测 试 报 告

样品信息			
样品名称	头孢米诺钠	编号	W20190322-001
样品重量	\	剂型	\
收样日期	2019/03/22	测试期间	2019/03/22-03/27
样品描述			
测试需求			
测试成分	聚合物杂质		
参考标准			
参考标准	2015 版药典二部 254P	标样	无
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：	Xtimate® SEC-120 （7.8*300mm，5μ m） 序列号：60190300784，批次 SEC05012.09
流动相：	0.005mol/L 磷酸缓冲液（PH7.0）-乙腈=95：5
检测波长：	254nm
柱温：	室温
流速：	0.8ml/min
进样量：	20μ 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：

流动相：0.005mol/L 磷酸缓冲液（PH7.0）-乙腈=95：5
0.005mol/L 磷酸缓冲液（PH7.0）：0.005mol/L 磷酸氢二钾-0.005mol/L 磷酸二氢钾（61：39）

● 样品溶液的配置：

样品溶液：精密称取样品加水溶解稀释至每 1ml 含 1.0mg 的溶液。

● 谱图和数据：

序列进样：

供试品溶液-001	供试品溶液-045	供试品溶液-105	供试品溶液-178
供试品溶液-002	供试品溶液-046	供试品溶液-106	供试品溶液-179
供试品溶液-003	供试品溶液-047	供试品溶液-107	供试品溶液-180
供试品溶液-004	供试品溶液-048	供试品溶液-108	供试品溶液-181
供试品溶液-005	供试品溶液-049	供试品溶液-109	供试品溶液-182
供试品溶液-006	供试品溶液-050	供试品溶液-110	供试品溶液-183
供试品溶液-007	供试品溶液-051	供试品溶液-111	供试品溶液-184
供试品溶液-008	供试品溶液-052	供试品溶液-112	供试品溶液-185
供试品溶液-009	供试品溶液-053	供试品溶液-113	供试品溶液-186
供试品溶液-010	供试品溶液-054	供试品溶液-114	供试品溶液-187
供试品溶液-011	供试品溶液-055	供试品溶液-115	供试品溶液-188
供试品溶液-012	供试品溶液-056	供试品溶液-116	供试品溶液-189
供试品溶液-013	供试品溶液-057	供试品溶液-117	供试品溶液-190
供试品溶液-014	供试品溶液-058	供试品溶液-118	供试品溶液-191
供试品溶液-015	供试品溶液-059	供试品溶液-119	供试品溶液-192
供试品溶液-016	供试品溶液-060	供试品溶液-120	供试品溶液-193
供试品溶液-017	供试品溶液-061	供试品溶液-121	供试品溶液-194
供试品溶液-018	供试品溶液-062	供试品溶液-122	供试品溶液-195
供试品溶液-019	供试品溶液-063	供试品溶液-123	供试品溶液-196
供试品溶液-020	供试品溶液-064	供试品溶液-124	供试品溶液-197
供试品溶液-021	供试品溶液-065	供试品溶液-125	供试品溶液-198
供试品溶液-022	供试品溶液-066	供试品溶液-126	供试品溶液-199
供试品溶液-023	供试品溶液-067	供试品溶液-127	供试品溶液-200
供试品溶液-024	供试品溶液-068	供试品溶液-128	供试品溶液-201
供试品溶液-025	供试品溶液-069	供试品溶液-129	供试品溶液-202
供试品溶液-026	供试品溶液-070	供试品溶液-130	供试品溶液-203
供试品溶液-027	供试品溶液-071	供试品溶液-131	供试品溶液-204
供试品溶液-028	供试品溶液-072	供试品溶液-132	供试品溶液-205
供试品溶液-029	供试品溶液-073	供试品溶液-133	供试品溶液-206
供试品溶液-030	供试品溶液-074	供试品溶液-134	供试品溶液-207
供试品溶液-031	供试品溶液-075	供试品溶液-135	供试品溶液-208
供试品溶液-032	供试品溶液-076	供试品溶液-136	供试品溶液-209
供试品溶液-033	供试品溶液-077	供试品溶液-137	供试品溶液-210
供试品溶液-034	供试品溶液-078	供试品溶液-138	供试品溶液-211

