

测试报告

样品信息			
样品名称	克霉唑片	编号	W20150420-001
样品重量	\	剂型	片剂
收样日期	2015/04/20	测试期间	2015/04/20-04/20
样品描述	片剂		
测试需求			
测试成分	含量测定		
参考标准			
参考标准	2015 版药典征求意见稿	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 Ultimate® XB-C18 (4.6*150mm, 5 μm)
流动相:	甲醇-缓冲液 (70:30) 用 10%磷酸调 PH=5.70
检测波长:	215nm
柱温:	30℃
流速:	1.0ml/min
进样量:	10μl
注意事项:	本实验柱温为 30℃, 流动相甲醇与缓冲液混合均匀后再调 PH=5.70

● 流动相配置:

缓冲液: 0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液

甲醇-缓冲液 (70:30) 用 10%磷酸调 PH=5.70

● 样品溶液的配置:

空白溶液: 70%甲醇

供试品溶液: 取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取细粉适量 (约相当于克霉唑80mg), 置100ml容量瓶中, 加70%甲醇80ml, 超声20min使溶解, 超声处理2min, 然后强烈振摇5min使克霉唑溶解, 放冷至室温, 用70%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 过滤。精密移取5.0ml上述溶液至100ml容量瓶中, 加70%甲醇稀释至刻度, 摇匀, 即得。

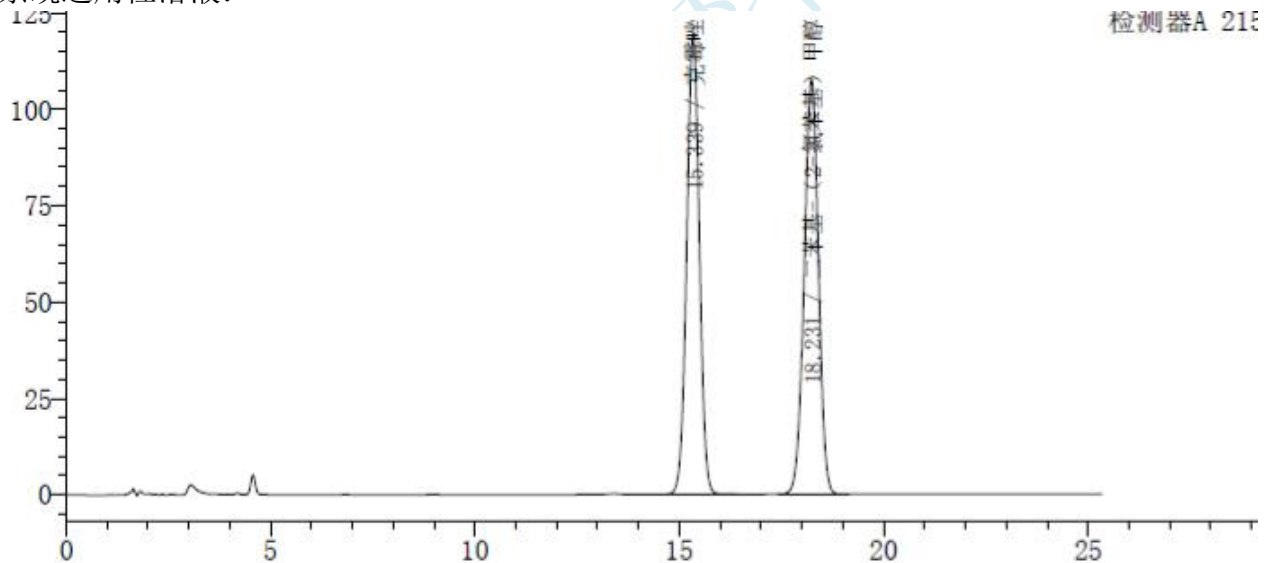
对照溶液: 精密称取克霉唑对照品适量, 加70%甲醇溶解稀释至每1ml中含0.04mg的溶液。

系统适用性溶液: 精密称取克霉唑与二苯基-(2-氯苯基)甲醇适量, 加70%甲醇溶解并稀释制成每1ml中分别含0.04mg和0.03mg的溶液。

● 谱图和数据:

1. 月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6*150mm, 5 μm)

系统适用性溶液:



