

测试报告

样品信息			
样品名称	阿奇霉素	编号	W20160622-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2016/06/22	测试期间	2016/06/22-08/04
样品描述	\		
测试需求			
测试成分	有关物质系统适用性, 含测系统适用性		
参考标准			
参考标准	2015 版药典二部 558P	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	

● 色谱条件:

有关物质方法:

色谱柱:	月旭 Ultimate® AQ-C18, 5μm, 4.6×250mm
流动相:	流动相 A: 缓冲液/乙腈=45/55 流动相 B: 甲醇
检测波长:	210nm
柱温:	30℃
流速:	1.1ml/min
进样量:	50μl
注意事项:	

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● **流动相配置:**

缓冲液: 取0.05mol/L磷酸氢二钾溶液, 用20%的磷酸溶液调节pH值至8.20.

稀释液: 磷酸二氢铵溶液 (称取磷酸二氢铵1.73g, 加水溶解并稀释至1000ml, 用氨试液调节pH值至10.0±0.05)-甲醇-乙腈 (7: 7:6)

流动相A: 缓冲液/乙腈=45/55 (备注: 缓冲液与乙腈分别过滤后再进行混合超声5min)

流动相B: 甲醇

运行梯度:

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	75	25
35	95	5
64	95	5
65	75	25
71	75	25

含量测定色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® AQ-C18, 5 μ m, 4.6 \times 250mm
流动相:	缓冲液 (取 0.05mol/L 磷酸氢二钾溶液, 用 20%的磷酸溶液调节 pH 值至 8.20) / 乙腈=45/55
检测波长:	210nm
柱温:	30 $^{\circ}$ C
流速:	1.0ml/min
进样量:	50 μ l
注意事项:	

试剂名称	磷酸二氢铵	磷酸氢二钾	磷酸	甲醇	乙腈
试剂厂商	阿拉丁	国药集体	阿拉丁	斯百全	斯百全
试剂纯度	分析纯 (AR)	分析纯 (AR)	优级纯 (GR)	色谱纯 (HPLC)	色谱纯 (HPLC)

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

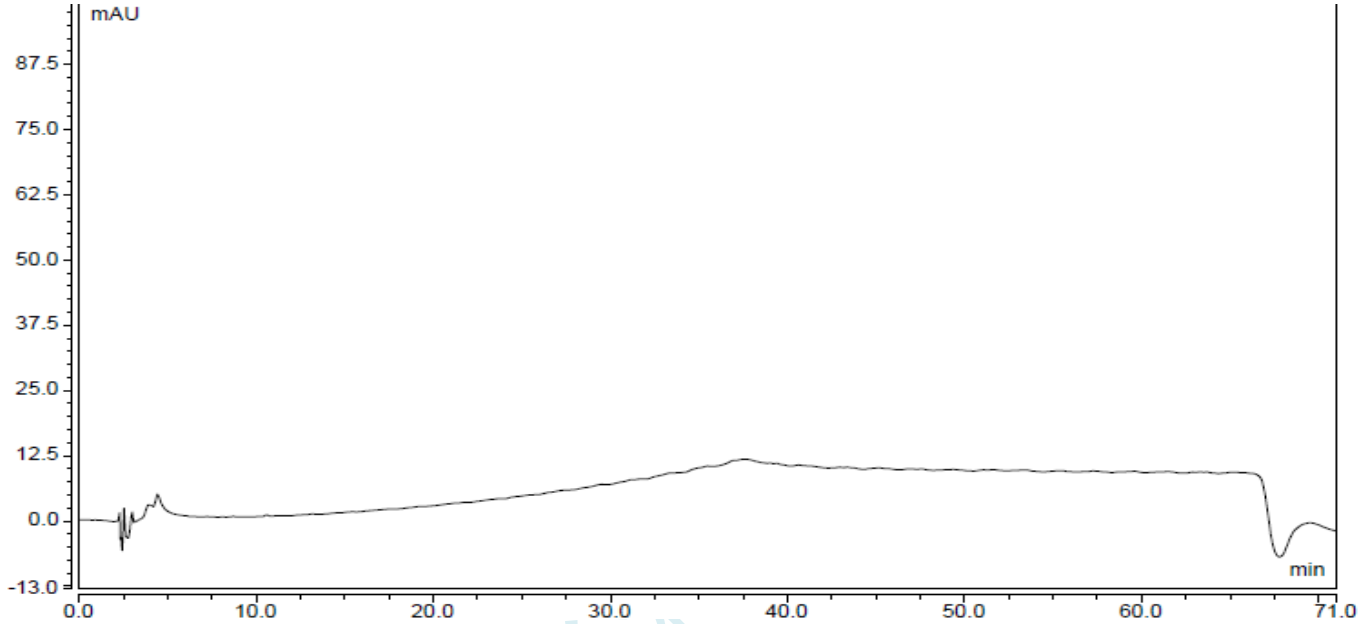
E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● 样品溶液的配制:

