

测试报告

样品信息			
样品名称	氢溴酸右美沙芬胶囊	编号	W20140708-001
样品重量	\	剂型	胶囊
收样日期	2014/07/08	测试期间	2014/07/08-08/01
样品描述	胶囊		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	2015 版药典征求意见稿	标样	无
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	安捷伦 1290

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6*250mm , 5μm)
流动相:	缓冲液: 乙腈=72: 28
检测波长:	280nm
柱温:	45°C
流速:	1.30ml/min
进样量:	20μl
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

● 流动相配置:

(取磺基丁二酸钠二辛酯 3.11g 与硝酸铵 0.56g 加水 450ml 与乙腈 300ml 使溶解, 用冰醋酸约 220ml 调节 pH 值至 2.0, 用水稀释至 1000ml) -乙腈 (72:28) 为流动相。

● 对照溶液的配置:

空白溶液: 流动相

供试品溶液: 取本品内容物适量, 精密称取用流动相溶解定容至每 1.0ml 中含有 1.5mg 内容物, 作为供试品溶液。

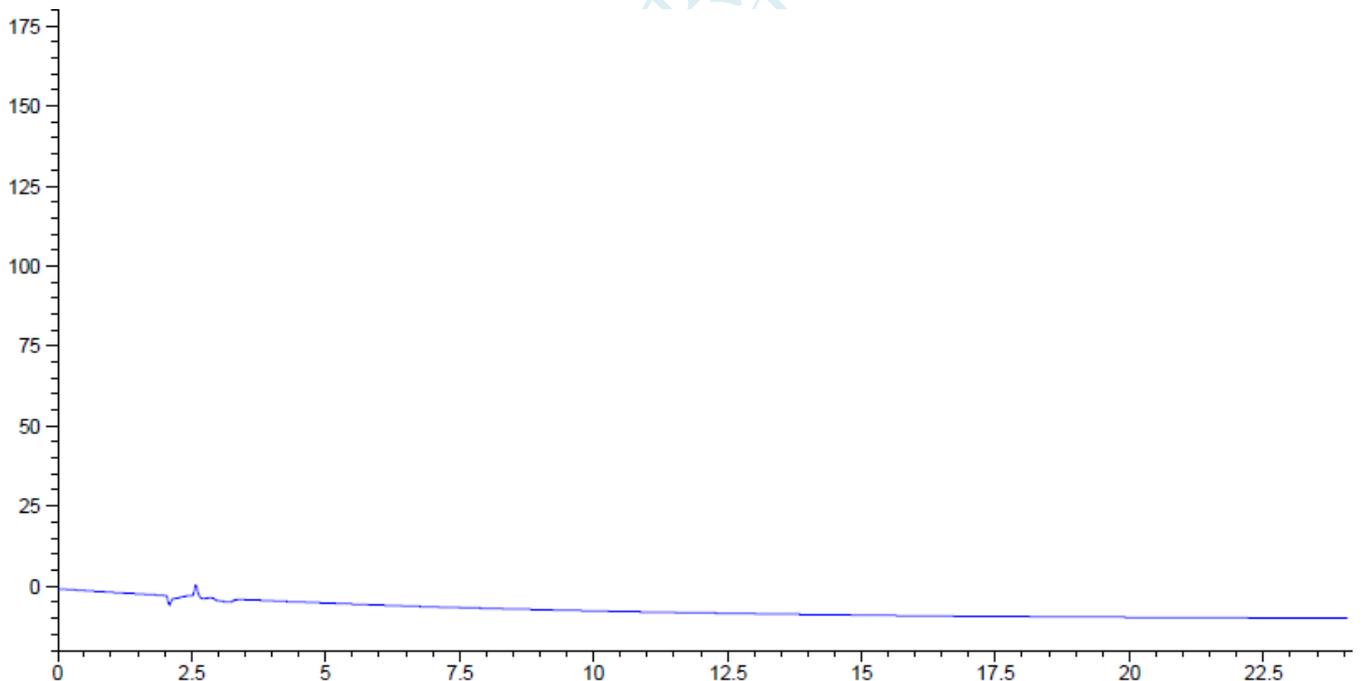
对照溶液: 精密量取 1.0ml 供试品溶液至 100ml 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度。

