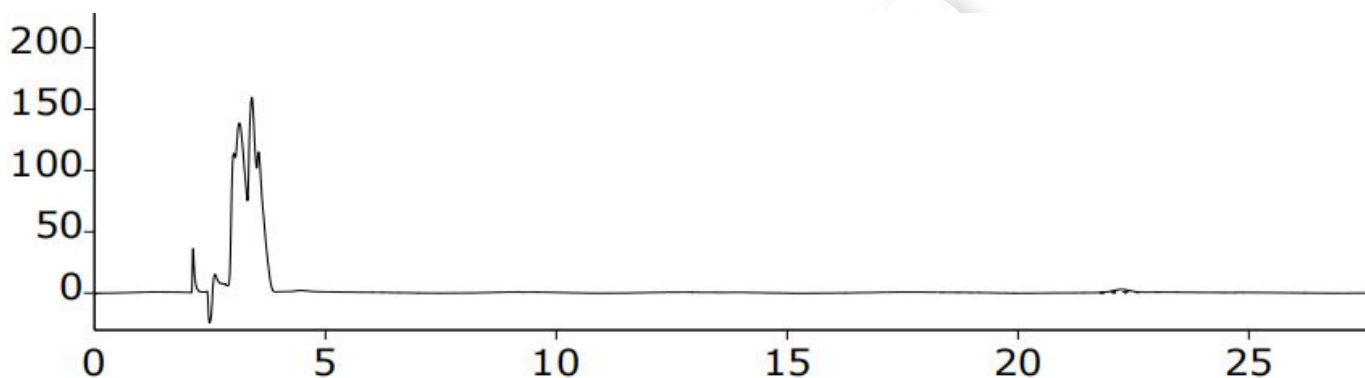
样品溶液：精密称取本品 0.0204g，置于 20 mL 容量瓶，加流动相溶解并稀释至刻度，混匀，即得。

对照品、杂质 7、杂质 13、杂质 17：客户提供，直接取用。

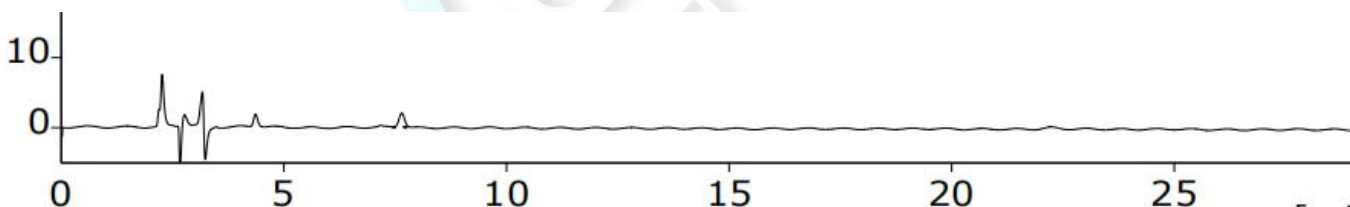
● 谱图和数据

1. 使用仪器：Wisys 5000 月旭 Ultimate® XB-C18（4.6 $\times$ 250mm，5 μ m）

(1) 对照品

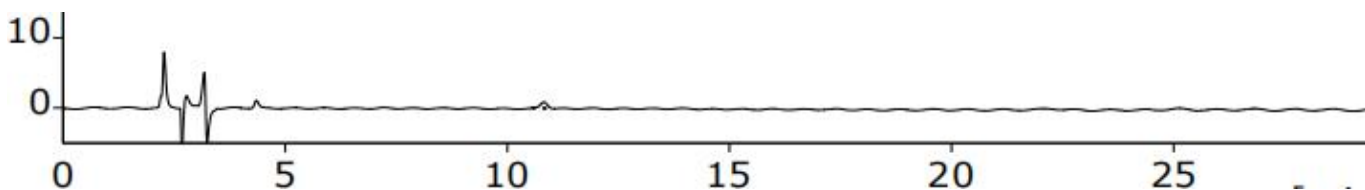


(2) 杂质 7



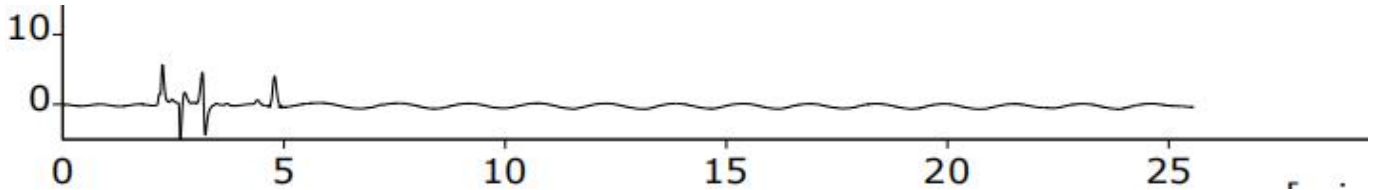
	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	7.647	17.583	2.011	16928		1.018
	合计	17.583	2.011			

(3) 杂质 13



	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	10.825	9.648	0.865	20413		0.869
	合计	9.648	0.865			

