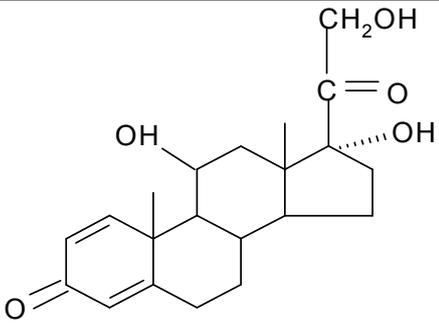


泼尼松龙检测报告

一. 样品分子结构

中文名	英文名	分子结构
泼尼松龙	Prednisolone	

二. 样品来源记录

样品化学名：11 β ,17 α ,21-三羟基孕甾-1,4-二烯-3,20-二酮

样品商品名：泼尼松龙（原料药）

样品测定描述：主成分含量测定和有关物质检测

三. 液相方法条件

方法来源：根据中国药典 2010 版二部

含量标准：97.0%~102.0%

具体方法：

色谱柱：月旭 Ultimate[®], XB-C18, 5 μ m, 4.6 \times 250mm

波 长：240nm

流动相：甲醇-水（65：35）

柱 温：30 $^{\circ}$ C

流 速：1.0ml/min

进样量：10 μ l

试液配制

内标溶液：取炔诺酮，加甲醇制成每 1ml 中含 1.5mg 的溶液。

供试品溶液：取本品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，精密量取该溶液与内标溶液各 5ml,置 50ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀作为供试品溶液。

对照品溶液：

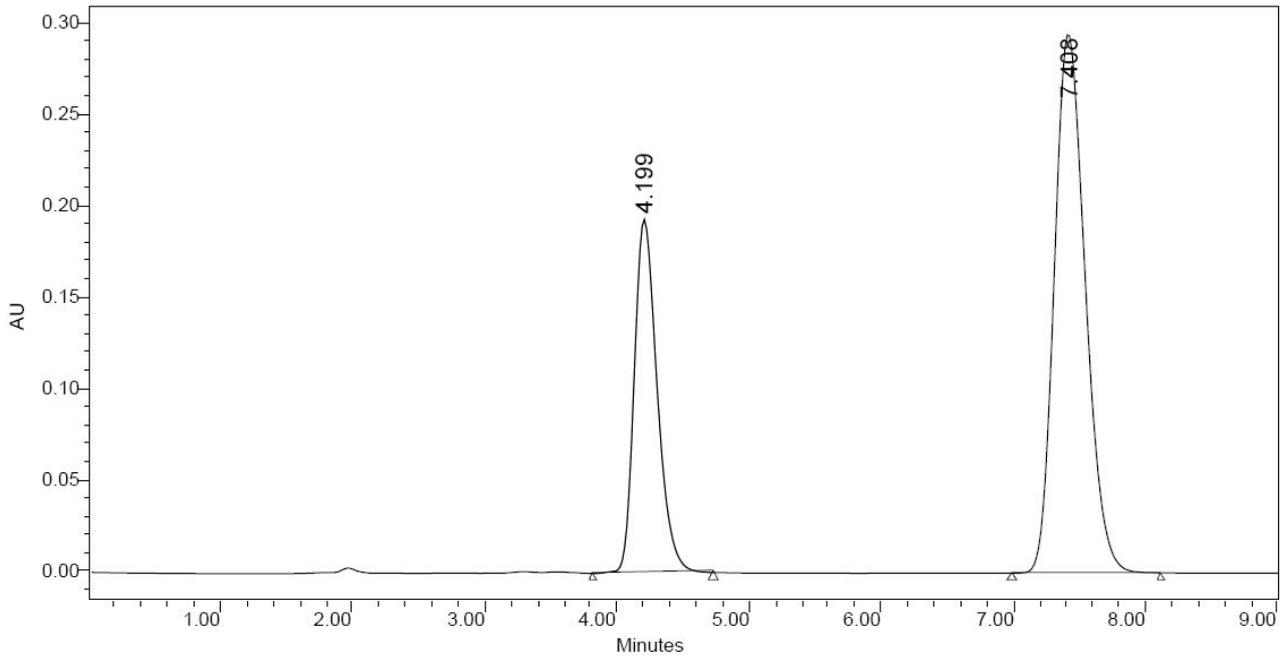
月旭色谱柱 —— 超“月”极限 “旭”写辉煌

Add: 326 Edison Road, Building A,Zhangjiang Hi-Tech Park, Pudong Shanghai 201203 China
Tel: 86-21-51320401 Fax: 86-21-50276769 Web: www.welchmat.com.