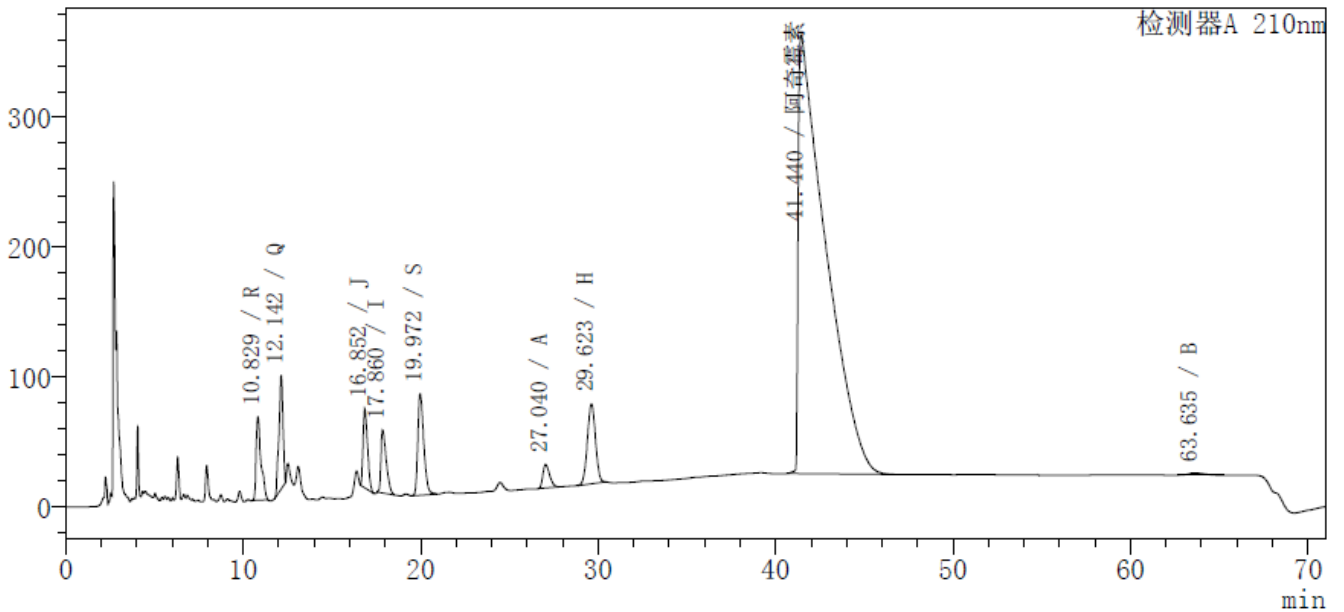
系统适用性溶液: 精密称取阿奇霉素系统适用性对照品适量, 加稀释液溶解稀释至每 1ml 中含 10mg 的溶液。

● 谱图和数据:

1. 空白:



2. 岛津-20A, 系统适用性溶液



放大图:

