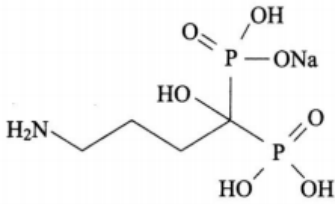




测试报告

样品信息			
样品名称	阿仑膦酸钠口服液	样品性状	液体
收样日期	2025/02/28	测试期间	2025/03/04~03/12
测试成分及结构式			
 阿仑膦酸钠			
实验要求			
优化方法使阿仑膦酸钠峰塔板数大于 4000，并与辅料峰完全分开			
参考方法			
客户方法及药典方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
纯水	二级	月旭	
草酸	分析纯	阿拉丁	
柠檬酸钠	分析纯	阿拉丁	
甲醇	色谱纯	月旭	
磷酸二氢铵	分析纯	麦克林	
四丁基硫酸氢铵	分析纯	阿拉丁	
乙二胺四乙酸二钠钙水合物	分析纯	阿拉丁	
氢氧化钠	分析纯	阿拉丁	
仪器信息			
测试仪器		仪器型号	
高效液相色谱仪		岛津 LC20ADXR	

1. 试验过程

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:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

Web:www.welchmat.com



1.1. 方法 1

1.1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate XB-SAX (4.6×250mm,5μm)	
流动相:	6mmol/L 草酸水溶液	
流速:	1.2 ml/min	
进样量:	10μL	
柱温:	35℃	
检测器:	示差折光	
池温:	35℃	
洗脱程序	时间 (min)	6mmol/L 草酸水溶液
	0	100 %
	20	100 %
注意事项	/	

1.1.2. 溶液配制

1.1.2.1. 流动相配制

称取 0.54g 草酸, 加 1000ml 水溶解, 过滤, 即得。

1.1.2.2. 空白溶液的配制

称取柠檬酸钠 2.06g, 加水 100ml 溶解, 即得。(约 21mg/ml)

1.1.2.3. API 对照溶液的配制

称取阿仑膦酸钠 API 12mg 至 10ml 量瓶中, 加空白溶液溶解并定容至刻度, 摇匀, 即得。

1.1.2.4. 供试品溶液的配制

使用阿仑膦酸钠口服液 (其中阿仑膦酸钠的浓度约为 1.2mg/ml, 柠檬酸钠的浓度约为 21mg/ml, 还含有糖精钠等其他少量辅料)。

1.1.3. 谱图和数据

(1) 空白溶液色谱图:

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: 上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

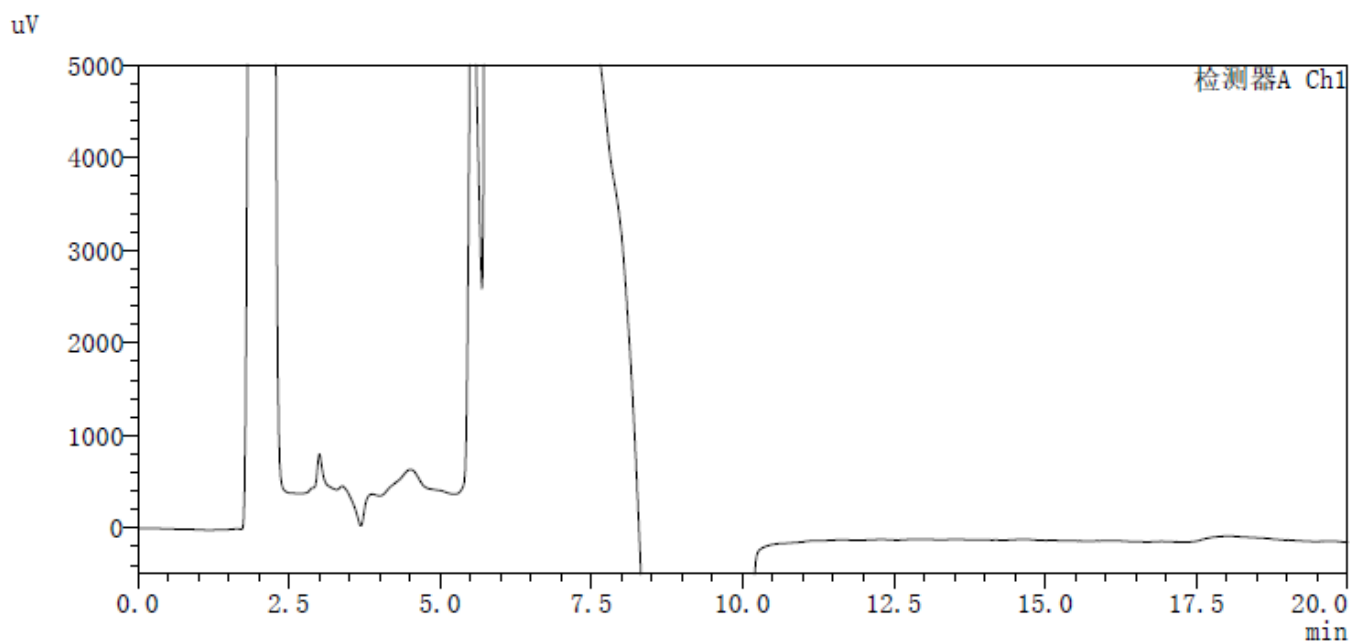
Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

