

## 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	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-20AD

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate®Plus C18 (4.6*250mm, 5 μm)
流动相:	0.025mol/L 磷酸溶液: 乙腈=87: 13 (用三乙胺调节 PH=3.00)
检测波长:	278nm
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

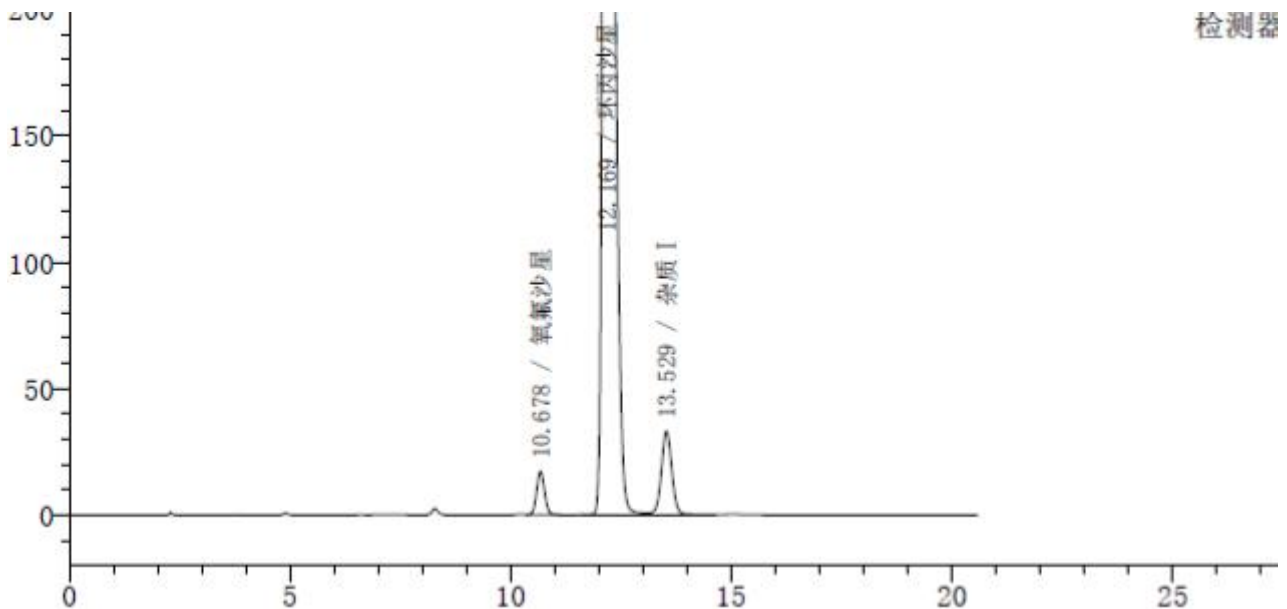
流动相: 0.025mol/L 磷酸溶液: 乙腈=87: 13 (用三乙胺调节 PH=3.00)

## ● 对照溶液的配置:

对照溶液: 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 中含氧氟沙星 5 μg、环丙沙星 0.1mg 和杂质 I 10 μg 的混合溶液。

## ● 谱图和数据:

### 1. 对照溶液



### <峰表>

检测器A 278nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	面积%	分离度(USP)
1	10.678	氧氟沙星	211684	17105	2.010	--
2	12.169	环丙沙星	9772287	616709	92.812	3.901
3	13.529	杂质 I	545135	32983	5.177	3.154
总计			10529105	666798	100.000	

## ● 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)	3.901	3.154
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

## ● 检测方法

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

**【含量测定】**照高效液相色谱法(中国药典 2010 年版二部附录 V D)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 0.025mol/L 磷酸溶液-乙腈 (87:13) (用三乙胺调节 pH 值至 3.0±0.1) 为流动相。检测波长为 278nm; 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, 用流动相溶解并稀释制成每 1ml 中约含氧氟沙星 5µg、环丙沙星 0.1mg 和杂质 I 10µg 的混合溶液, 取 20µl 注入液相色谱仪, 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 峰的分离度均应符合要求。

**测定法** 取本品 10 枚, 精密称定, 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 (约相当于环丙沙星 0.2g), 置 200ml 量瓶中, 加流动相适量, 振摇使溶解并稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 5ml, 置 50ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 20µl 注入液相色谱仪, 记录色谱图; 另取环丙沙星对照品, 同法测定。按外标法以峰面积计算供试品中  $C_{17}H_{18}FN_3O_3$  的含量。

## 报告签字

测试: 李良翔

日期: 2014-11-10

审核: 薛昆鹏

日期: 2014-11-10