

## 测试报告

样品信息			
样品名称	盐酸环丙沙星	编号	W20141103-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2014/11/03	测试期间	2014/11/03-11/10
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®Plus C18 (4.6*250mm, 5 μm)
流动相:	流动相 A: 0.025mol/L 磷酸溶液: 乙腈=87: 13 (用三乙胺调节 PH=3.00) 流动相 B: 乙腈
检测波长:	278nm, 262nm
柱温:	30°C
流速:	1ml/min
进样量:	20 μl
注意事项:	方法中未规定柱温, 本实验采用 30°C

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:**

0.025mol /L 磷酸溶液: 2.88g 85%磷酸溶液至 1000ml 水中

流动相 A: 0.025mol /L 磷酸溶液: 乙腈=87: 13 (用三乙胺调节 PH=3.00)

流动相 B: 乙腈

运行梯度:

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
16	100	0
53	40	60
54	100	0
65	100	0

● **对照溶液的配置:**

空白溶液: 流动相 A

系统适用性溶液: 称取氧氟沙星、环丙沙星和杂质 I 对照品各适量, 用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5 μg、环丙沙星 0.5mg 和杂质 I 10 μg 的混合溶液。

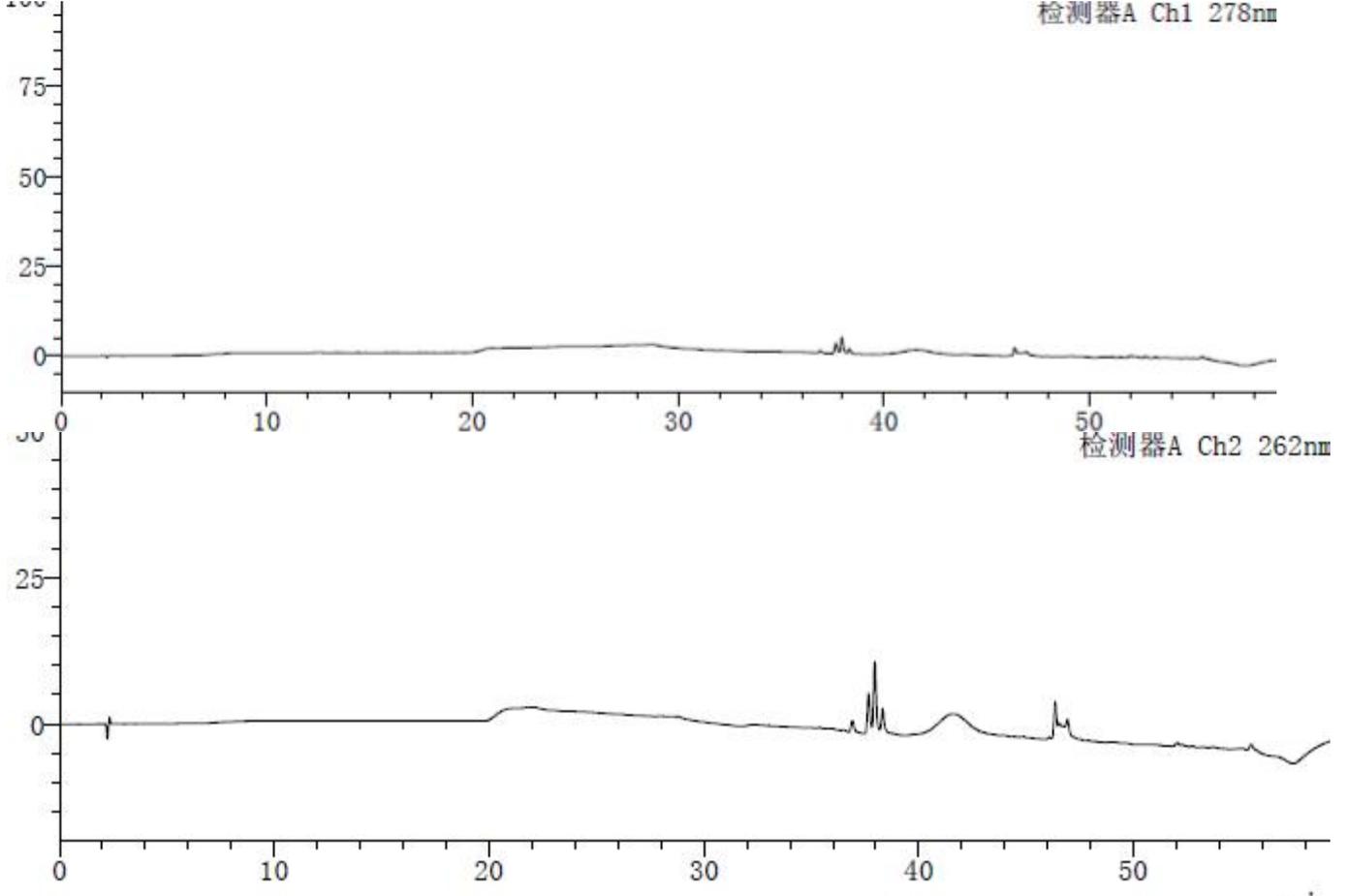
供试品溶液: 精密称取本品适量, 加流动相A溶解并定量稀释制成每1ml中约含环丙沙星0.5mg的溶液, 作为供试品溶液。