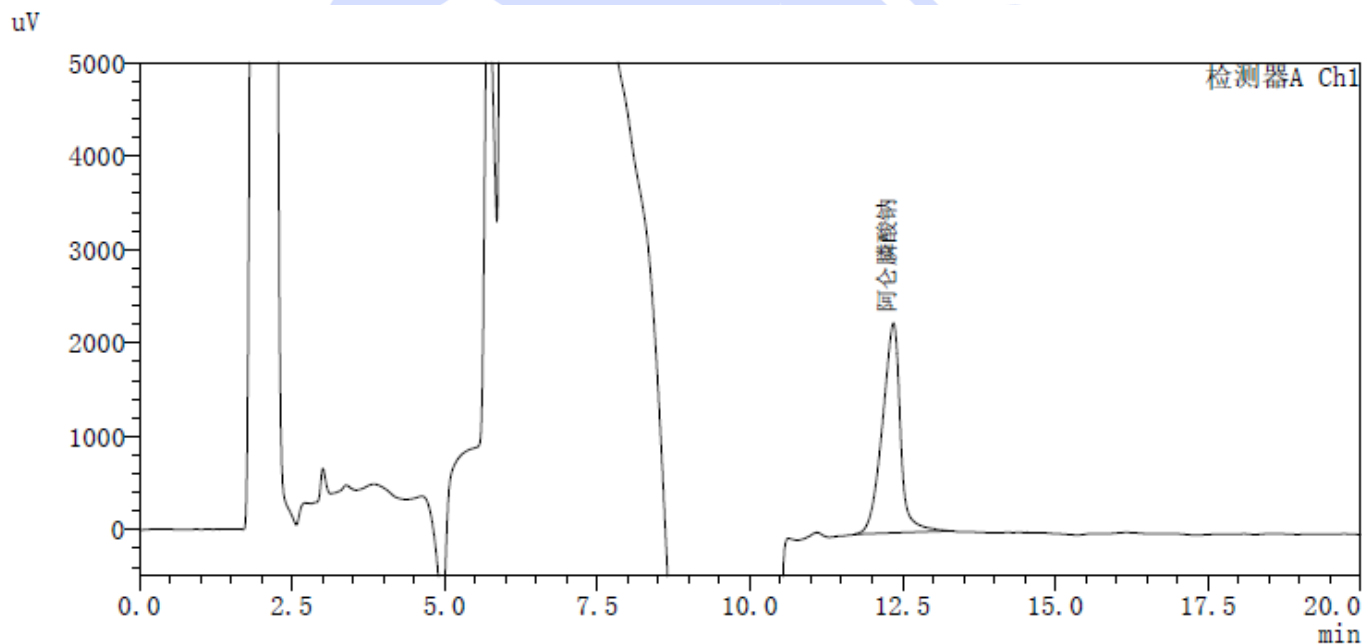
邮编: 321000

邮编: 211500

Web: www.welchmat.com



(2) API 对照溶液色谱图:



<峰表>

检测器A Ch1

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	阿仑膦酸钠	12.35	46371	100.00	8592	0.90	--
总计			46371	100.00			

(3) 供试品溶液色谱图:

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:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

