

测试报告

样品信息			
样品名称	奥拉西坦	编号	W20150901-001
样品重量	/	剂型	原料药
收样日期	2015/09/01	测试期间	2015/09/08-09/15
样品描述	类白色颗粒		
测试需求			
测试成分	有关物质		
参考标准			
参考标准	客户标准	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 福立 FL-2200

● 色谱条件一:

色谱柱:	月旭 Ultimate®Hilic-NH ₂ (4.6×250mm, 5μm)、 月旭 Ultimate®LP-C18 (4.6×150mm, 5μm)
流动相	乙腈: 水=95:5
检测波长:	214nm
柱温:	30℃
流速:	1.0ml/min
进样量:	10μl
注意事项:	两根柱串联, 氨基柱在前, C18 柱在后

● 流动相配置:

流动相: 分别取已过滤好的乙腈 475ml 和水 25ml; 混匀, 超声即可;

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:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

● 样品处理方法:

杂质 A: 取杂质 A 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 B: 取杂质 B 适量, 用乙腈溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 C: 取杂质 B 适量, 用乙腈溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 D: 取杂质 D 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 E: 取杂质 E 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

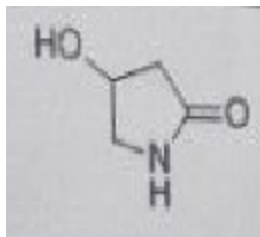
杂质 F: 取杂质 F 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 G: 取杂质 G 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

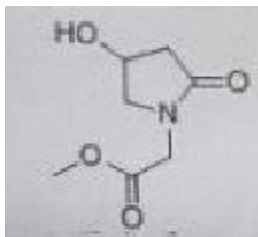
杂质 SM: 取杂质 G 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 2mg/ml 的溶液;

混标: 取奥拉西坦 10mg 至 10ml 容量瓶中, 分别加上述杂质 A、B、C、E、SM100ul, 杂质 F、G 各 50ul, 用流动相稀释溶解至刻度, 摇匀即可;

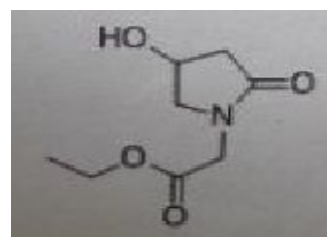
样品: 取奥拉西坦 10mg 至 10ml 容量瓶中, 用流动相稀释溶解至刻度, 摇匀即可;



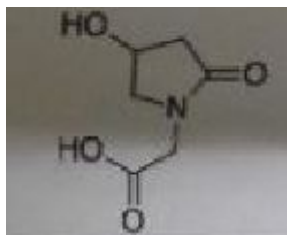
杂质 A



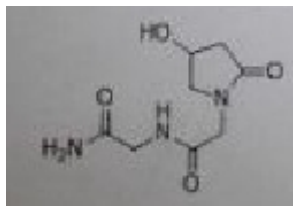
杂质 B



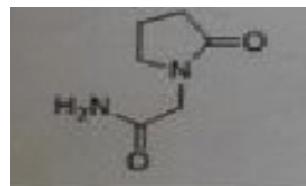
杂质 C



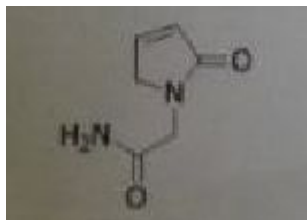
杂质 D



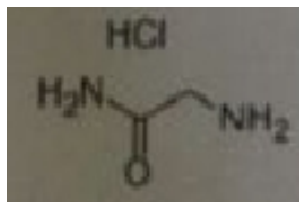
杂质 E



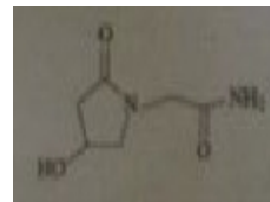
杂质 F



杂质 G



杂质 SM



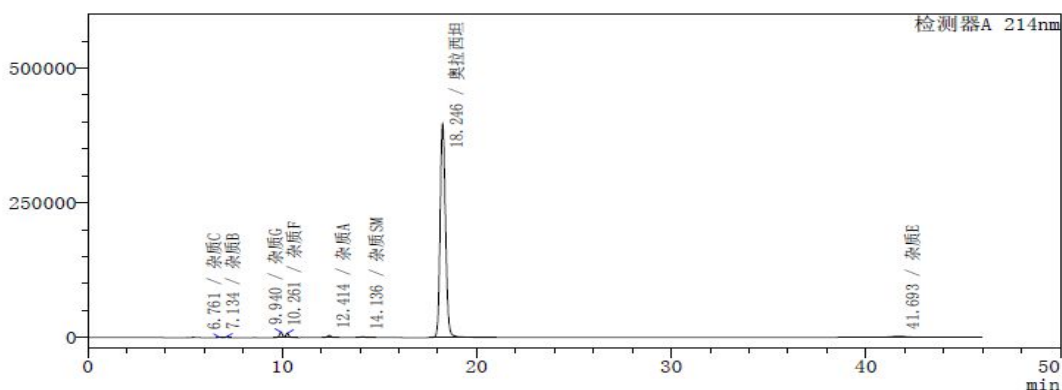
奥拉西坦

● 谱图和数据:

1. 混标

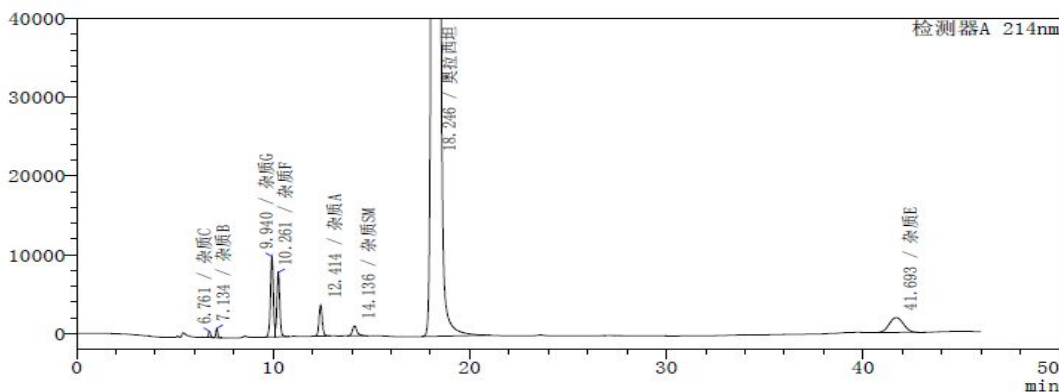
1.1 全量程

uV



1.2 部分量程

uV



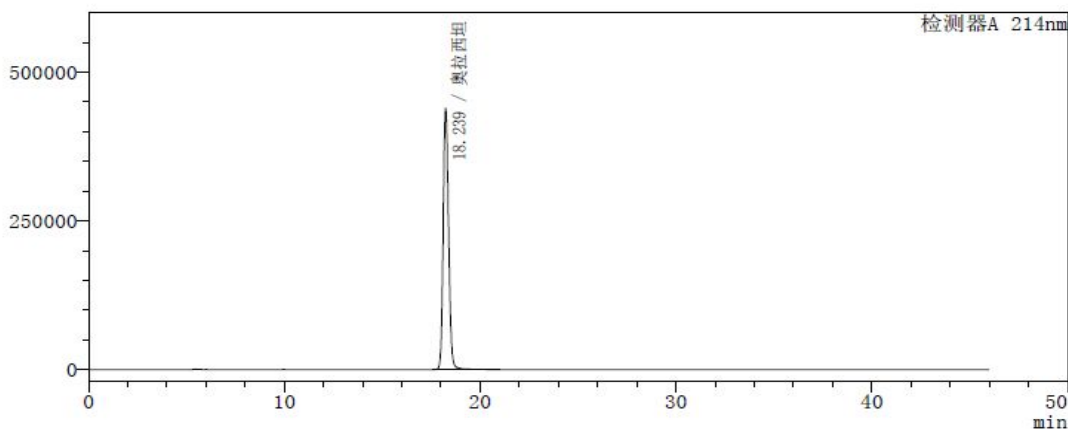
检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	6.761	5507	784	18601	1.121	—	杂质C
2	7.134	7524	1210	26040	1.002	1.989	杂质B
3	9.940	104634	10213	21210	—	12.477	杂质G
4	10.261	82651	8183	22882	—	1.178	杂质F
5	12.414	45180	3950	26644	1.068	7.480	杂质A
6	14.136	20714	1265	18786	1.332	4.807	杂质SM
7	18.246	7647807	397399	21052	1.153	8.978	奥拉西坦
8	41.693	93773	1871	15684	1.031	25.560	杂质E
总计		8007789	424875				

2. 样品

2.1 全量程

uV



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:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

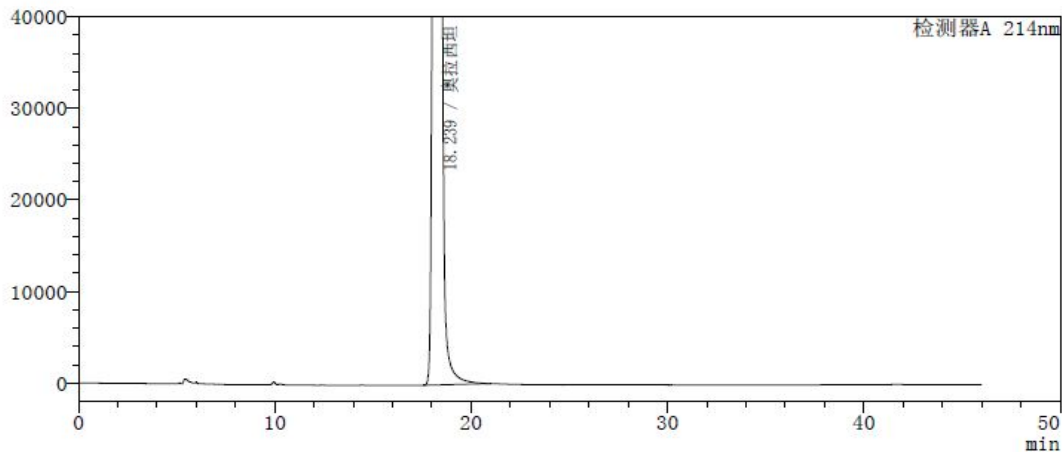
Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