对照溶液: 精密移取适量供试品溶液, 用流动相A稀释至每1ml中约含1ug的溶液。

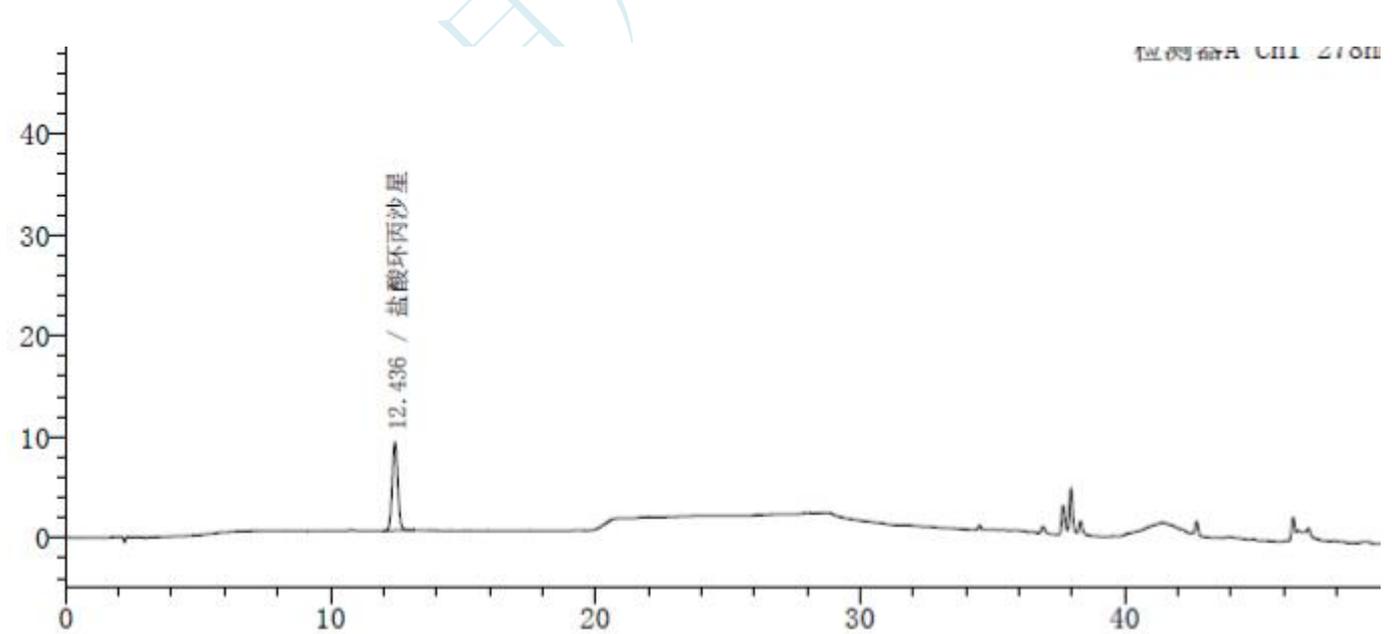
杂质A对照溶液: 精密称取杂质A对照品约15mg, 置100ml量瓶中, 加6mol /L氨溶液0.6ml 与水适量使溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取1ml, 置100ml量瓶中, 用流动相A稀释至刻度, 摇匀, 作为杂质A对照品溶液。

● 谱图和数据:

1. 空白溶液



2. 对照溶液



检测器A Ch1 278nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	12.436	盐酸环丙沙星	126965	8743	--
总计			126965	8743	