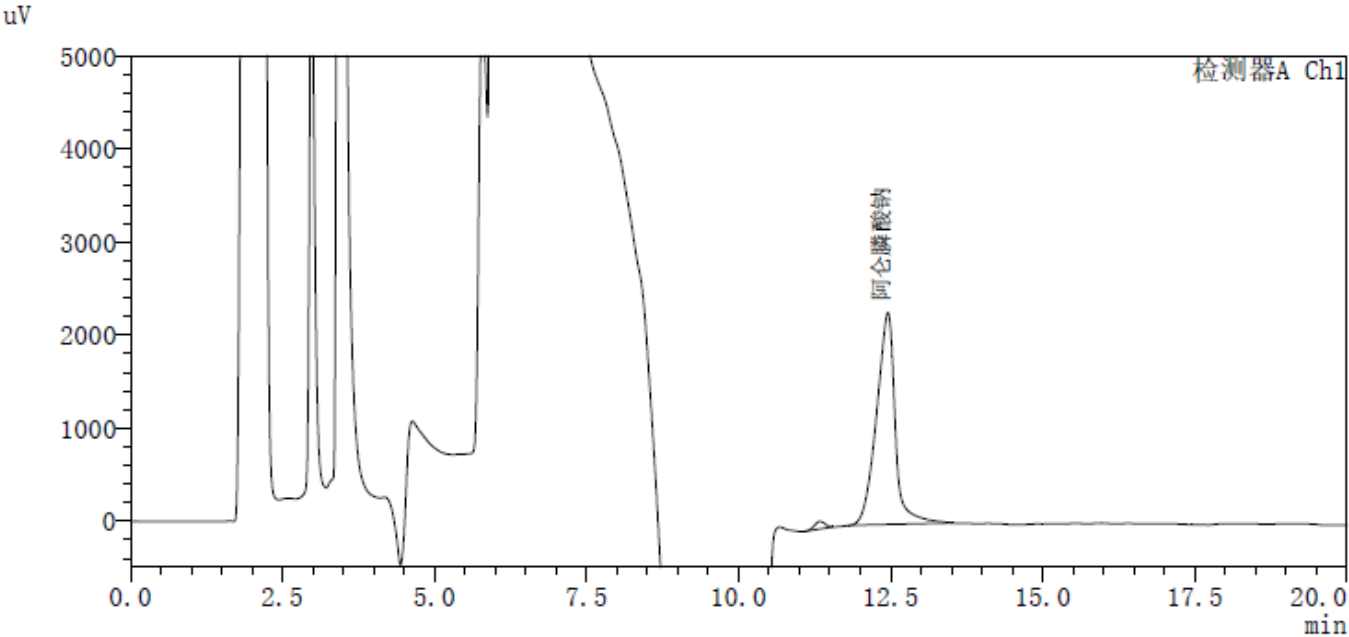
Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

Web:www.welchmat.com



<峰表>

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		11.34	1005	2.02	18323	0.97	--
2	阿仑膦酸钠	12.45	48797	97.98	8278	0.94	2.5
总计			49802	100.00			

1.2. 方法 2

1.2.1. 色谱条件

色谱柱:	AdvanChrom XT-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相:	缓冲液: 甲醇 90: 10		
流速:	1.0 ml/min		
进样量:	20μL		
柱温:	30℃		
检测器:	示差折光		
池温:	35℃		
洗脱程序	时间 (min)	缓冲液: 甲醇 90: 10	甲醇
	0	100%	0
	10	100%	0
	10.01	50%	50%
	20	50%	50%

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:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

Web:www.welchmat.com



	20.01	100%	0
	45	100%	0
注意事项	缓冲液: 甲醇 90: 10 条件下, 辅料柠檬酸钠出峰较慢, 10 分钟后 B 相甲醇增加 50%, 目的是快速将柠檬酸钠洗脱下来		

1.2.2. 溶液配制

1.2.2.1. 缓冲液的配制

称取 0.58g 磷酸二氢铵、1.70g 四丁基硫酸氢铵、0.56g 乙二胺四乙酸二钠钙水合物, 加 1000ml 水溶解, 用 6mol/L 氢氧化钠调节 pH 至 7.2, 过滤, 即得。

1.2.2.2. 空白溶液的配制

称取柠檬酸钠 2.06g, 加水 100ml 溶解, 得柠檬酸钠母液 (约 21mg/ml)。精密移取母液 5ml 至 10ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 得空白溶液。

1.2.2.3. API 对照溶液的配制

称取阿仑膦酸钠 API 12mg 至 10ml 量瓶中, 加柠檬酸钠母液溶解并定容至刻度, 摇匀, 精密移取 5ml 至 10ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。