取泼尼松龙对照品适量，精密称定，加甲醇溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，精密量取该溶液与内标溶液各 5ml,置 50ml 量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，作为对照品溶液。

备注：该项目对柱温敏感，柱温控制在 30-35℃ 之间；

对照溶液色谱图：

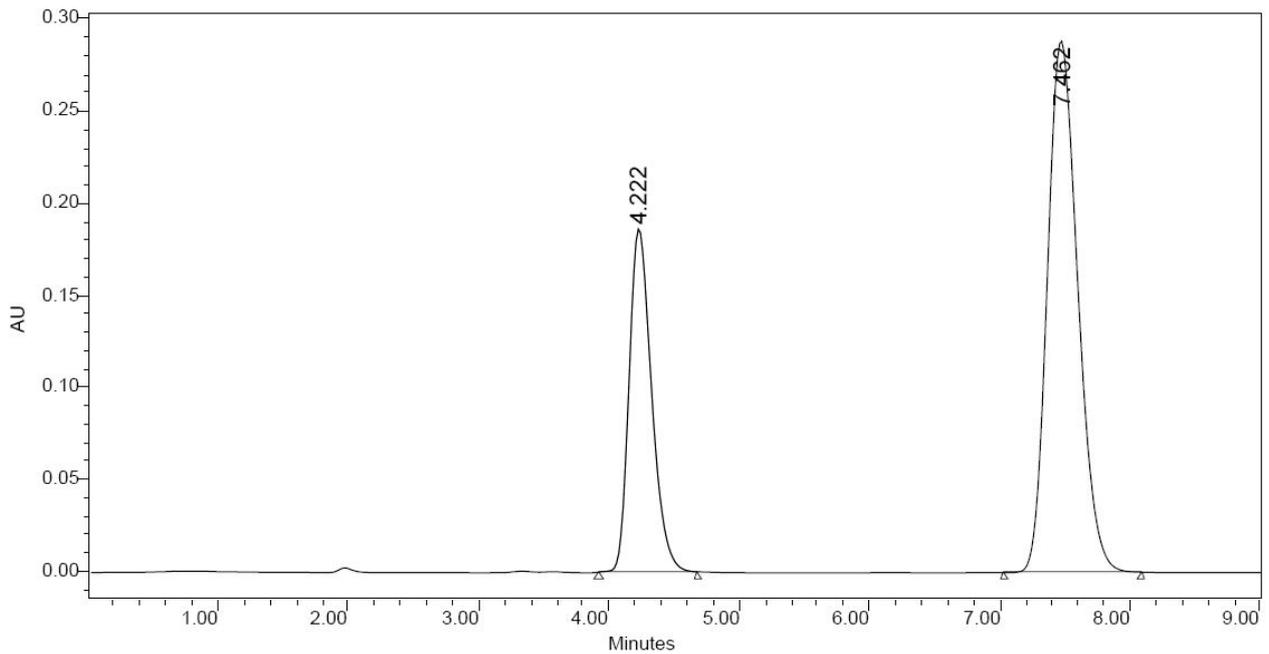


	RT (min)	Area (*sec)	% Area	Height ()	% Height	Resolution (EP and JP)	EP Plate Count	k'
1	4.199	2336467	32.77	193249	39.59		2.894021e+003	3.199224e+000
2	7.408	4793249	67.23	294873	60.41	8.674082e+000	4.759507e+003	6.407547e+000