2.2 部分量程

uV

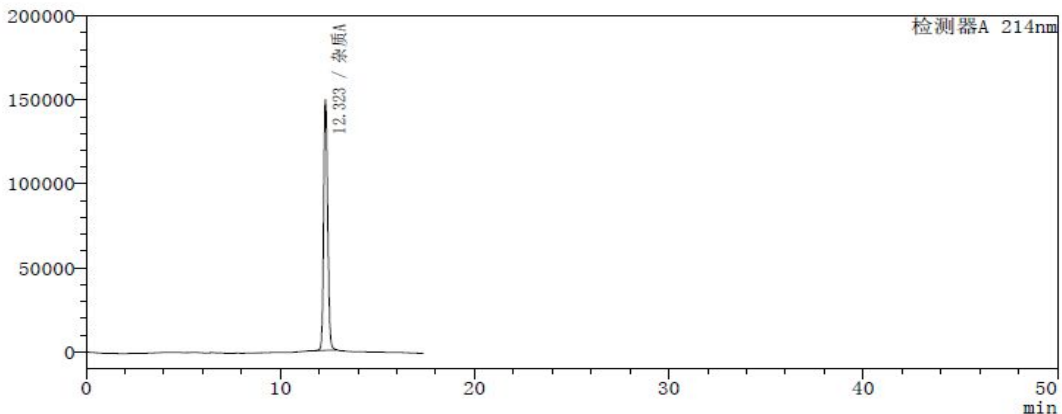


检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	18.239	8457851	439357	20968	1.164	--	奥拉西坦
总计		8457851	439357				

3、杂质 A

uV

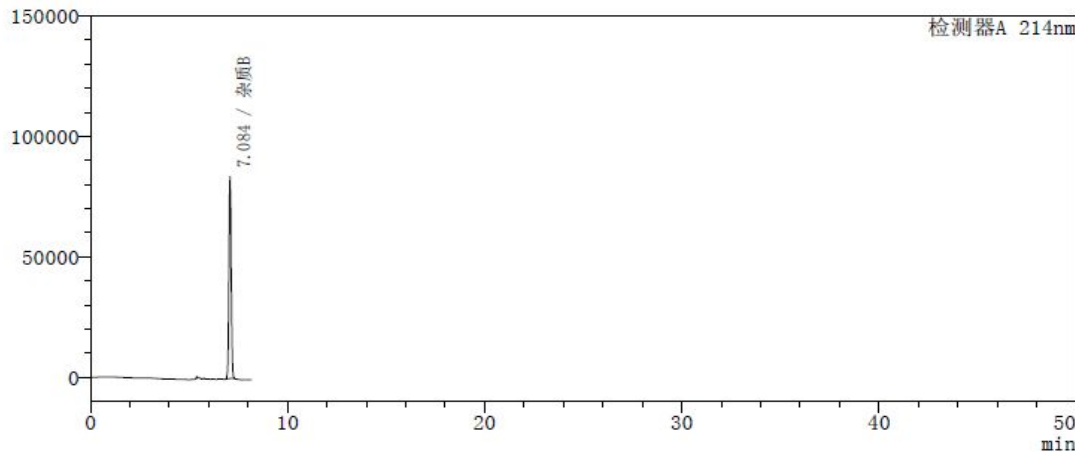


检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	12.323	2158261	149541	16489	1.159	--	杂质A
总计		2158261	149541				

4、杂质 B

uV



检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	7.084	658532	83974	16931	1.047	--	杂质B
总计		658532	83974				

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。

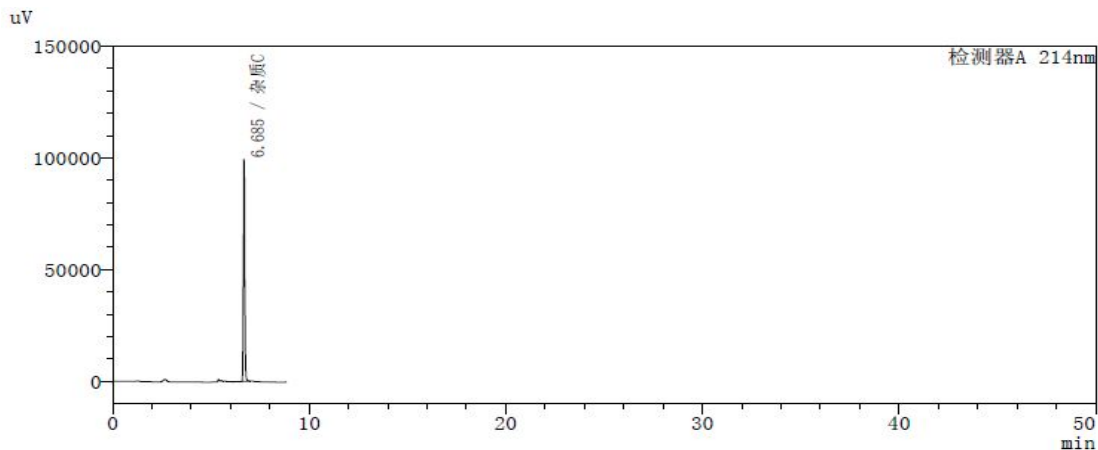
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