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。

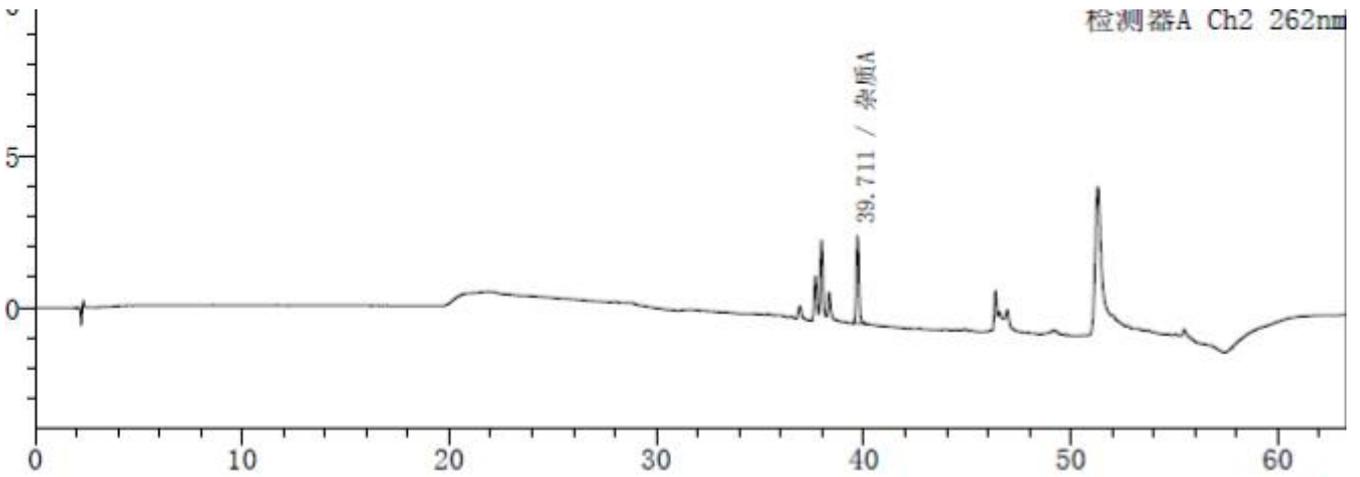
Add:浙江省金华市仙源路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:Houcaizhang@welchmat.com