灵敏度溶液: 精密量取 1.0ml 对照溶液至 20ml 容量瓶中, 用流动相稀释至刻度。

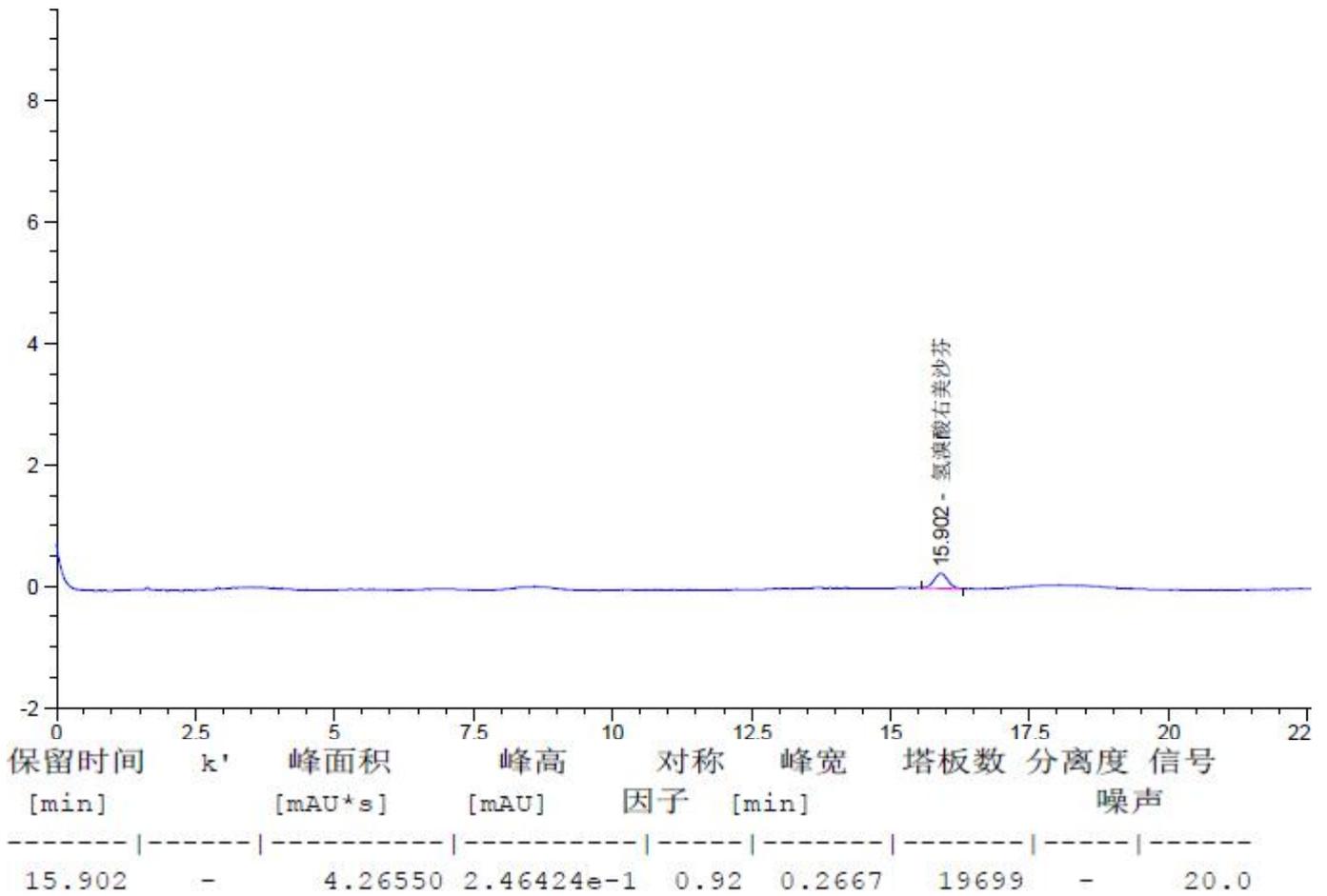
系统适用性溶液: 取氢溴酸右美沙芬适量, 加水溶解并稀释成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液, 置紫外光 365nm 下照射 24 小时, 作为系统适用性溶液。

● 谱图和数据:

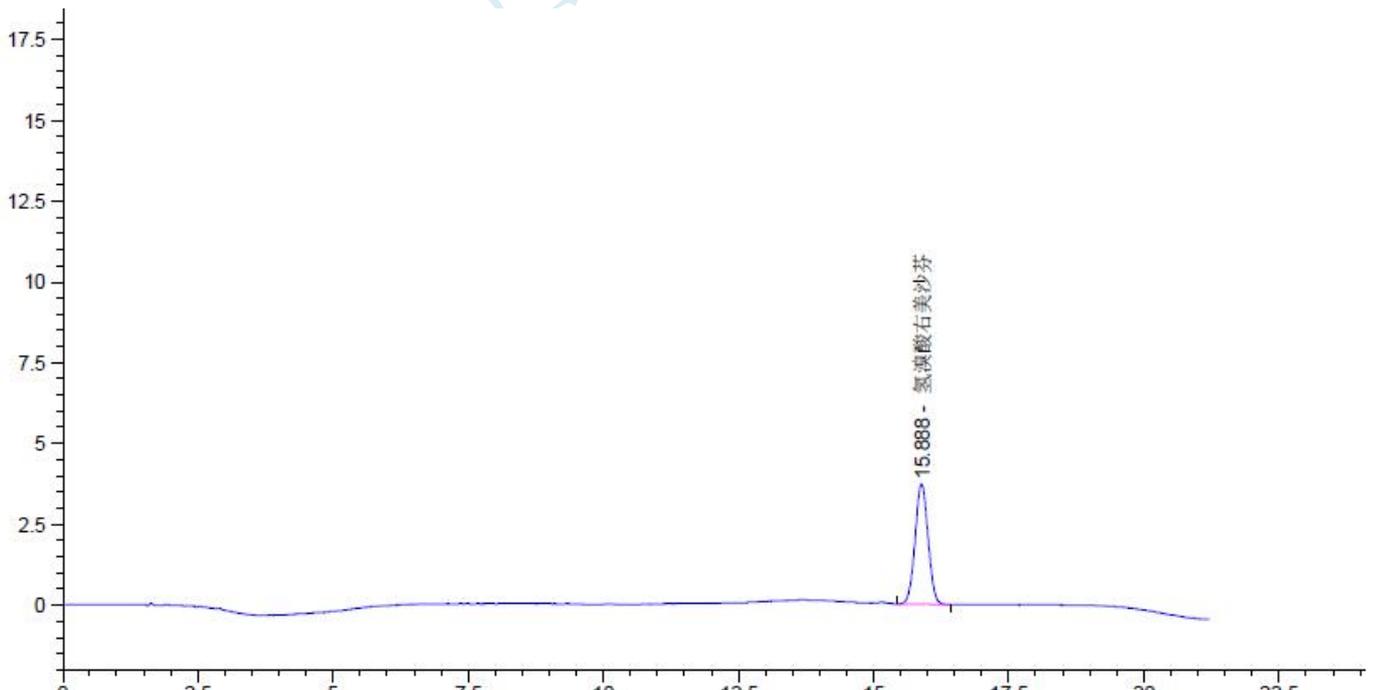
1. 空白溶液



2. 灵敏度溶液



3. 对照溶液



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

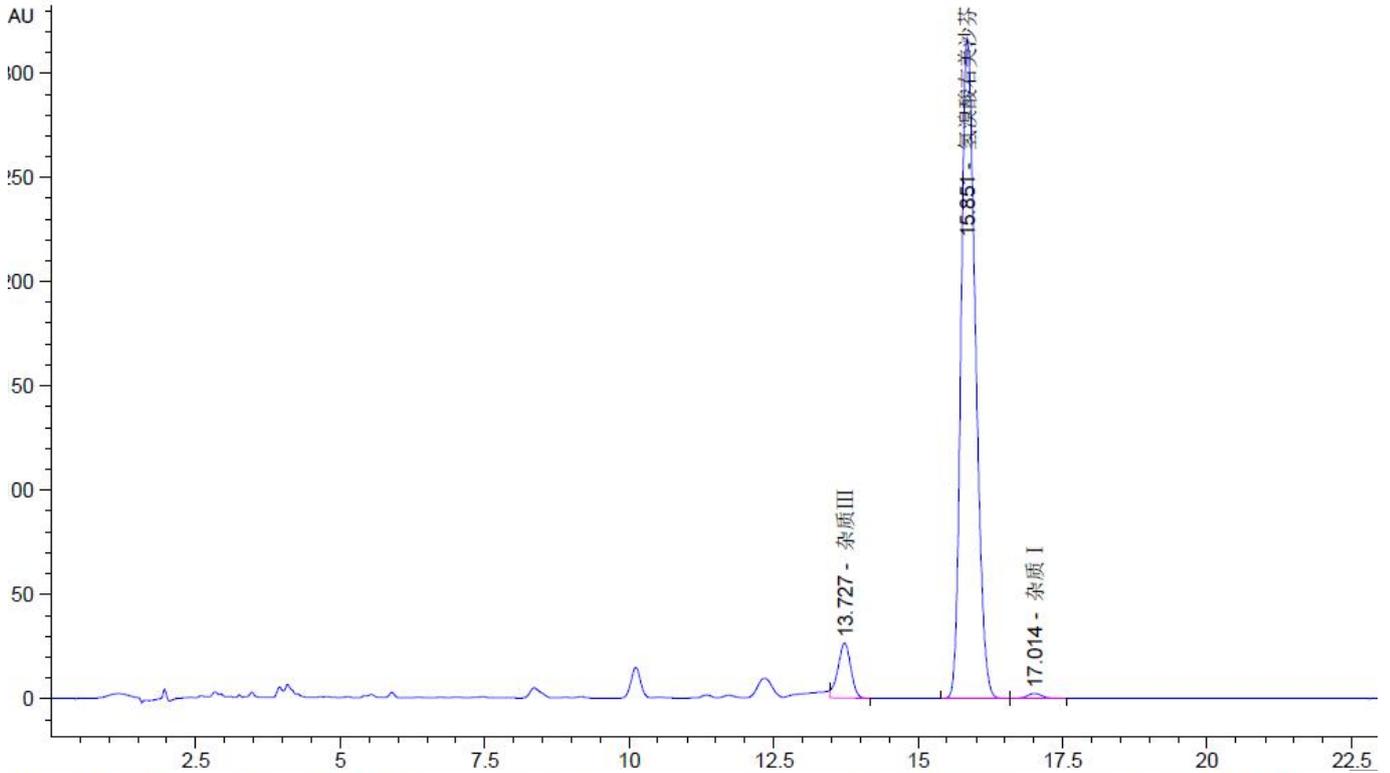
Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
15.888	-	62.42830	3.72681	0.96	0.2622	20336	-	-