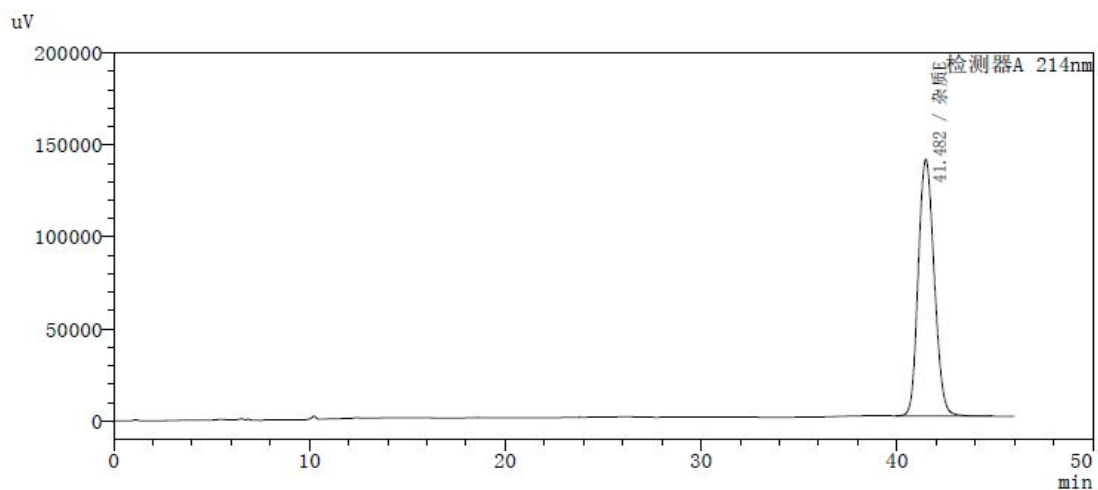
E-mail:guodeyong@welchmat.com

5、杂质 C



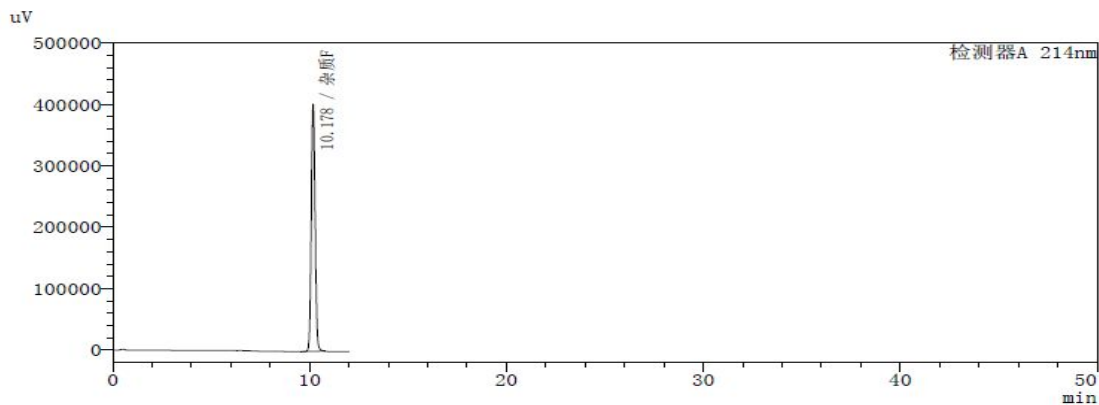
检测器A 214nm							
峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	6.685	471193	99643	36874	1.134	--	杂质C
总计		471193	99643				

6、杂质 E



检测器A 214nm							
峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	41.482	7899819	139320	12417	1.135	--	杂质E
总计		7899819	139320				

7、杂质 F



检测器A 214nm							
峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	10.178	5427105	401229	12757	1.079	--	杂质F
总计		5427105	401229				

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。

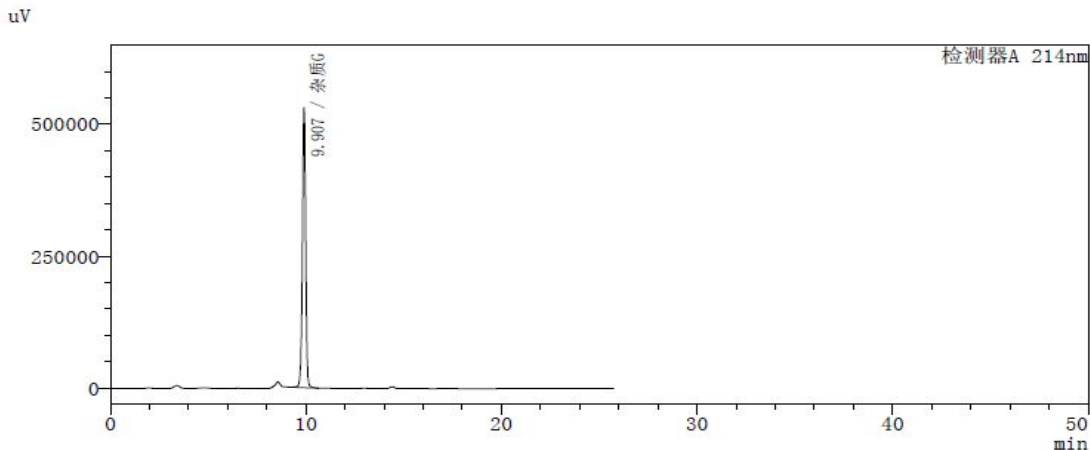
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