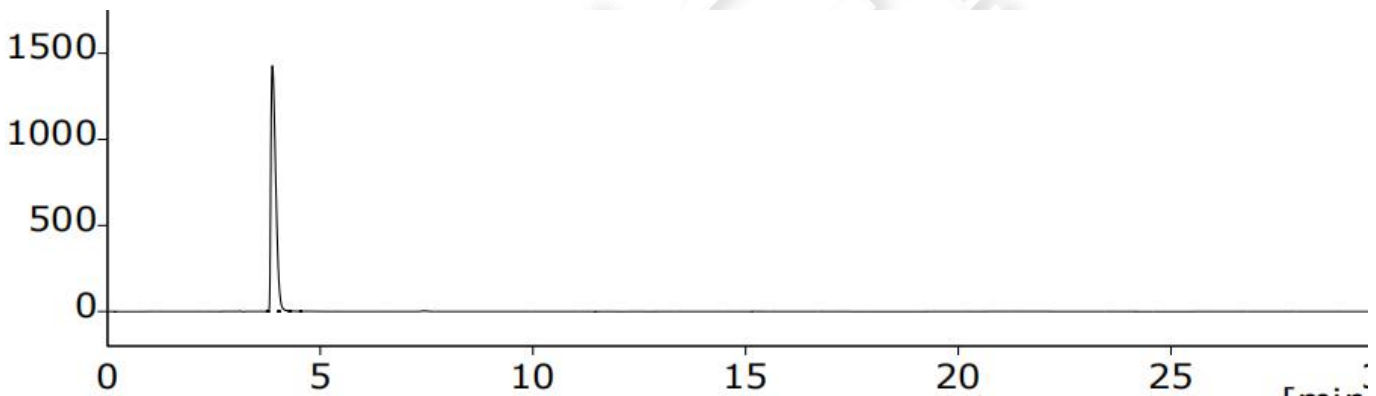
(4) 杂质 17



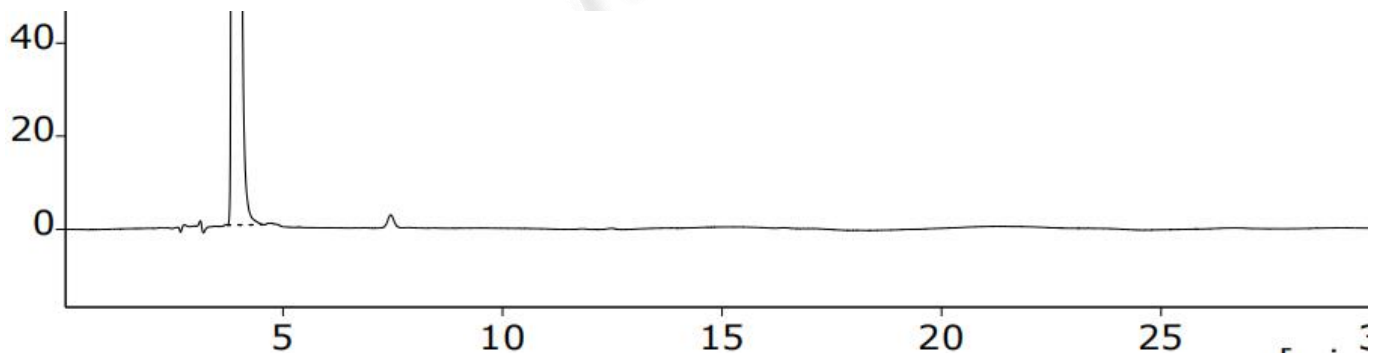
	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	4.785	27.716	4.343	12685		1.149
	合计	27.716	4.343			

(5) 供试品

5.1 满量程图



5.2 局部放大图



	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	3.875	11358.564	1426.846	5185		1.913
	合计	11358.564	1426.846			

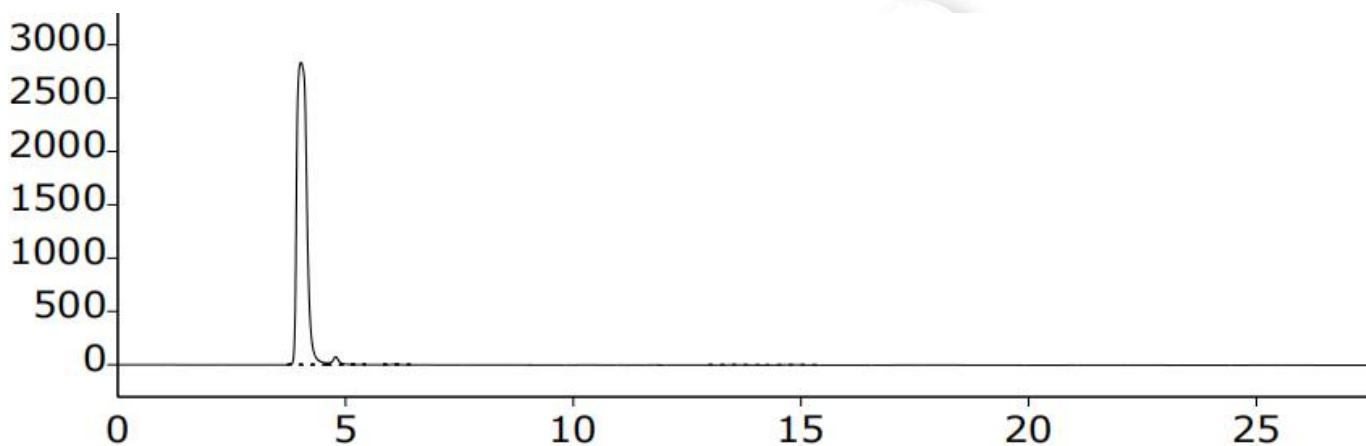
● 结论

使用月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

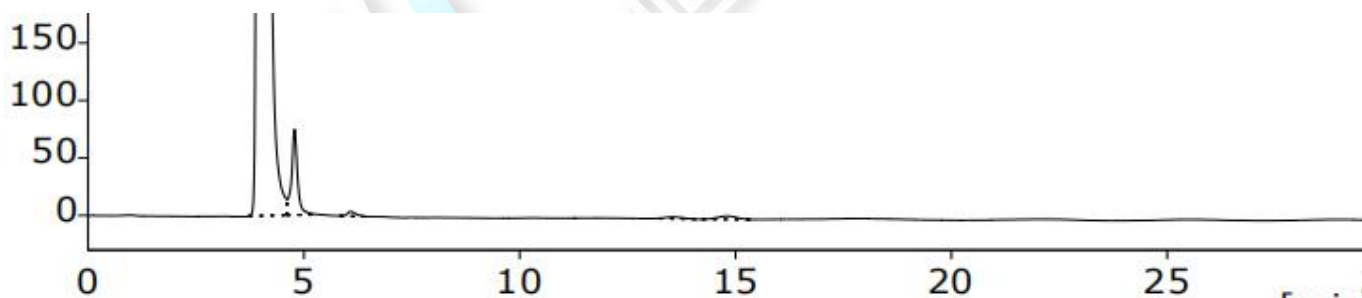
2. 使用仪器: Wisys 5000 月旭 Ultimate® XB-NH2 (4.6×250mm, 5μm)

(1) 供试品

2.1 满量程图



2.1 局部放大图



	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	4.020	42956.744	2833.904	1533		1.390
2	4.782	740.098	74.810	7895	2.440	1.157
3	6.082	51.346	3.920	5389	4.769	1.517
4	13.567	49.587	1.656	4305	12.957	0.978
5	14.805	87.342	2.872	5198	1.506	1.010
	合计	43885.117	2917.162			



