

测试报告

| 样品信息 | | | |
|------|---------------|------|------------------|
| 样品名称 | 氨苄西林丙磺舒胶囊 | 编号 | W20150704-001 |
| 样品重量 | \ | 剂型 | \ |
| 收样日期 | 2017/07/04 | 测试期间 | 2015/07/04-07/06 |
| 样品描述 | 胶囊 | | |
| 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-20A |

● 色谱条件:

| | |
|-------|------------------------------------|
| 色谱柱: | 月旭 Xtimate™ C18 (4.6*250mm, 5 μ m) |
| 流动相: | 乙腈-磷酸盐缓冲液 (45:55) |
| 检测波长: | 233nm |
| 柱温: | 35°C |
| 流速: | 1.0ml/min |
| 进样量: | 20 μ l |
| 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:

磷酸盐缓冲液: 取无水磷酸二氢钠 6.00g, 十二烷基硫酸钠 5.78g 与冰醋酸 10ml, 加水至 1000ml, 用磷酸调节 PH 至 2.5

流动相: 磷酸盐缓冲液-乙腈 (45:55)

稀释液: 乙腈-PH5.0 磷酸盐缓冲液 (取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 10ml 与 1mol/L 醋酸 1ml, 加水至 1000ml)

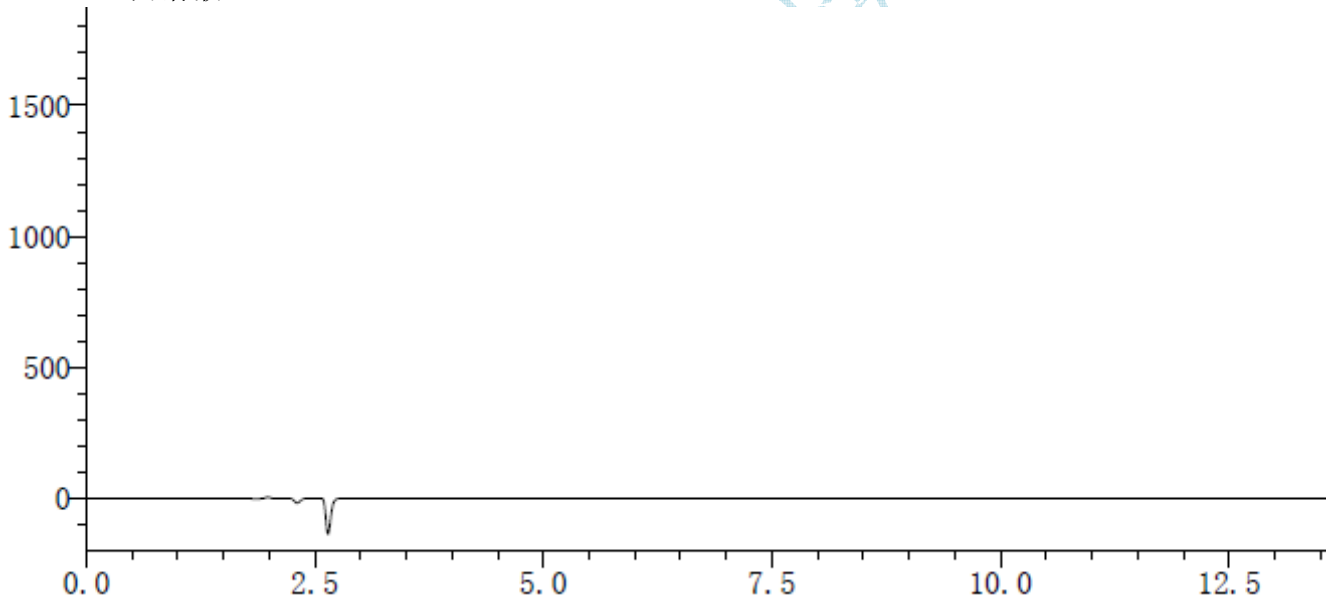
● 样品溶液的配置:

供试品溶液: 精密称取样品内容物, 加稀释液溶解稀释至每 1ml 中约含氨苄西林 1mg 与丙磺舒 0.28mg。

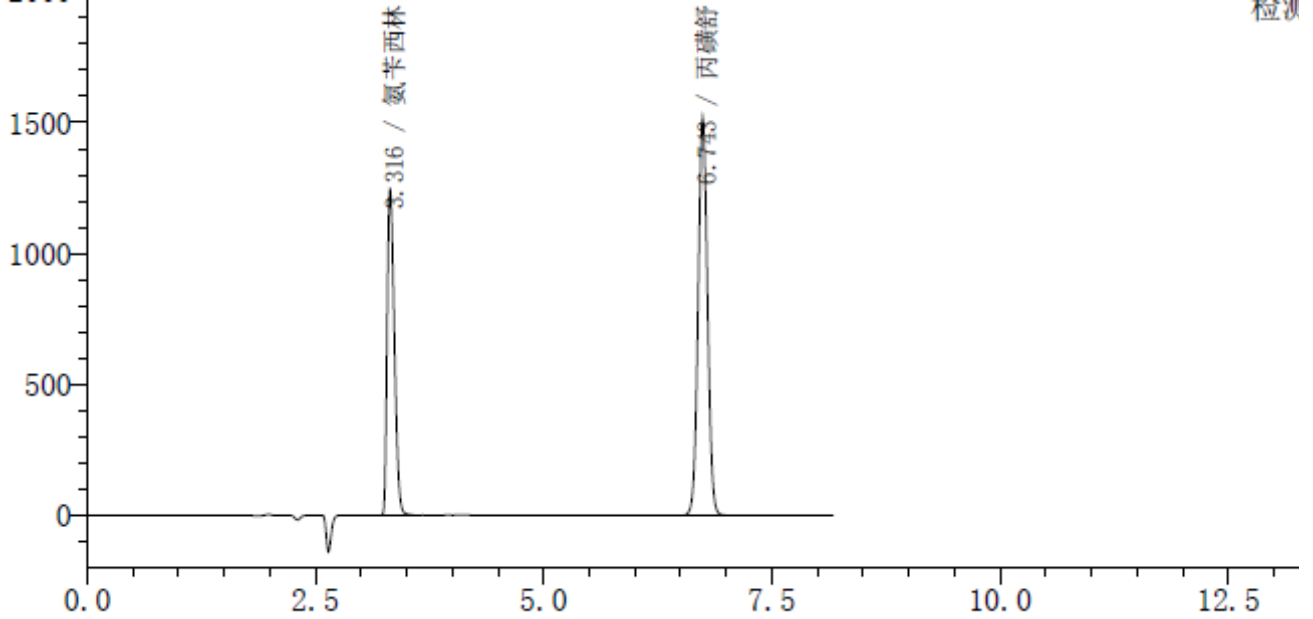
对照溶液: 精密称取氨苄西林对照品与丙磺舒对照品适量, 加稀释液溶解稀释至每 1ml 含氨苄西林 1mg 和丙磺舒 0.28mg 的溶液。

● 谱图和数据:

1、 空白溶液:



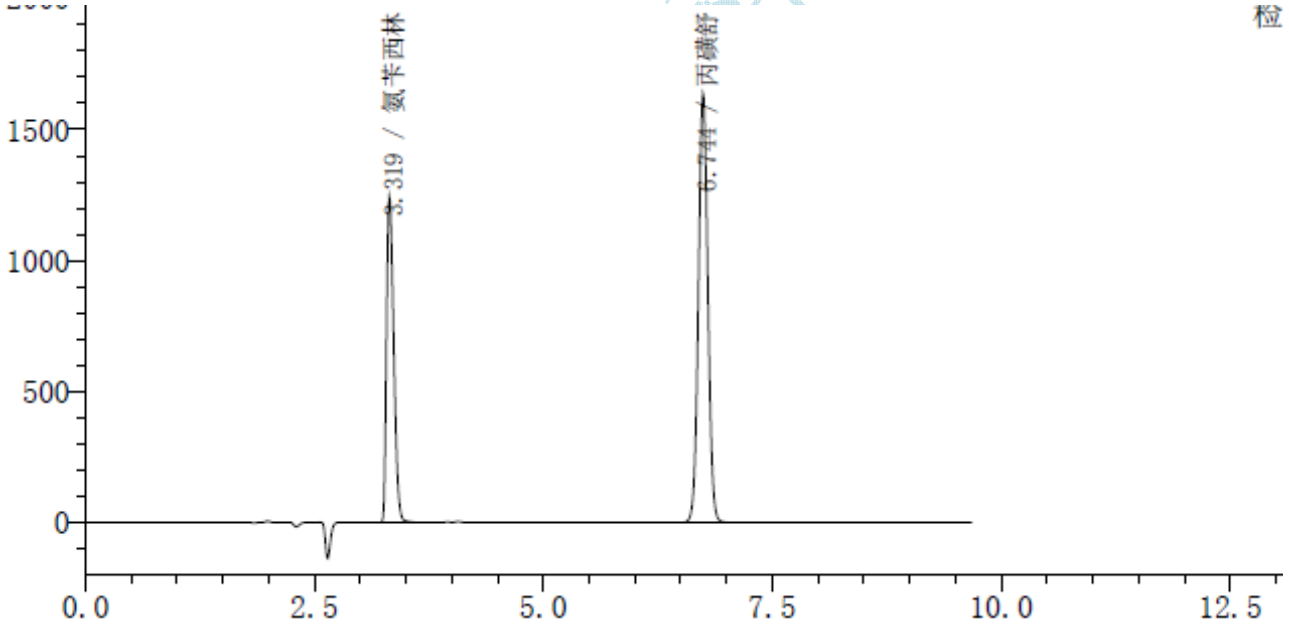
2、对照溶液:



检测器A 233nm

| 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 | 3.316 | 氨苄西林 | 6871196 | 1250817 | 6998 | -- |
| 2 | 6.743 | 丙磺舒 | 10882348 | 1520352 | 18313 | 19.146 |
| 总计 | | | 17753543 | 2771170 | | |

3、供试品溶液:



检测器A 233nm

| 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 | 3.319 | 氨苄西林 | 6813225 | 1242174 | 6883 | -- |
| 2 | 6.744 | 丙磺舒 | 11755979 | 1638680 | 18305 | 19.062 |
| 总计 | | | 18569204 | 2880855 | | |

● 结论

氨苄西林与丙磺舒分离度为 19.146, 大于 1.50, 满足要求

● 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 VD）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；以乙腈-磷酸盐缓冲液（取无水磷酸二氢钠 6.00g、十二烷基硫酸钠 5.78g 与冰醋酸 10ml，加水至 1000ml，用磷酸调节 pH 值至 2.5）（45：55）为流动相；检测波长为 233nm。取氨苄西林对照品与丙磺舒对照品各适量，加乙腈-pH5.0 磷酸盐缓冲液（取 1mol/L 磷酸二氢钠溶液 10ml 与 1mol/L 醋酸 1ml，加水至 1000ml）（45：55）溶解并稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林（按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计）1mg 和丙磺舒 0.28mg 的混合溶液，取 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图。氨苄西林峰与丙磺舒峰的分离度应符合要求。

测定法 取装量差异项下内容物，混合均匀，精密称取适量（约相当于氨苄西林，按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计 100 mg），加乙腈-pH5.0 磷酸盐缓冲液（45：55）溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林（按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计）1mg 与丙磺舒 0.28mg 的溶液，滤过，精密量取续滤液 20 μ l 注入液相色谱仪，记录色谱图；另精密称取氨苄西林对照品与丙磺舒对照品各适量，加乙腈-pH5.0 磷酸盐缓冲液（45：55）溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含氨苄西林（按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计）1mg 与丙磺舒 0.28mg 的溶液，同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中氨苄西林（按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计）和丙磺舒（ $C_{13}H_{19}NO_4S$ ）的含量。

报告签字

测试： 李良翔

日期：2015-07-07

审核： 薛昆鹏

日期：2015-07-07