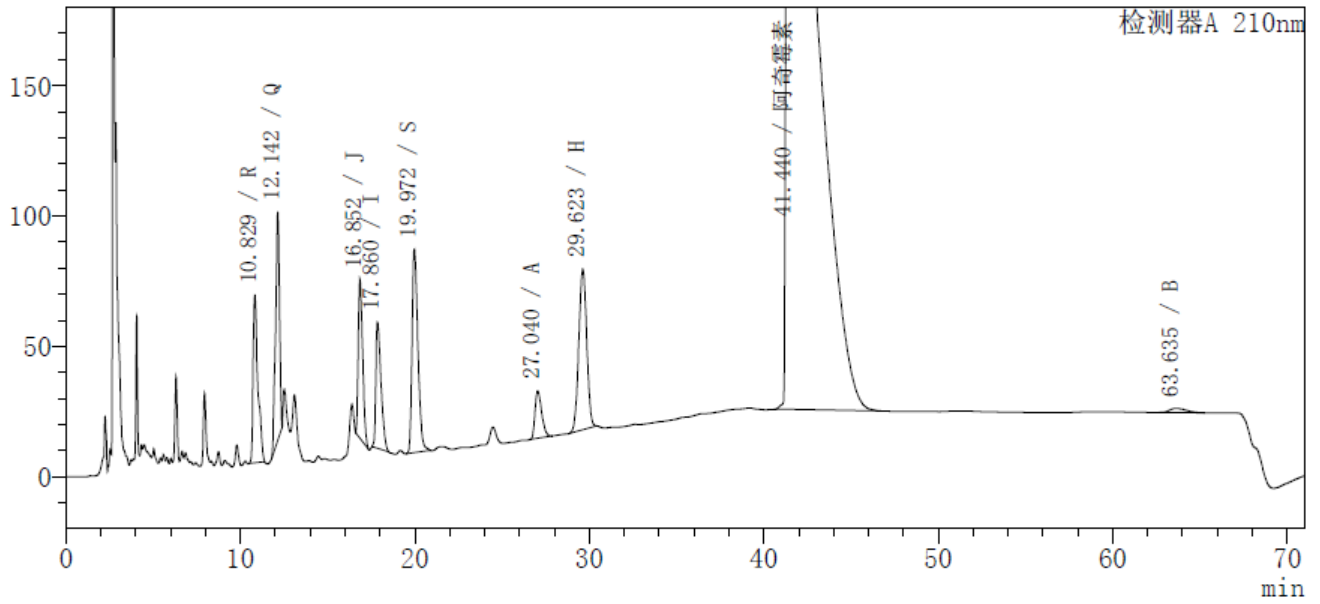
声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