● 结论

使用月旭 Ultimate®XB-NH2 (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	乙腈/0.1%磷酸溶液=90/10
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃
流速:	1ml/min
进样量:	20 μL
注意事项:	/

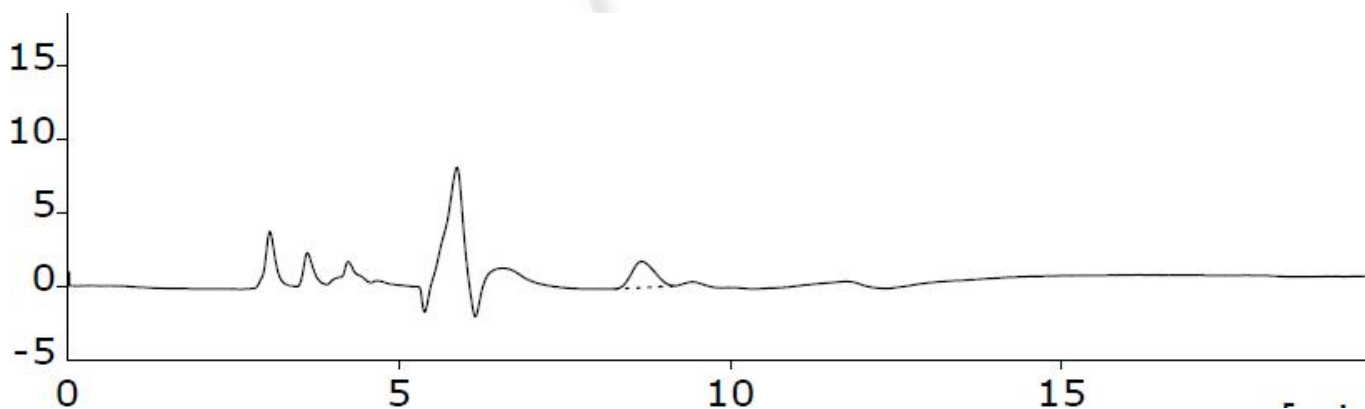
● 流动相配置:

取 100 mL 量筒量取超纯水约 90 mL, 移取磷酸 100 μL 加入量筒, 加超纯水至刻度, 得到 0.1% 磷酸溶液 100 mL, 量取色谱纯乙腈 900 mL, 与 100 mL 的 0.1%磷酸溶液混匀, 经 0.45μm 滤膜抽滤, 即得。

● 谱图和数据

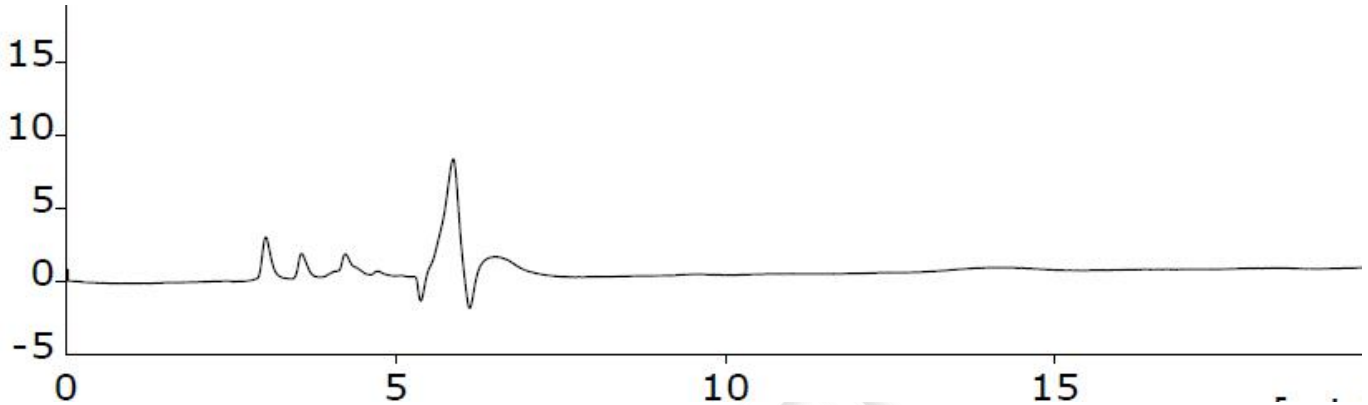
1. 使用仪器: Wisys 5000 月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6×250mm, 5μm)

(1)杂质 7

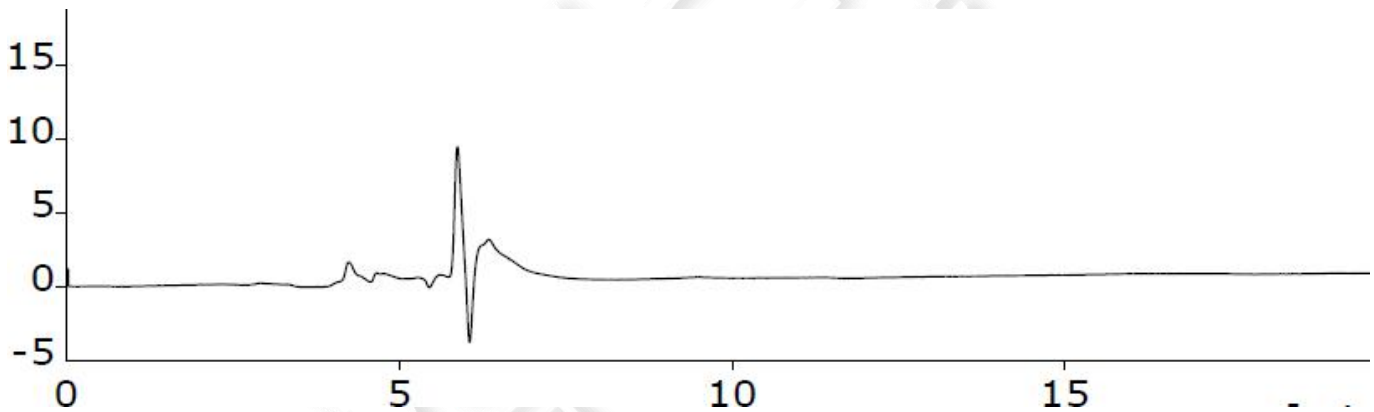


	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	8.652	42.649	1.789	100.0	2658		1.204
	合计	42.649	1.789	100.0			