邮编: 321000

Tel:400-808-6760

E-mail:guodeyong@welchmat.com

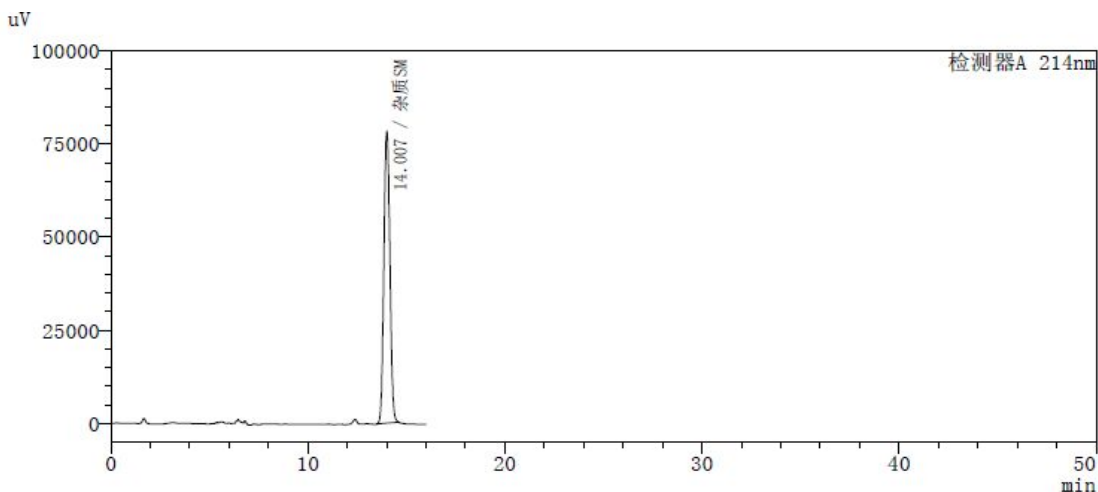
8、杂质 G



检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	9.907	6130732	531455	16886	0.966	--
总计		6130732	531455			

9、杂质 SM



检测器A 214nm

峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)	化合物名
1	14.007	1648929	78342	9995	1.066	--	杂质SM
总计		1648929	78342				

● 结论:

月旭 Ultimate®Lilic-NH₂ (4.6×150mm, 5μm) 与 Ultimate®LP-C18 (4.6×150mm, 5μm) 在此色谱条件下可以检测除开杂质 D 外别的杂质。

● 色谱条件二:

色谱柱:	月旭 Ultimate®LP-C8 (4.6×250mm, 5µm)
流动相	0.2%磷酸水溶液
检测波长:	214nm
柱温:	室温
流速:	1.0ml/min
进样量:	10µl
注意事项:	/

● 流动相配置:

流动相: 500ml 水中加磷酸 1ml, 摇匀, 过滤即可;

● 样品处理方法:

杂质 A: 取杂质 A 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 D: 取杂质 D 适量, 用水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 E: 取杂质 E 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 F: 取杂质 F 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

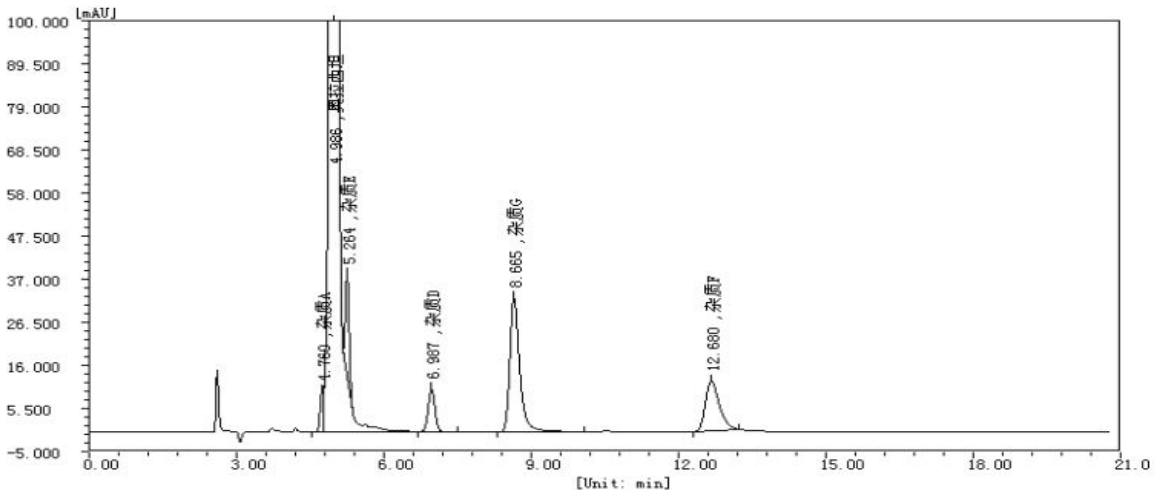
杂质 G: 取杂质 G 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 1mg/ml 的溶液;