<峰表>

检测器A 215nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)
1	15.339	克霉唑	2570040	119767	11637	--
2	18.231	二苯基-(2-氯苯基)甲醇	2591785	107654	13023	4.789
总计			5161825	227421		

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。

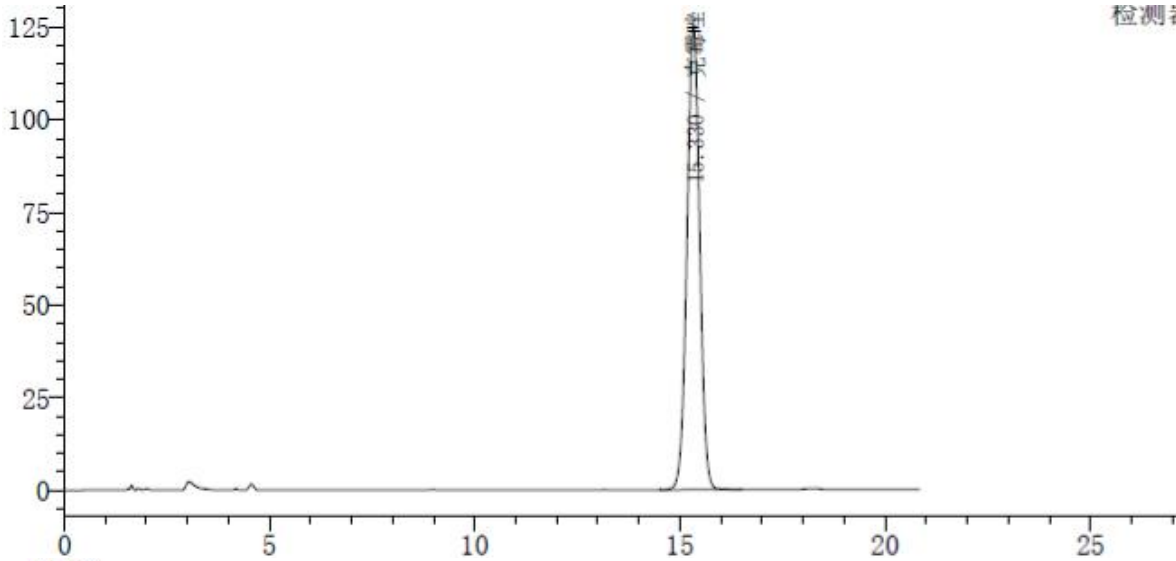
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

对照溶液:



<峰表>

检测器A 215nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	理论塔板数(USP)	分离度(USP)
1	15.330	克霉唑	2693682	125397	11600	--
总计			2693682	125397		

● 结论

征求意见稿要求	克霉唑理论塔板数 ($N \geq 4000$)	克霉唑与二苯基-(2-氯苯基)甲 醇分离度 ($R > 2.0$)	是否符合要 求
色谱柱 (XB-C18)	11637	4.789	符合

● 检测方法

【含量测定】照高效液相色谱法 (中国药典 2010 年版二部附录 V D) 测定。

色谱条件与系统适用性试验 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以甲醇-0.05mol/L 磷酸二氢钾溶液 (70:30) (用 10%磷酸调节 pH 值至 5.7~5.8) 为流动相; 检测波长为 215nm。取克霉唑和二苯基-(2-氯苯基)甲醇适量, 加 70%甲醇溶液溶解并稀释制成每 1ml 中分别含 0.04mg 和 0.03mg 的溶液, 取 10 μ l, 注入液相色谱仪, 理论板数按克霉唑峰计算不低于 4000, 克霉唑峰与二苯基-(2-氯苯基)甲醇峰的分离度应大于 2.0。

测定法 取本品 20 片, 精密称定, 研细, 精密称取适量(约相当于克霉唑 80mg), 置 100ml 量瓶中, 加 70%甲醇溶液 80ml, 超声处理 2 分钟, 然后强烈振摇 5 分钟使克霉唑溶解, 放冷至室温, 用 70%甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 5ml, 置 100ml 量瓶中, 用 70%甲醇溶液稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 10 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取克霉唑对照品适量, 精密称定, 加 70%甲醇溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 0.04mg 的溶液, 同法测定。按外标法以峰面积计算, 即得。

报告签字

测试: 李良翔

日期: 2015-04-20

审核: 薛昆鹏

日期: 2015-04-20

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:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com