(2) 杂质 17



(3) 供试品



● 结论

使用月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求, 供试品溶液与杂质 17 的单标未出峰。

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	乙腈/0.1%磷酸溶液=80/20
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃



流速:	1ml/min
进样量:	20 μ L
注意事项:	/

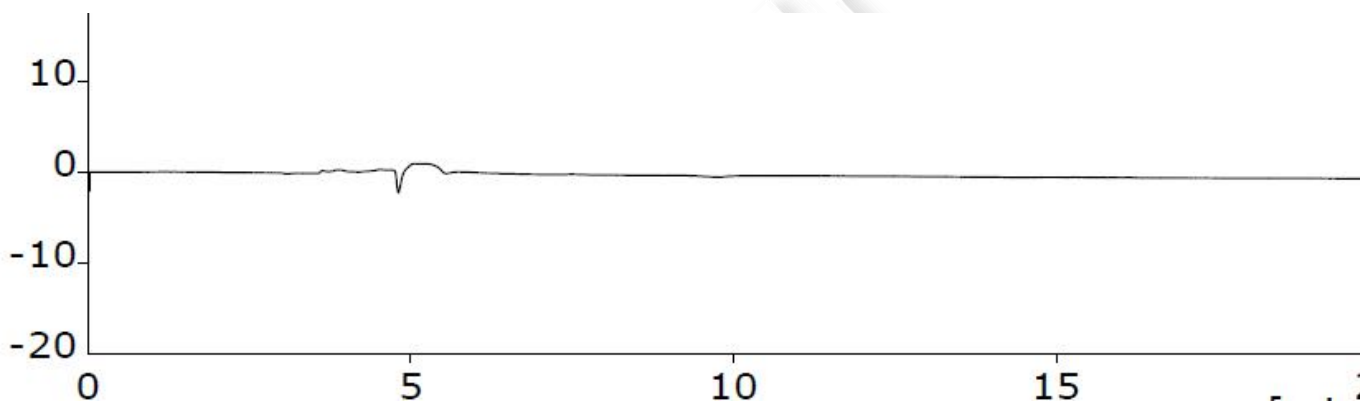
● 流动相配置:

取 250 mL 量筒量取超纯水约 180 mL, 移取磷酸 200 μ L 加入量筒, 加超纯水至刻度, 得到 0.1% 磷酸溶液 200 mL, 量取色谱纯乙腈 800 mL, 与 200 mL 的 0.1%磷酸溶液混匀, 经 0.45 μ m 滤膜抽滤, 即得。

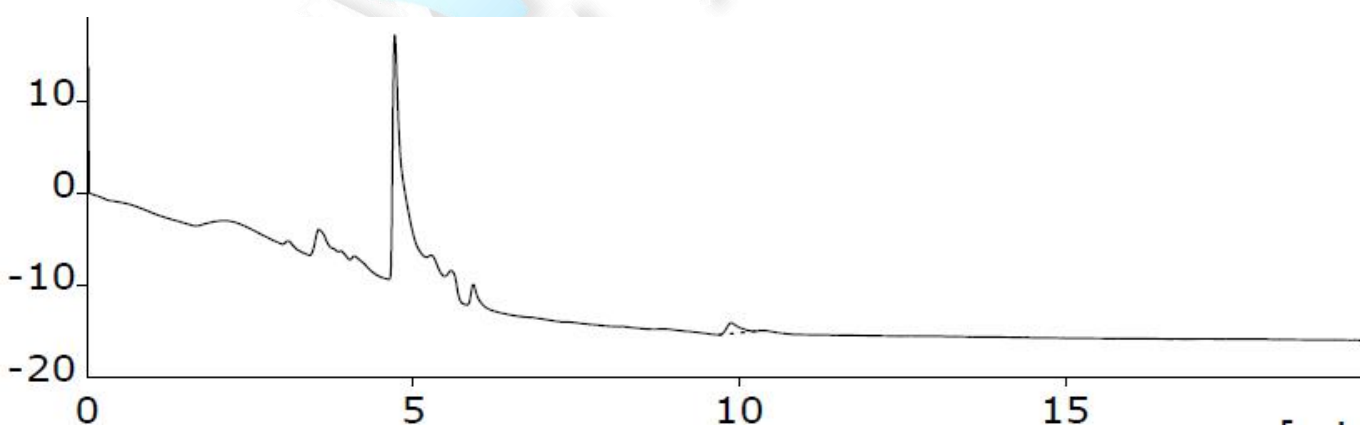
● 谱图和数据

1. 使用仪器: Wisys 5000 月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6 $\times$ 250mm, 5 μ m)

(1)流动相



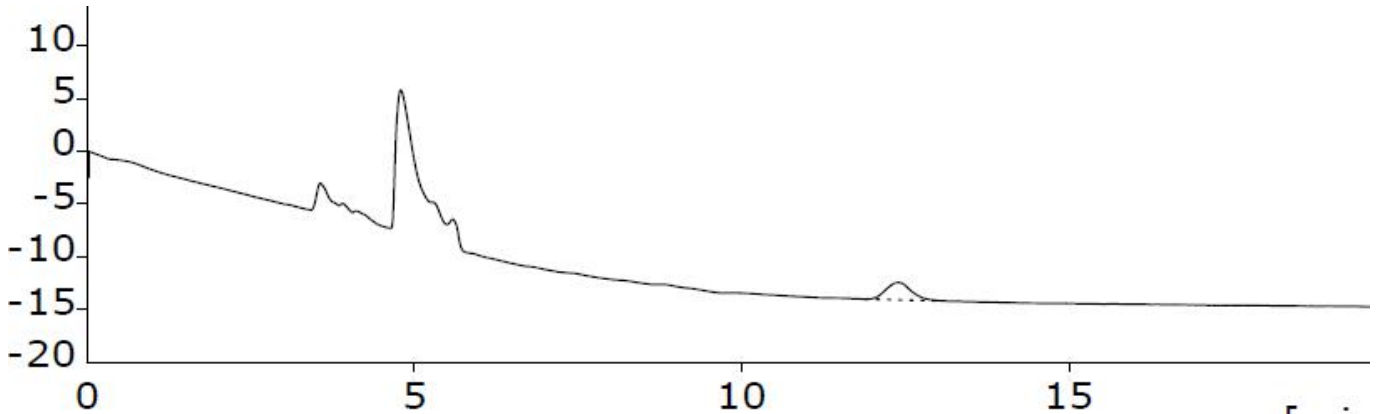
(2) 杂质 7



	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	9.873	15.677	1.175	100.0	10668		1.651
	合计	15.677	1.175	100.0			