杂质 SM: 取杂质 G 适量, 用 50%乙腈水溶解稀释制成 2mg/ml 的溶液;

混标: 取奥拉西坦 10mg 至 10ml 容量瓶中, 分别加上述杂质 A、D、E、SM100ul, 杂质 F、G 各 50ul, 用流动相稀释溶解至刻度, 摇匀即可;

● 谱图和数据:

1. 混标



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:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

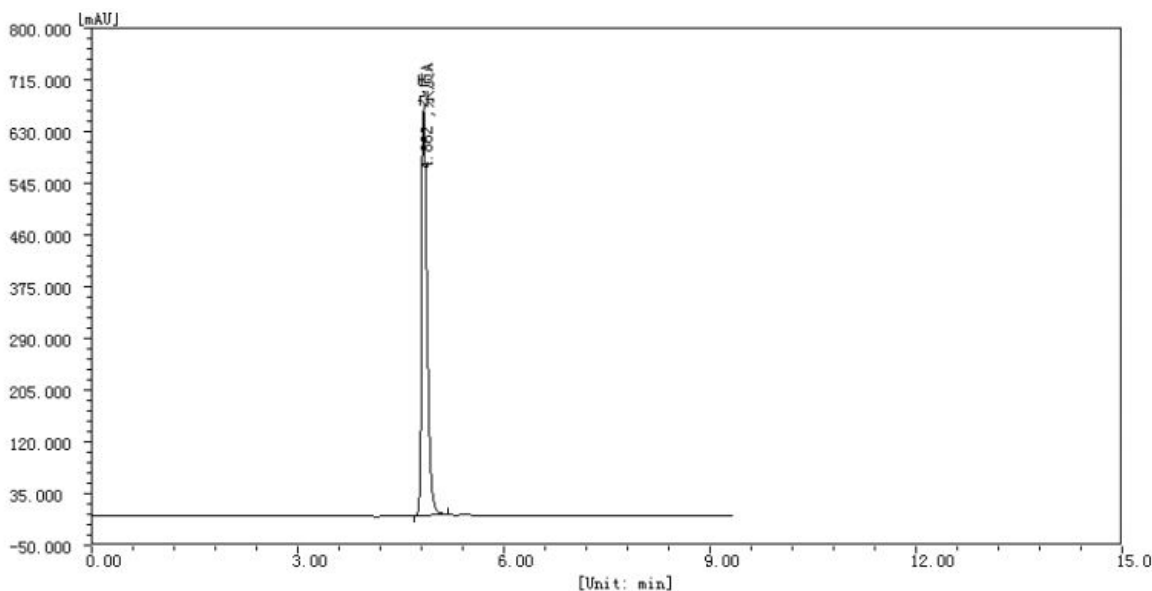
分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质A	4.760	0.072	10358.0	46580.8	0.3968	0.3968	VV
2	奥拉西坦	4.986	0.111	1456710.8	10751674.8	91.5950	91.5950	SVV
3	杂质E	5.264	0.085	24386.5	129471.5	1.1030	1.1030	TBB
4	杂质D	6.987	0.149	10574.5	102208.0	0.8707	0.8707	TBB
5	杂质G	8.665	0.201	32874.3	464358.5	3.9559	3.9559	BB
6	杂质F	12.680	0.301	12285.9	243988.3	2.0786	2.0786	BB
总计:				1547190.2	11738280.9	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质A	4.760	0.072	24442	0.000	0.622
2	奥拉西坦	4.986	0.111	11245	1.457	1.091
3	杂质E	5.264	0.085	21084	1.672	0.930
4	杂质D	6.987	0.149	12236	8.668	1.000
5	杂质G	8.665	0.201	10261	5.645	1.398
6	杂质F	12.680	0.301	9830	9.410	1.510

2、杂质A



分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质A	4.862	0.097	665893.8	4254461.5	100.0000	100.0000	BB
总计:				665893.8	4254461.5	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质A	4.862	0.097	13918	0.000	1.328

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。

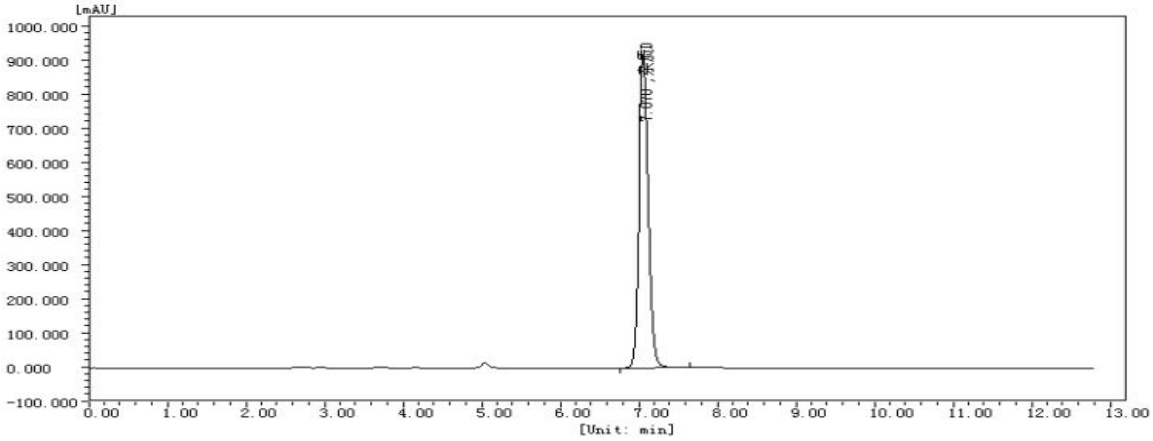
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