4. 系统适用性溶液



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
13.727	-	410.61655	26.36604	1.05	0.2421	17808	-	-
15.851	-	5481.70898	316.51379	0.73	0.2705	19027	4.87	1.15
17.014	-	42.58310	2.38501	0.96	0.2800	20448	2.48	1.07

5. 供试品溶液

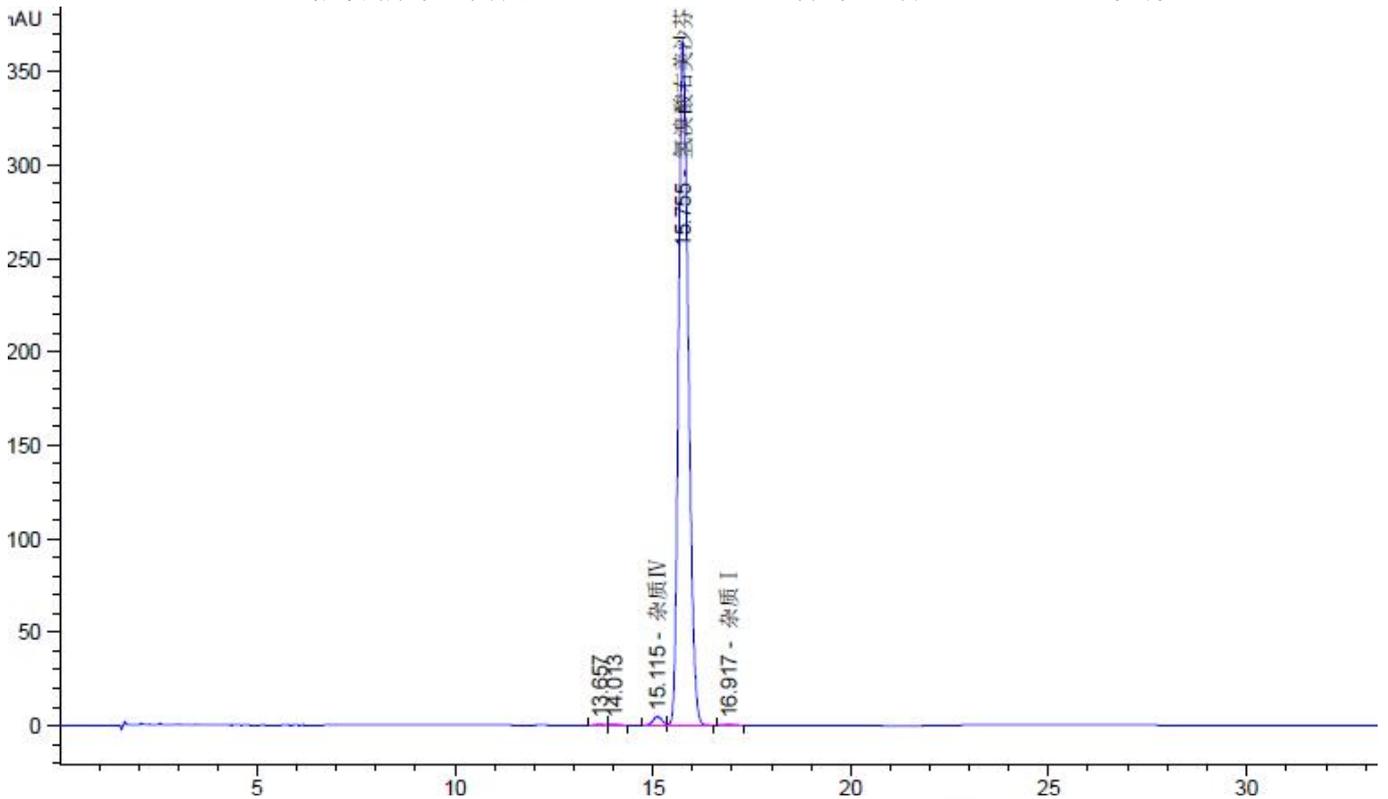
声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
13.657	-	9.18710	5.68485e-1	0.00	0.2633	14902	-	-
14.013	-	9.89246	6.68598e-1	0.97	0.2467	17874	0.82	1.03
15.115	-	73.03206	4.58679	0.93	0.2500	20258	2.61	1.08
15.755	-	6336.63916	365.51340	0.72	0.2706	18785	1.44	1.04
16.917	-	9.87342	5.43662e-1	0.92	0.2800	20224	2.48	1.07