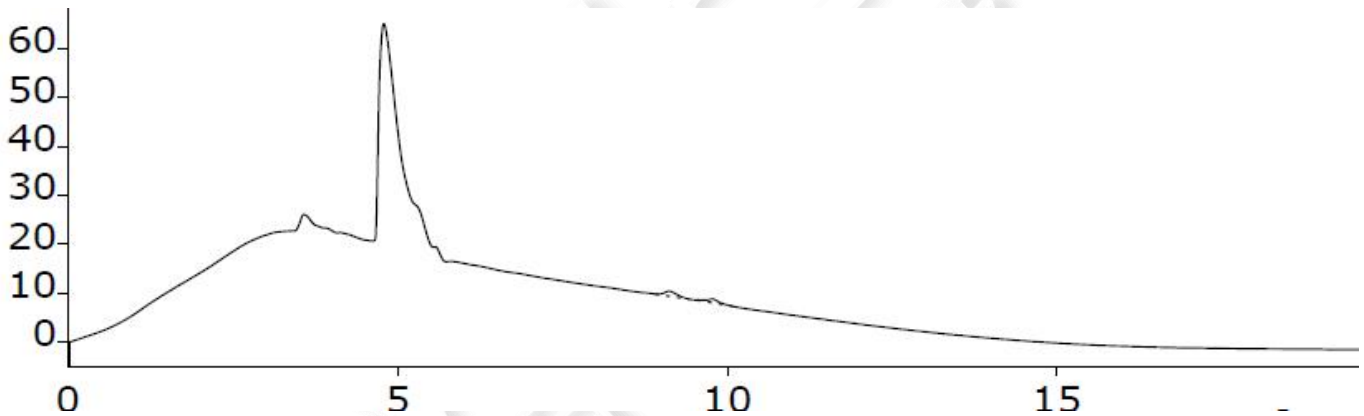


(3) 杂质 17



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	12.392	44.497	1.665	100.0	4861		1.132
	合计	44.497	1.665	100.0			

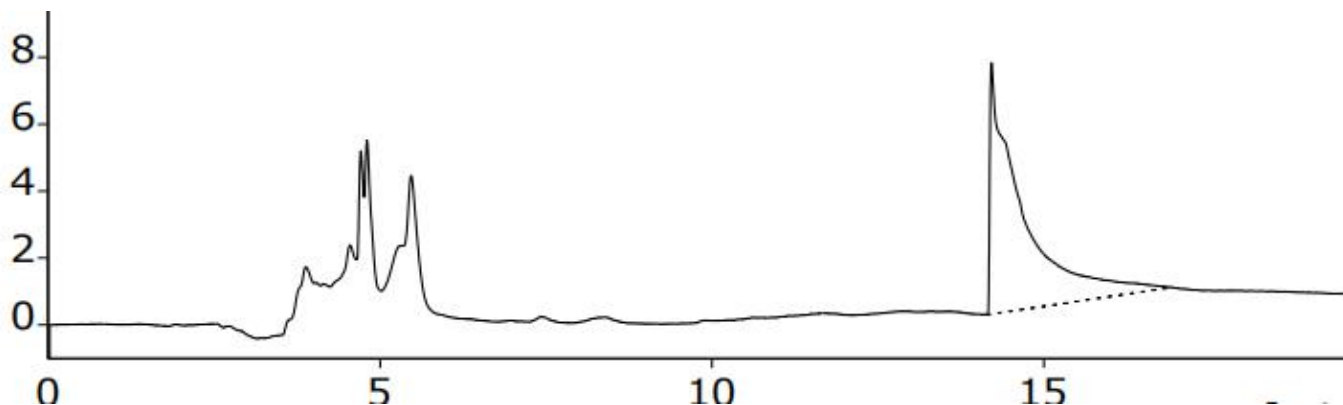
(4) 杂质 13



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	9.117	13.939	1.020	58.0	10441		1.300
2	9.773	10.082	0.803	42.0	6081	1.534	1.126
	合计	24.021	1.823	100.0			

(5) 供试品





	保留时间 [min]	峰面积 [mV. s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th. pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	14.210	252.084	7.508	100.0	6992		22.185
	合计	252.084	7.508	100.0			

● 结论

使用月旭 Ultimate® HILIC-Amide (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	超纯水
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃
流速:	1ml/min
进样量:	20 μL
注意事项:	/

● 流动相配置:

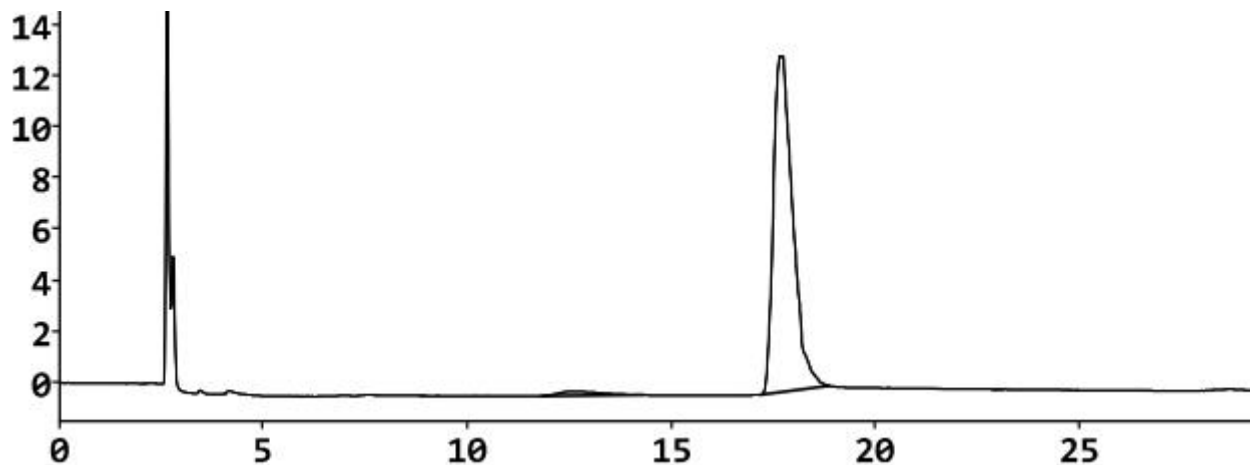
取适量超纯水经 0.45μm 滤膜过滤, 即得。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: Agilent 1100 月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)