3、杂质D



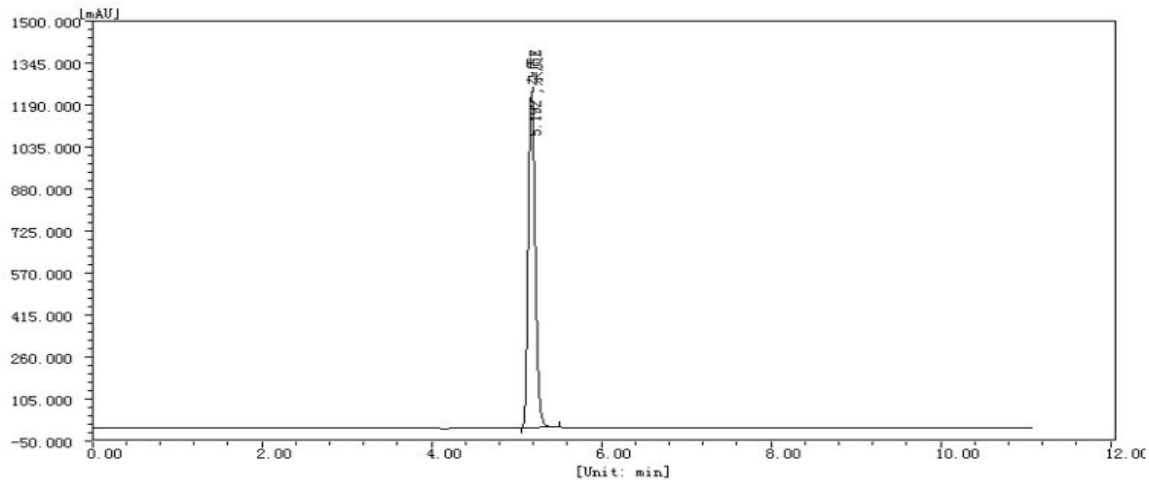
分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质D	7.070	0.138	916559.0	8195648.8	100.0000	100.0000	BB
总计:				916559.0	8195648.8	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质D	7.070	0.138	14612	0.000	1.113

4、杂质E



分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质E	5.192	0.089	1241618.5	7154409.0	100.0000	100.0000	BB
总计:				1241618.5	7154409.0	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质E	5.192	0.089	18713	0.000	1.209

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。

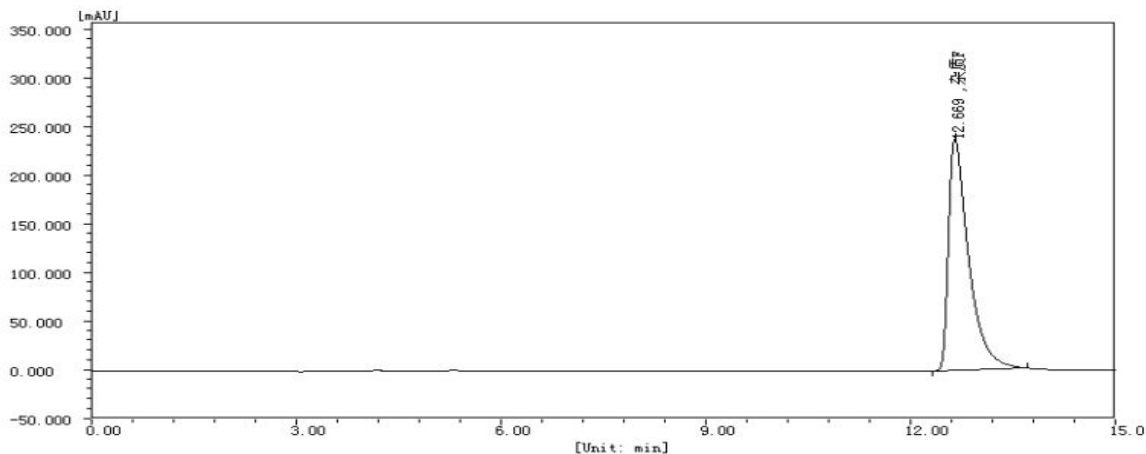
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