Symmetry Factor	
1	1.285599e+000
2	1.206120e+000

出峰顺序：1#、泼尼松龙 2#、炔诺酮

供试品溶液谱图：



	RT (min)	Area (*sec)	% Area	Height ()	% Height	Resolution (EP and JP)	EP Plate Count	k'
1	4.222	2237068	32.34	186421	39.24		2.908880e+003	3.221683e+000
2	7.462	4680876	67.66	288638	60.76	8.770363e+000	4.867386e+003	6.462177e+000

	Symmetry Factor
1	1.288205e+000
2	1.199147e+000

有关物质测定（根据欧洲药典 5.0 版）：

具体方法：

色谱柱：月旭 Ultimate[®], XB-C18, 5 μm, 4.6×250mm

波 长：240nm

流动相：四氢呋喃-水(22：78)

柱 温：45℃

流 速：1.0ml/min

进样量：20μl

溶液制备：

流动相：混合 220mL 四氢呋喃和 700mL 水，并用水稀释至 1000mL，摇匀。

供试品溶液：取本品 62.5mg，加 5mL 四氢呋喃溶解并用水稀释至 25.0mL。

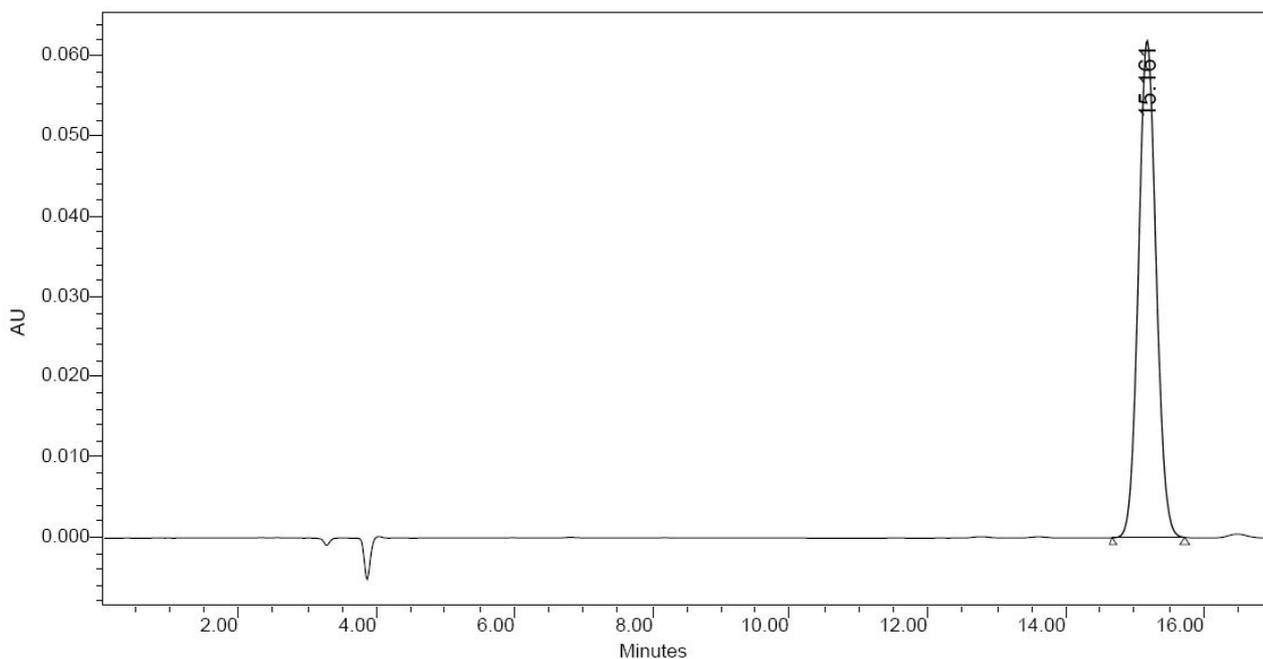
参比溶液（a）：取氢化可的松 CRS2mg 及泼尼松龙 CRS2mg，加流动相溶解并稀释至 100.0mL。