● 结论

征求意见稿要求	杂质 I	杂质 II	杂质 III	杂质 IV
相对保留时间	1.15	0.44	0.87	0.97
LP-C18 测试结果	1.07	-	0.87	0.96
是否符合规定	符合	-	符合	符合

使用月旭 Ultimate® LP-C18 (4.6*250mm, 5µm) 检测样品, 其中灵敏度溶液 S/N=20, 大于 10. 完全满足要求。

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

检测方法: 2015 药典征求意见稿

【检查】 有关物质 取本品内容物适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每 1ml 约含 1.5mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。精密量取对照溶液 1ml, 置 20ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 作为灵敏度溶液。照含量测定项下的色谱条件, 取灵敏度溶液 20 μ l, 注入液相色谱仪, 主成分色谱峰的信噪比不小于 10。再精密量取供试品溶液与对照溶液各 20 μ l, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的 2.5 倍。供试品溶液色谱图中如有下表所示的杂质峰, 杂质 I、II、IV 及乘以校正因子后的杂质 III (校正因子为 0.2) 的峰面积均不得大于对照溶液的主峰面积 (1.0%), 且其峰面积 (或校正后的峰面积) 在对照溶液主峰面积 0.5~1.0 倍之间的杂质峰不得超过 1 个; 其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液的主峰面积 (1.0%), 校正后各杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 2 倍 (2.0%)。供试品溶液色谱图中任何小于对照溶液主峰面积 0.05 倍的色谱峰可忽略不计。

杂质名称	相对保留时间
杂质 I	1.15
杂质 II	0.44
杂质 III	0.87
杂质 IV	0.91

【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柱 (推荐色谱柱为:

Agilent Zobax SB C18, 250mm \times 4.6 mm, 5 μ m 或效能相当的色谱柱); 以缓冲液 (取磺基丁二酸钠二辛酯 3.11g 与硝酸铵 0.56g, 加水 450ml 与乙腈 300ml 使溶解, 用冰醋酸约 220ml 调节 pH 值至 2.0, 用水稀释至 1000ml) -乙腈 (72:28) 为流动相; 检测波长为 280nm。取氢溴酸右美沙芬适量, 加水溶解并稀释成每 1ml 中约含 1.5mg 的溶液, 置紫外光 365nm 下照射 24 小时, 作为系统适用性溶液。取系统适用性溶液 20 μ l, 注入液相色谱仪, 调节流速或柱温, 使主峰的保留时间约为 16 分钟, 右美沙芬峰与杂质 III 峰的分度应大于 3.5。

测定法 取本品 10 粒, 分别置 50ml 量瓶中, 加水适量, 置水浴中加热至溶解, 放冷, 用水稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 精密量取续滤液 20 μ l, 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另精密称取氢溴酸右美沙芬对照品适量, 加水溶解并定量稀释制成每 1ml 约含氢溴酸右美沙芬 (以 C₁₈H₂₅NO·HBr·H₂O 计) 0.3mg 的溶液, 同法测定。按外标法以峰面积计算每粒的含量, 并求得 10 粒的平均含量, 即得。

报告签字

测试: 李良翔

日期: 2014-08-01

审核: 薛昆鹏

日期: 2014-08-01

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