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

1. 样品溶液第 1 针：

检测器A 254nm

峰号	保留时间	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	7.753	825	114	0.004	21541	--	--
2	8.102	6633	636	0.030	16388	0.856	1.504
3	8.771	25028	1939	0.115	12523	1.439	2.359
4	9.924	21747852	2375173	99.778	25227	1.385	4.092
5	10.660	15914	1777	0.073	27604	--	2.906
总计		21796251	2379640	100.000			

2. 样品溶液第 10 针：

检测器A 254nm

峰号	保留时间	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	7.917	1040	160	0.005	259	--	--
2	8.090	6150	660	0.028	16630	--	0.156
3	8.733	33334	3169	0.153	18415	1.661	2.530
4	9.911	21686529	2371906	99.573	25227	1.391	4.647
5	10.643	52423	6224	0.241	35115	--	3.071
总计		21779475	2382119	100.000			

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. 样品溶液第 100 针：

检测器A 254nm

峰号	保留时间	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	7.712	664	111	0.003	47176	0.772	--
2	8.034	12329	1486	0.057	19872	1.293	1.739
3	8.699	65405	5857	0.303	13273	--	2.509
4	9.010	79236	8658	0.367	23437	--	1.159
5	9.849	21077191	2320648	97.687	25253	1.394	3.472
6	10.545	341415	42065	1.582	36326	0.975	2.964
总计		21576240	2378825	100.000			

4. 样品溶液第 200 针：

检测器A 254nm

峰号	保留时间	面积	高度	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	7.688	6055	587	0.028	6094	--	--
2	8.004	26961	2932	0.126	17235	--	0.993
3	8.668	120443	11524	0.563	14848	--	2.512
4	8.983	184067	20157	0.861	24289	--	1.224
5	9.817	20419412	2252531	95.500	25186	1.387	3.487
6	10.486	624619	76270	2.921	34965	1.041	2.838
总计		21381556	2364003	100.000			

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**

重叠图谱：

黑色：第 1 针
红色：第 10 针
蓝色：第 100 针
褐色：第 200 针

● 结论

针数	理论塔板数	拖尾因子	分离度（R>1.50）	是否符合要求
第 1 针	25227	1.385	4.092	符合
第 10 针	25227	1.391	4.647	符合
第 100 针	25253	1.394	3.472	符合
第 200 针	25186	1.387	3.487	符合

200 针后，主峰前杂质与主峰分离度为 3.487 大于 1.50，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

有关物质Ⅱ　临用新制。取本品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含头孢米诺 1.0mg 的溶液，作为供试品溶液；另取头孢米诺对照品适量，精密称定，加水溶解并定量稀释制成每 1ml 中约含 5μg 的溶液，作为对照溶液；精密量取对照溶液 1ml，用流动相定量稀释制成每 1ml 中约含 0.2μg 的溶液，作为灵敏度溶液。照分子排阻色谱法（通则 0514）测定。用球状亲水改性硅胶（分子量适用范围为聚合物 500～15 000）为填充剂（TSK-GEL G2000swxl，7.8mm×30cm，5μm 或效能相当的色谱柱）；以磷酸盐缓冲液（pH 7.0）[0.005mol/L 磷酸氢二钠溶液-0.005mol/L 磷酸二氢钠溶液（61∶39）]-乙腈（95∶5）为流动相，流速为每分钟 0.8ml，检测波长为 254nm。取供试品溶液 10ml，加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液 1ml，室温放置 1 分钟，再加 0.1mol/L 盐酸溶液 1ml，摇匀，作为系统适用性溶液。取 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图；头孢米诺峰保留时间约为 12 分钟，头孢米诺峰与其前相邻降解杂质峰间的分离度应符合要求。取灵敏度溶液 10μl 注入液相色谱仪，记录色谱图，主成分峰高的信噪比应大于 10。精密量取供试品溶液与对照溶液各 10μl，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，相对保留时间在 0.82～1.0 间的杂质峰面积不得大于对照溶液主峰面积（0.5%），相对保留时间小于 0.82 的杂质峰面积的和不得大于对照溶液主峰面积的 0.6 倍（0.3%），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。

月旭科技

报告签字

测试：　李良翔　　日期：2019-03-27

审核：　薛昆鹏　　日期：2019-03-27

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**