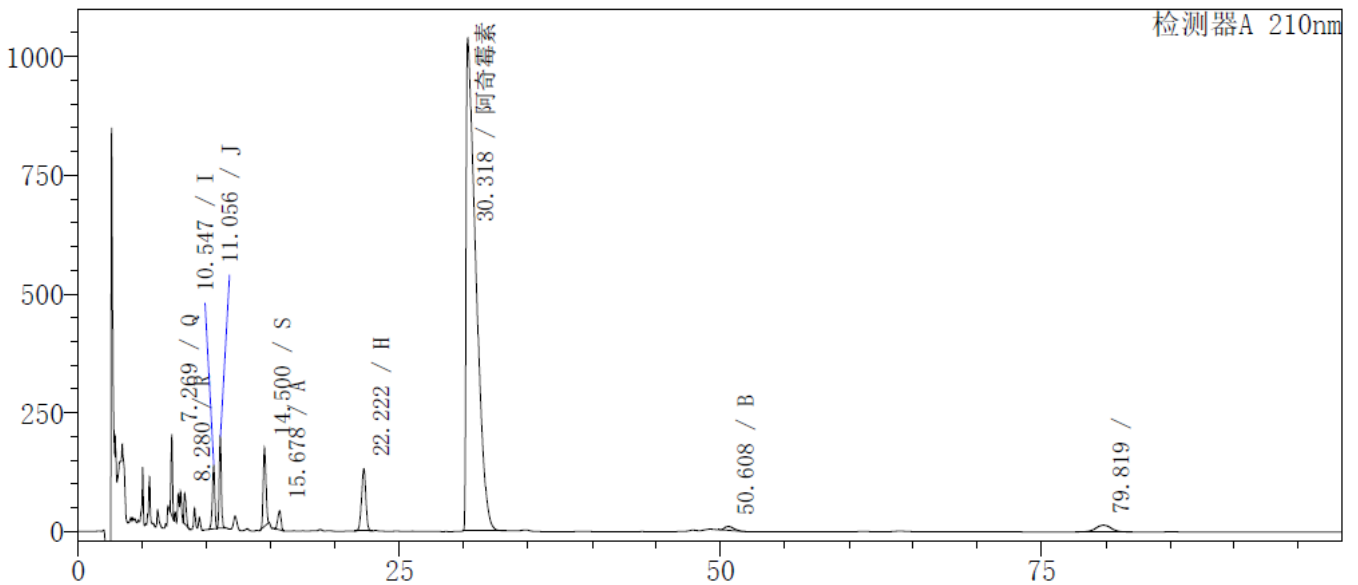


〈峰表〉

检测器A 210nm

峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	R	10.829	1227738	64317	9362	1.655	--
2	Q	12.142	1387055	87656	13509	0.877	3.034
3	J	16.852	1073118	61131	19978	1.450	10.527
4	I	17.860	1005896	48377	16535	1.729	1.953
5	S	19.972	1818153	77993	16989	1.406	3.616
6	A	27.040	481234	18187	23581	1.401	10.730
7	H	29.623	1950746	61713	19833	1.013	3.343
8	阿奇霉素	41.440	36152989	337731	3253	7.050	6.306
9	B	63.635	100533	1636	24434	1.335	9.789
总计			45197462	758740			

含量测定方法:



放大图:

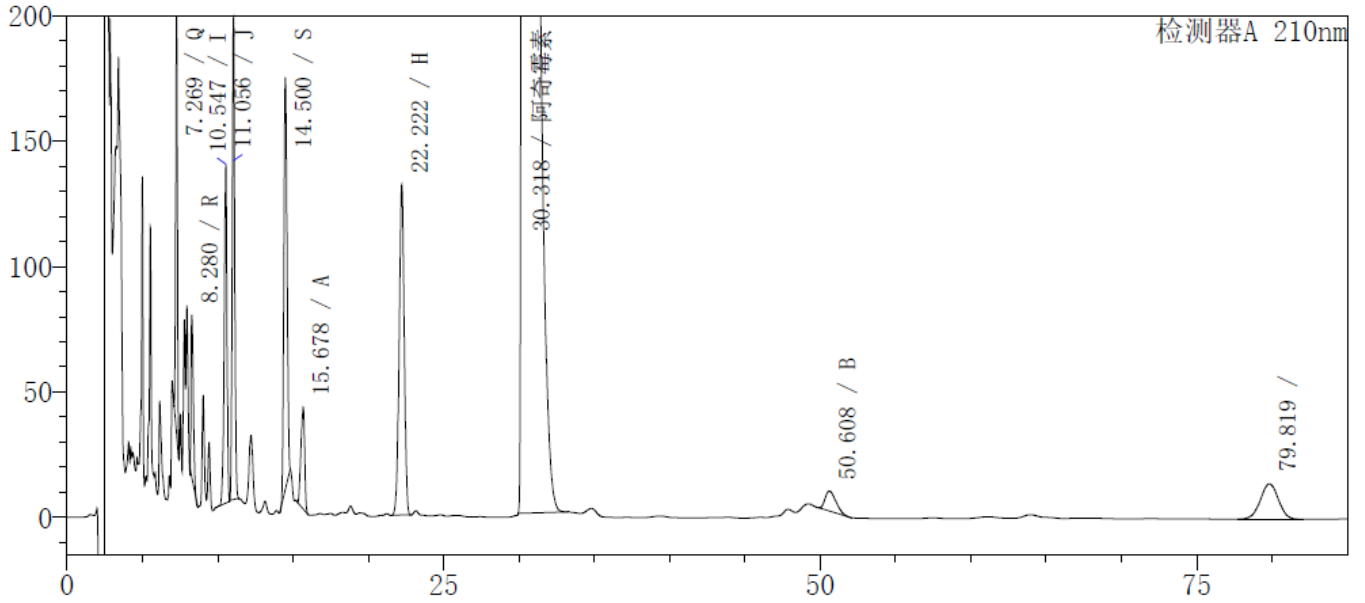
声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com