5、杂质F



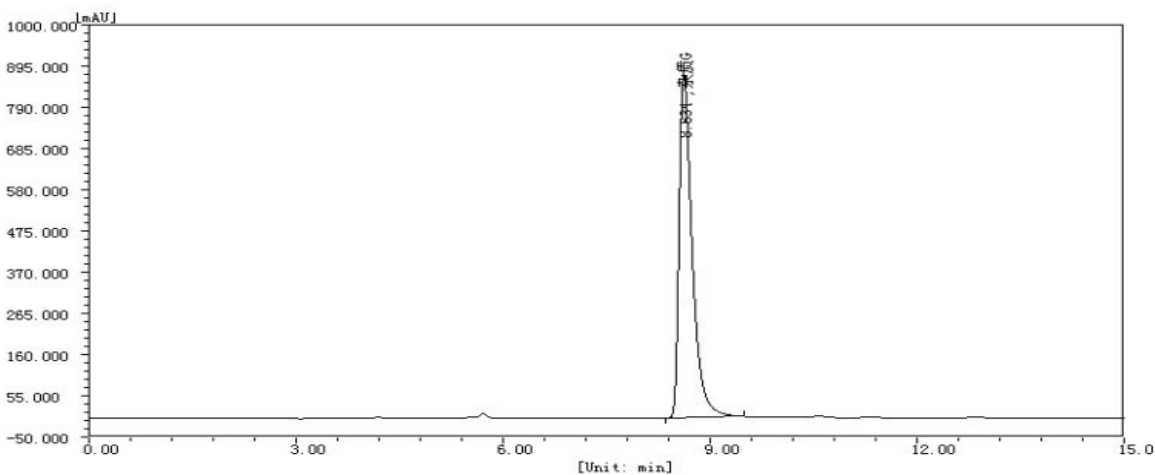
分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质F	12.669	0.296	238901.0	4886831.4	100.0000	100.0000	BB
总计:				238901.0	4886831.4	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质F	12.669	0.296	10148	0.000	2.158

6、杂质G



分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1	杂质G	8.634	0.191	877841.4	11533494.9	100.0000	100.0000	BB
总计:				877841.4	11533494.9	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1	杂质G	8.634	0.191	11321	0.000	1.782

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。

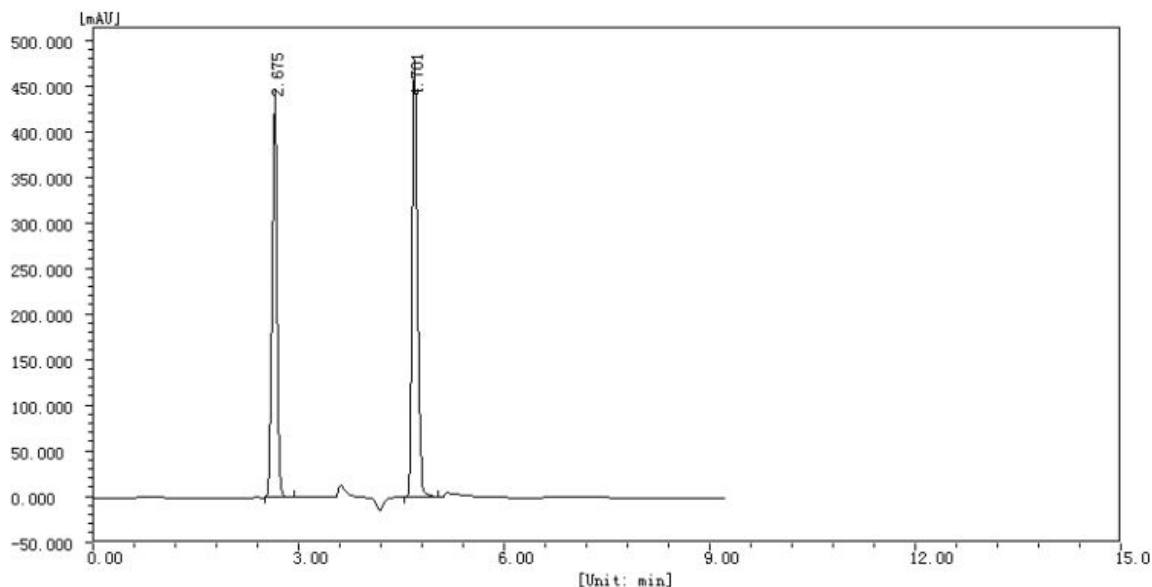
Add:浙江省金华市仙缘路 855 号研发展示中心 01 号 6 楼

Tel:400-808-6760

邮编: 321000

E-mail:guodeyong@welchmat.com

7、杂质SM



分析结果

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	峰面积 [%]	含量 [%]	峰类型
1		2.675	0.075	439799.7	2177274.9	45.1196	45.1196	BB
2		4.701	0.085	472179.4	2648291.9	54.8804	54.8804	BB
总计:				911979.1	4825567.0	100.0000	100.0000	

系统评价

峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	理论塔板数	分离度	拖尾因子
1		2.675	0.075	7110	0.000	0.920
2		4.701	0.085	16947	14.943	1.313

● 结论:

月旭 Ultimate®LP-C8 (4.6×250mm, 5µm),在杂质 A、杂质 E、杂质 SM、杂质 B、杂质 C 测定效果不好,可用于主成分中杂质 D、杂质 G、杂质 F 的检测。

报告签字

测试: 郭德勇

日期: 2015/09/16

审核: 陈再洁

日期: 2015/09/16