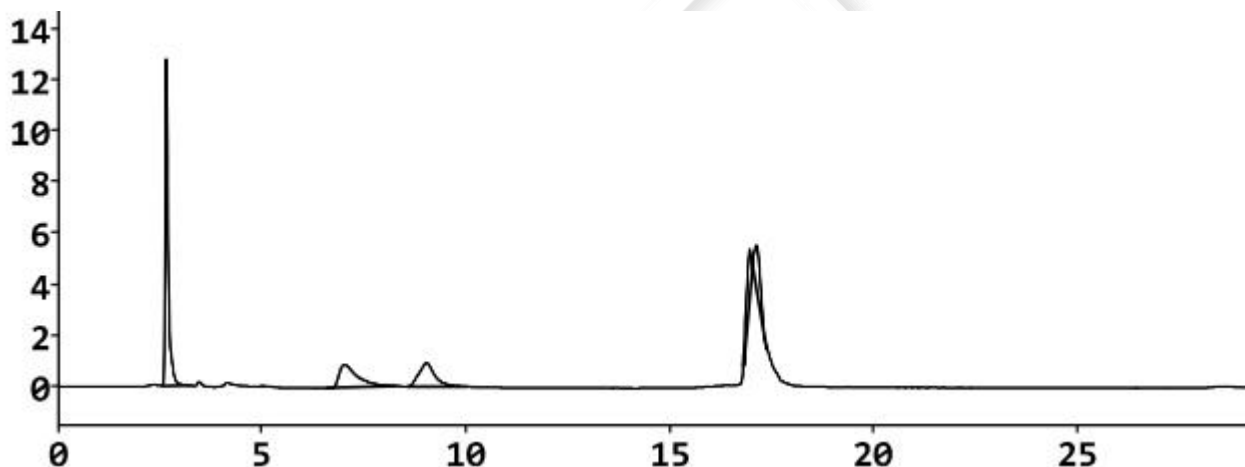
(1) 杂质 7





保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
12.561	11.90	0.17	673.60657		1.89780
17.648	431.83	13.15	6751.61988	3.63975	1.74248
总和	443.73				

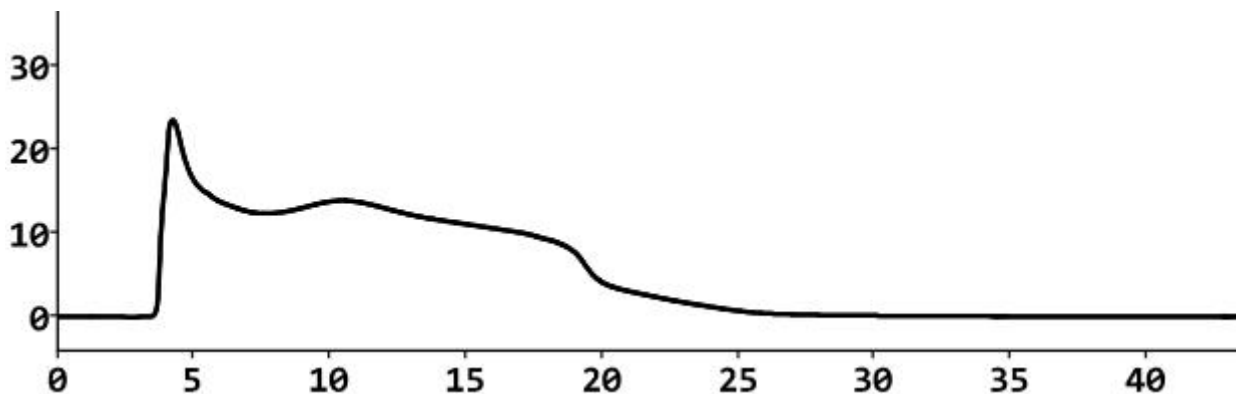
(2) 杂质 17



保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
2.638	64.44	12.83	8458.67935		1.98695
7.013	28.38	0.90	1422.38522	10.18561	3.02597
9.018	25.15	0.93	2591.78001	2.76032	1.32118
16.938	18.14	2.00	91197.03003	16.98130	0.93478
17.106	17.37	1.73	61598.55029	0.67936	1.00551
总和	153.47				

(3) 供试品





● 结论

使用月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	超纯水 (加三乙胺调 pH=7.5)
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃
流速:	1ml/min
进样量:	20 μL
注意事项:	/

● 流动相配置:

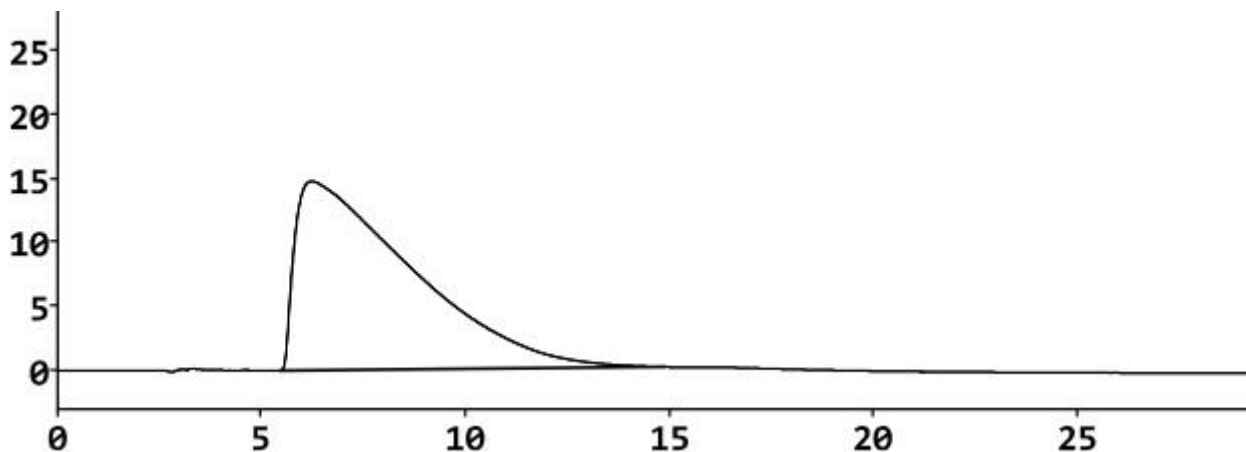
取适量超纯水, 加三乙胺调 pH=7.5, 经 0.45μm 滤膜过滤, 即得。