检测器A 210nm

峰号	化合物名	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	Q	7.269	1284455	171358	18747	1.021	--
2	R	8.280	676125	64579	12837	1.829	4.005
3	I	10.547	1723944	135172	15331	0.830	7.161
4	J	11.056	2191552	192500	20572	1.035	1.568
5	S	14.500	2402246	163944	21123	1.072	9.738
6	A	15.678	688845	40538	17694	0.865	2.706
7	H	22.222	3076902	131726	20453	0.972	11.976
8	阿奇霉素	30.318	54715973	1037401	6522	3.759	7.626
9	B	50.608	403327	8022	22029	1.356	14.161
10		79.819	1185563	14191	20790	0.995	16.327
总计			68348931	1959430			

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

● 检测方法

有关物质 临用新制或使用低温进样器。精密称取本品适量,加稀释液[磷酸二氢铵溶液(称取磷酸二氢铵 1.73g,加水溶解并稀释至 1000ml,用氨试液调节 pH 值至 10.0 ± 0.05)-甲醇-乙腈(7:7:6)]溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为供试品溶液;精密量取 1ml,置 200ml 量瓶中,用上述稀释液稀释至刻度,摇匀,作为对照溶液。照高效液相色谱法(通则 0512)测定,用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;流动相 A 为磷酸盐缓冲液(取 0.05mol/L 磷酸氢二钾溶液,用 20% 的磷酸溶液调节 pH 值至 8.2)-乙腈(45:55),流动相 B 为甲醇,柱温为 30℃(必要时适当调整);按下表进行线性梯度洗脱;流速为每分钟 1.0ml,检测波长为 210nm。取杂质 S 和杂质 A 对照品各适量,加上上述稀释液溶解并稀释制成每 1ml 中各约含 0.05mg 的溶液,作为杂质 S 和杂质 A 对照品溶液;另取阿奇霉素系统适用性对照品(含杂质 R、杂质 Q、杂质 J、杂质 I、杂质 H、阿奇霉素和杂质 B)适量,加上上述对照品溶液溶解并稀释制成每 1ml 中约含 10mg 的溶液,作为系统适用性溶液;精密量取对照溶液 10ml,置 50ml 量瓶中,用稀释液稀释至刻度,摇匀,作为灵敏度溶液,取系统适用性溶液和灵敏度溶液各 50 μ l,分别注入液相色谱仪,灵敏度溶液主成分峰峰高的信噪比应大于 10,系统适用性溶液色谱图中各峰之间的分离度均应大于 1.2,阿奇霉素峰的保留时间应在 30~40 分钟之间。精密量取供试品溶液和对照溶液各 50 μ l,分别注入液相色谱仪,记录色谱图。供试品溶液色谱图中如有杂质峰,

杂质 B 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%), 杂质 R、杂质 Q、杂质 J、杂质 I、杂质 S、杂质 A 和杂质 H 按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.5、0.4、0.7、1.6、0.4、1.4、0.1)均不得大于对照溶液主峰面积(0.5%), 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积(0.5%), 各杂质峰面积的和按校正后的峰面积计算不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%)(供注射用)。供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 杂质 B 峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 4 倍(2.0%), 杂质 R、杂质 Q、杂质 J、杂质 I、杂质 S、杂质 A 和杂质 H 按校正后的峰面积计算(分别乘以校正因子 0.5、0.4、0.7、1.6、0.4、1.4、0.1)均不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%), 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍(1.0%), 各杂质峰面积的和按校正后的峰面积计算不得大于对照溶液主峰面积的 8 倍(4.0%)(供口服用)。供试品溶液色谱图中小于灵敏度溶液主峰面积的峰忽略不计。

时间(分钟)	流动相 A(%)	流动相 B(%)
0	75	25
35	95	5
64	95	5
65	75	25
71	75	25

报告签字

测试: 张厚才

审核: 陈再洁

日期: 2016-8-4

日期: 2016-8-4