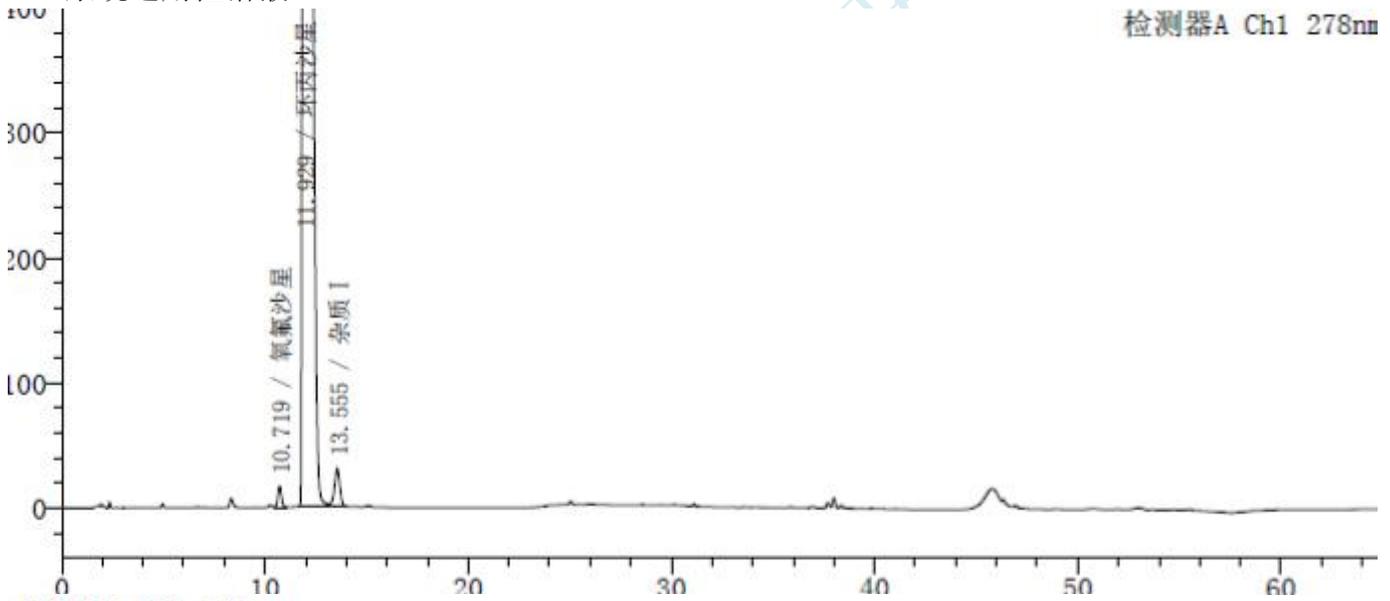
### 3. 杂质 A 对照溶液



检测器A Ch2 262nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度
1	39.711	杂质A	125904	14239
总计			125904	14239

### 4. 系统适用性溶液



检测器A Ch1 278nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	10.719	氧氟沙星	200321	16524	--
2	11.929	环丙沙星	43089576	1811459	2.385
3	13.555	杂质 I	567099	30384	2.796
总计			43856996	1858366	

### ● 结论

	环丙沙星与氧氟沙星分离度 $R \geq 1.50$	环丙沙星与杂质 I 分离度 $R \geq 1.50$
色谱柱 (Plus-C18)	2.385	2.796
是否满足要求	满足	满足

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6\*250mm, 5 μm) 色谱柱完全满足方法要求

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

**【检查】 有关物质** 取本品 10 枚, 置水浴上加热熔化并不断搅拌使其均匀, 放冷至室温, 精密称取适量, 加流动相 A 溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含环丙沙星 0.5mg 的溶液, 作为供试品溶液; 精密量取适量, 用流动相 A 定量稀释制成每 1ml 中约含 1 $\mu$ g 的溶液, 作为对照溶液。另精密称取杂质 A 对照品约 15mg, 置 100ml 量瓶中, 加 6mol/L 氨溶液 0.6ml 与水适量使溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 1ml, 置 100ml 量瓶中, 用流动相 A 稀释至刻度, 摇匀, 作为杂质 A 对照品溶液。照高效液相色谱法 (中国药典 2010 年版二部附录 V D) 测定, 用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 流动相 A 为 0.025mol/L 磷酸溶液-乙腈 (87 : 13) (用三乙胺调节 pH 值至 3.0 $\pm$ 0.1), 流动相 B 为乙腈, 按下表程序进行线性梯度洗脱。流速为每分钟 1.5ml。称取氧氟沙星、环丙沙星和杂质 I 对照品各适量, 加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5 $\mu$ g、环丙沙星 0.5mg 和杂质 I 10 $\mu$ g 的混合溶液, 取 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪, 以 278nm 为检测波长, 记录色谱图, 环丙沙星峰的保留时间约为 12 分钟。环丙沙星峰与氧氟沙星峰和杂质 I 峰的分度度均应符合要求。量取对照溶液 20 $\mu$ l 注入液相色谱仪, 以 278nm 为检测波长, 调节检测灵敏度, 使主成分色谱峰的峰高约为满量程的 20%。精密量取供试品溶液、对照溶液与杂质 A 对照品溶液各 20 $\mu$ l, 分别注入液相色谱仪, 以 278nm 和 262nm 为检测波长, 记录色谱图, 环丙沙星峰的相对保留时间为 1, 杂质 E、杂质 B、杂质 C、杂质 I 和杂质 D 峰的相对保留时间分别约为 0.3、0.6、0.7、1.1 和 1.2。供试品溶液色谱图中如有杂质峰, 杂质 A (262nm 检测) 按外标法以峰面积计算, 不得过 0.3%。杂质 C (278nm 检测) 按校正后的峰面积计算 (乘以校正因子 0.6) 不得大于对照溶液的 2.5 倍 (0.5%); 杂质 B、D 和 E (278nm 检测) 按校正后的峰面积计算 (分别乘以校正因子 0.7、1.4 和 6.7), 均不得大于对照溶液主峰面积 (0.2%); 其他单个杂质 (278nm 检测) 峰面积不得大于对照溶液主峰面积 (0.2%), 各杂质 (278nm 检测) 校正后峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 5 倍 (1.0%)。(供试品溶液中任何小于对照溶液主峰面积 0.1 倍的峰可忽略不计)

时间 (分钟)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
16	100	0
53	40	60
54	100	0
65	100	0

## 报告签字

测试: 李良翔

日期: 2014-11-10

审核: 薛昆鹏

日期: 2014-11-10

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