● 谱图和数据

1. 使用仪器: Agilent 1100 月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)

(1) 供试品





保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
6.233	2965.19	14.80	19.22857		5.40263
总和	2965.19				

● 结论

使用月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)
流动相:	0.05mol/L 磷酸二氢钾 (含 0.005mol/L 庚烷磺酸钠, 用磷酸调 pH=3.5)
检测波长:	226 nm
柱温:	30℃
流速:	1ml/min
进样量:	20 μL
注意事项:	/

● 流动相配置:

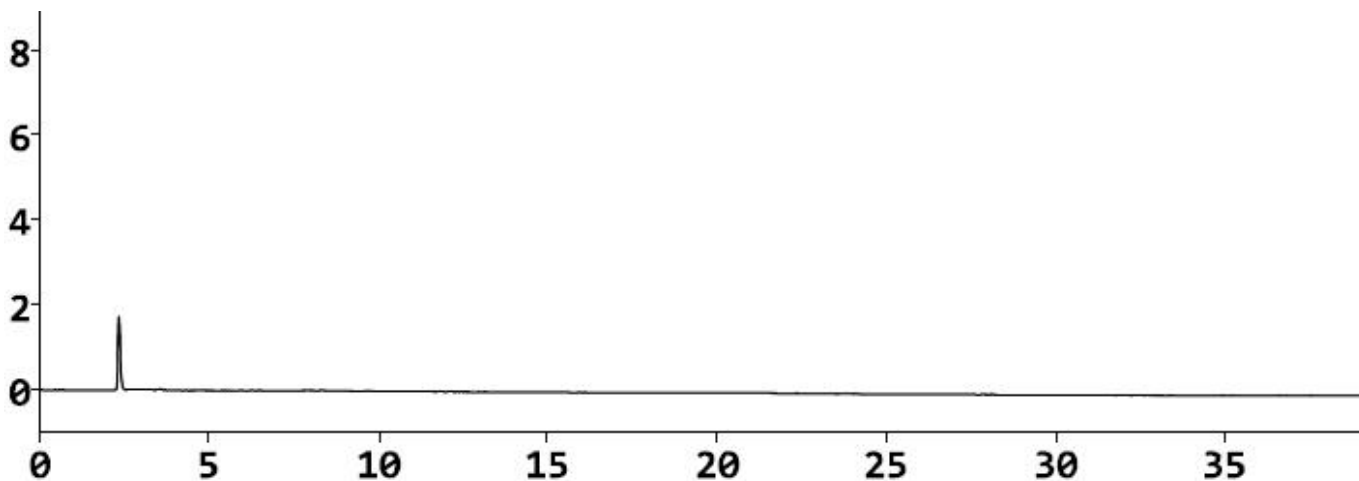
分别称取磷酸二氢钾 6.8045g、庚烷磺酸钠 1.0118g, 溶于 1000mL 超纯水中, 混匀, 用磷酸调节 pH=3.5, 经 0.45μm 滤膜过滤, 即得。

● 谱图和数据

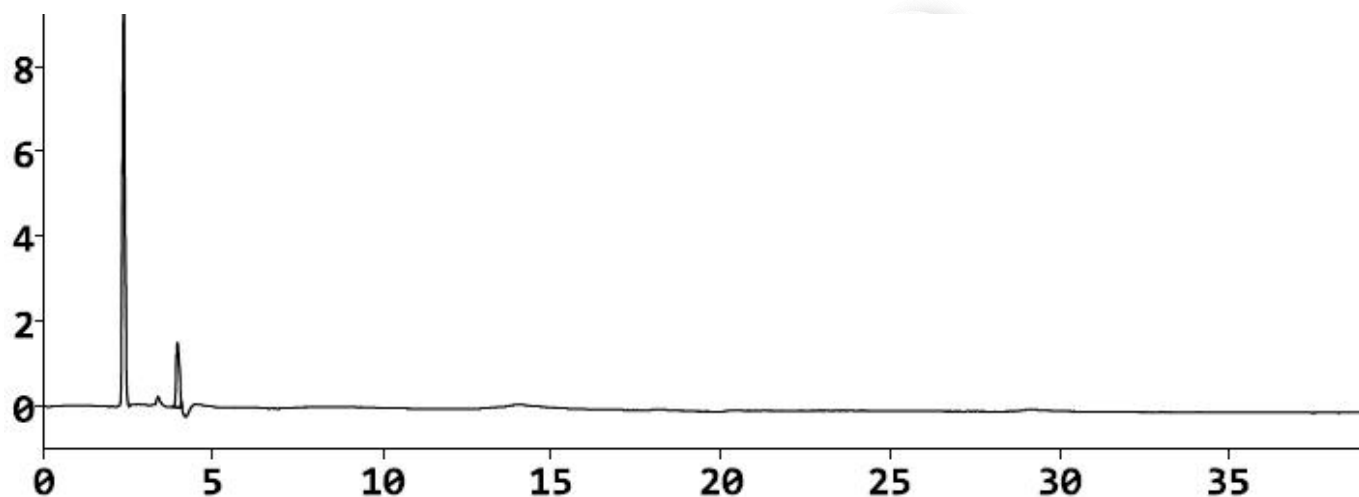
1. 使用仪器: Agilent 1100 月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm)