参比溶液（b）：取供试品溶液 1.0mL 加流动相稀释至 100.0mL。

色谱系统：检测波长 254nm、色谱柱 0.25m×4.6mm、十八烷基硅烷键合硅胶（5μm），柱温保持 45℃，用流动相平衡色谱柱，流速 1mL/min，约 30min，调节系统灵敏度，注入参比溶液（b）20μL，于色谱图上得到的主峰高至少为记录仪满刻度的 50%。注入参比溶液（a）20μL，在规定条件下记录色谱图，氢化可的松的保留时间约为 15.5min，泼尼松龙的保留时间为 14min，氢化可的松和泼尼松龙峰之间的分度不得少于 2.2，否则试验失败，如需要可调整流动相中四氢呋喃的浓度。

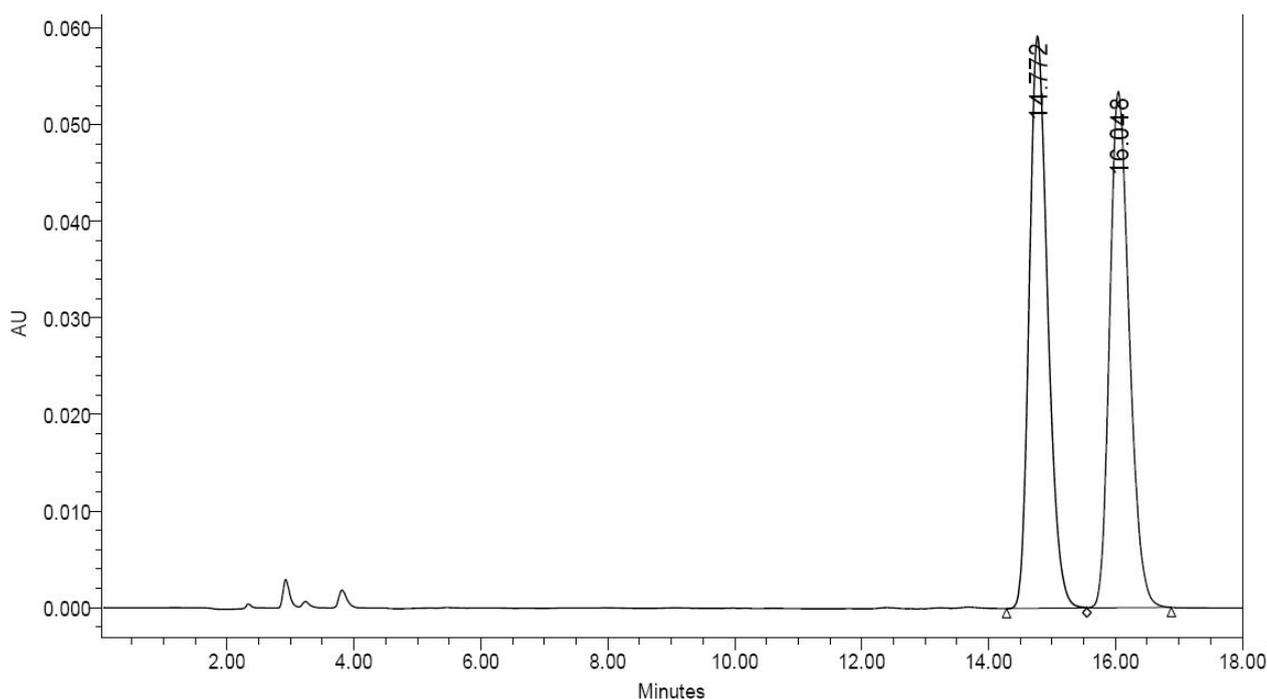
四. 谱图及数据

参比溶液 b 色谱图：



	RT (min)	Area (*sec)	% Area	Height ()	% Height	EP Plate Count	k'	Symmetry Factor
1	15.161	1108125	100.00	62002	100.00	1.663144e+004	1.416137e+001	1.067252e+000

参比溶液 a 色谱图:

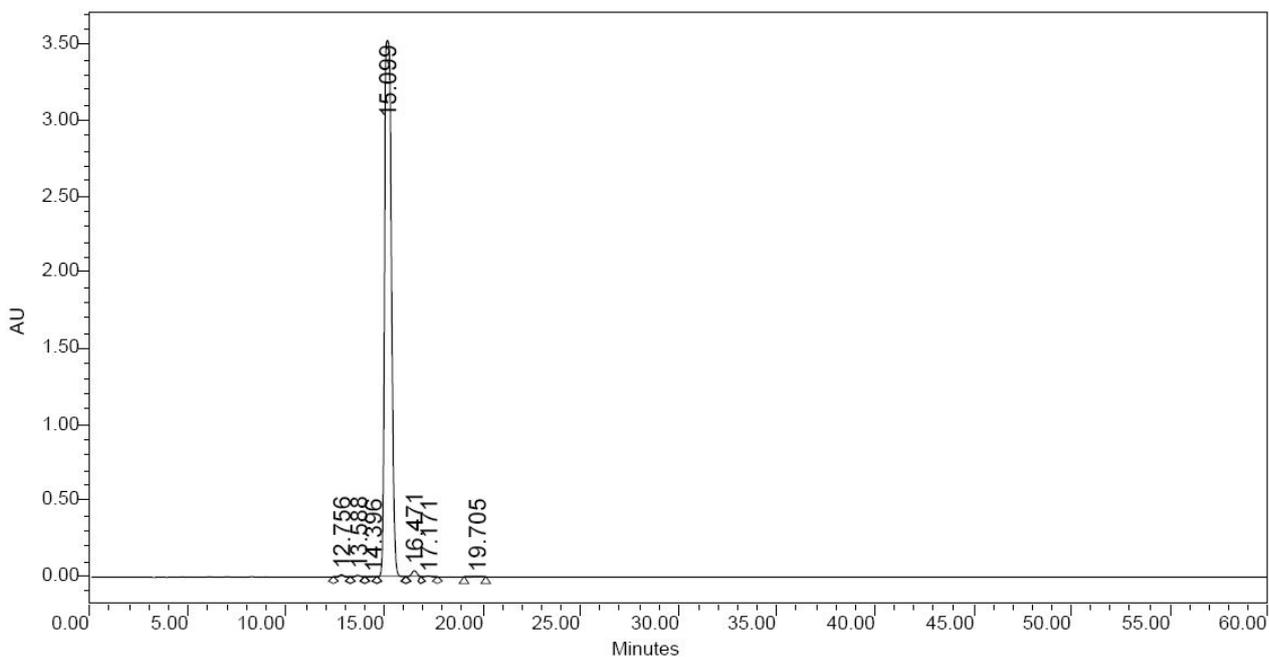


	RT (min)	Area (礦*sec)	% Area	Height (礦)	% Height	Resolution (EP and JP)	EP Plate Count	k'
1	14.772	1199586	51.00	59330	52.58		1.252396e+004	1.377182e+001
2	16.048	1152722	49.00	53499	47.42	2.345711e+000	1.300488e+004	1.504786e+001

	Symmetry Factor
1	1.240914e+000
2	1.232222e+000

出峰顺序：1#、泼尼松龙 2#、氢化可的松

有关物质供试品溶液色谱图：



	RT (min)	Area (*sec)	% Area	Height ()	% Height	Resolution (EP and JP)	EP Plate Count	k'
1	12.756	251721	0.29	15788	0.44		1.625496e+004	1.175578e+001
2	13.588	228243	0.26	13492	0.37	1.988721e+000	1.533843e+004	1.258788e+001
3	14.396	71250	0.08	3689	0.10			1.339579e+001
4	15.099	85278650	98.05	3531507	97.60		8.776860e+003	1.409889e+001
5	16.471	892650	1.03	42741	1.18	2.330943e+000	1.511895e+004	1.547106e+001
6	17.171	170364	0.20	7998	0.22	1.291020e+000	1.551646e+004	1.617100e+001
7	19.705	83955	0.10	3099	0.09	4.006917e+000	1.209714e+004	1.870464e+001

	Symmetry Factor
1	1.100107e+000

	Symmetry Factor
2	1.027830e+000

	Symmetry Factor
3	

	Symmetry Factor
4	1.267914e+000

	Symmetry Factor
5	
6	
7	8.473197e-001