(1) 空白



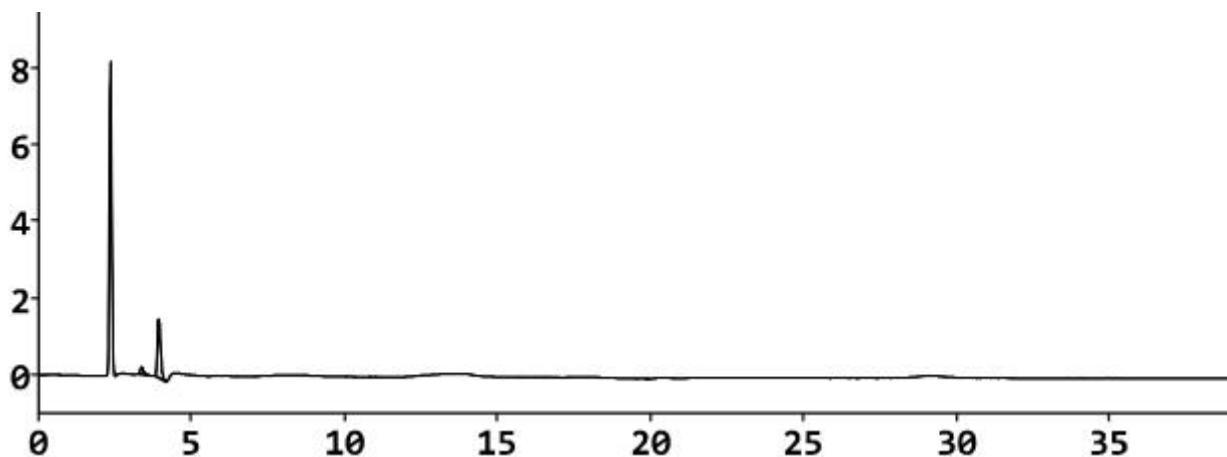


(2) 杂质 7



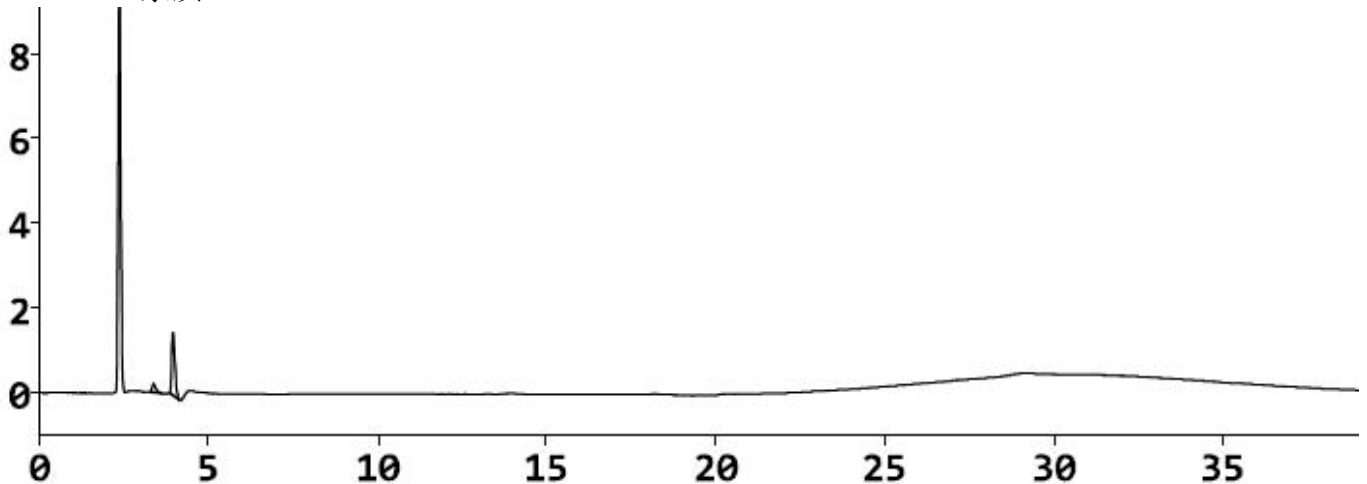
保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
3.935	10.47	1.53	7532.15270		1.20028
总和	10.47				

(3) 杂质 17



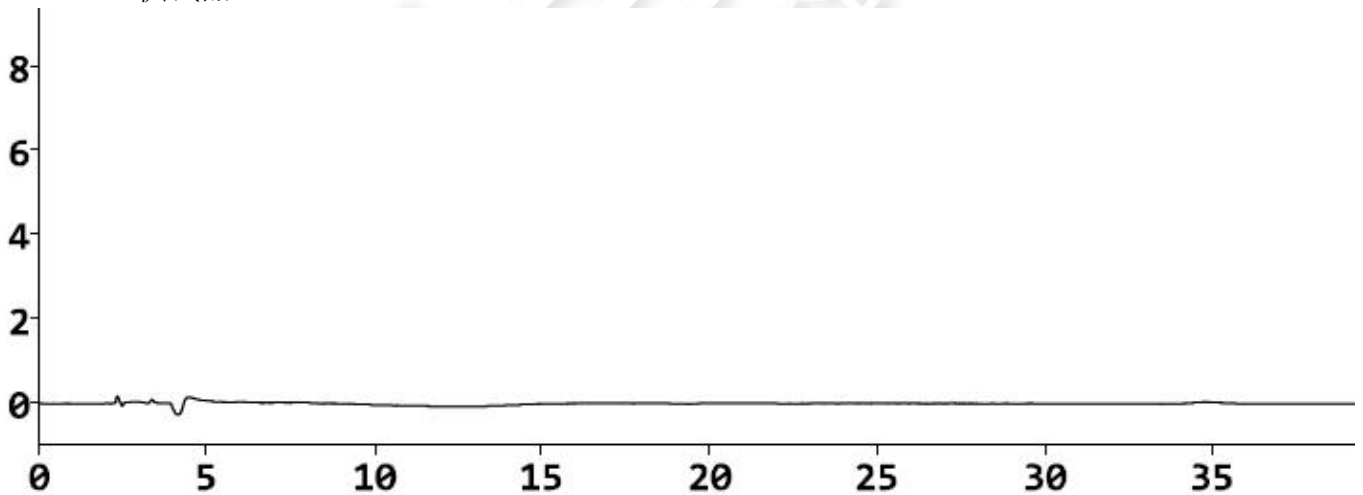
保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
3.355	1.51	0.21	4843.24811		1.49771
3.917	11.32	1.54	7040.62446	2.96725	1.25452
总和	12.82				

(4) 杂质 13



保留时间 [min]	峰面积	高度	峰 理论塔板数 USP	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子
3.354	1.55	0.21	4809.34951		1.53998
3.932	10.15	1.50	8090.99660	3.13669	1.20446
总和	11.70				

(5) 供试品



● 结论

使用月旭 Ultimate® Polar-RP (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 检测结果不符合要求。

报告签字

测试: 陈艳芝 李静涛

日期: 2021/03/12

审核: 陈再洁

日期: 2020/03/12