1.2.2.4. 供试品溶液的配制

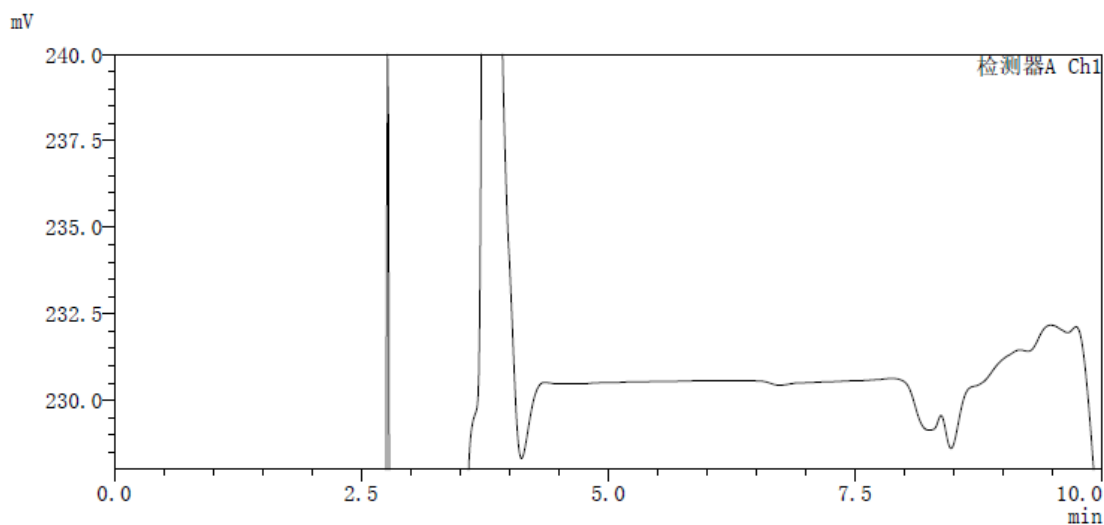
精密移取阿仑膦酸钠口服液 5ml 至 10ml 量瓶中, 加流动相稀释至刻度, 摇匀, 即得。。

1.2.3. 谱图和数据

(1) 空白溶液色谱图:



<色谱图>

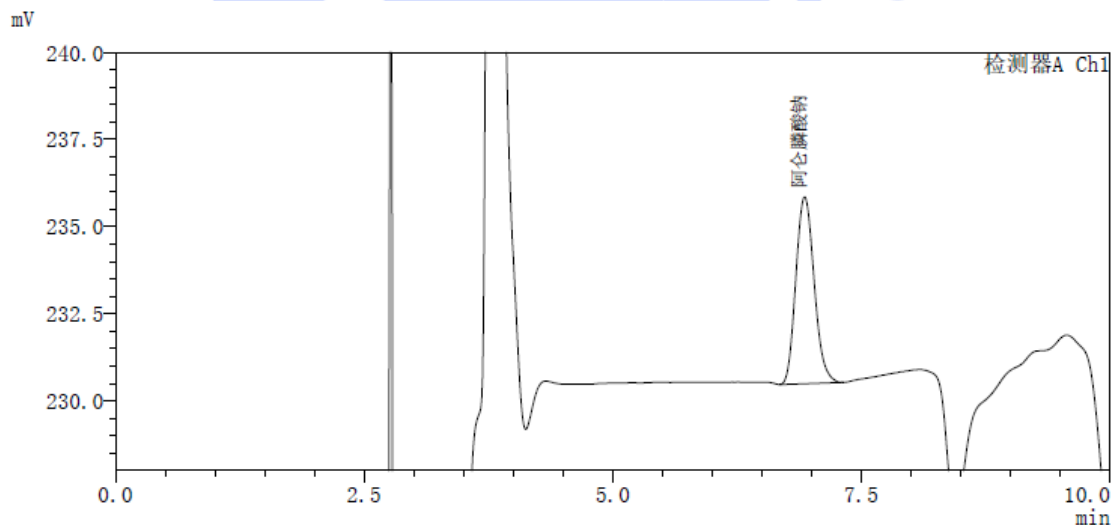


<峰表>

检测器A Ch1

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
总计							

(2) API 对照溶液色谱图:



<峰表>

检测器A Ch1

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	阿仑膦酸钠	6.93	68715	100.00	6585	1.16	--
总计			68715	100.00			

(3) 供试品溶液色谱图:

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:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

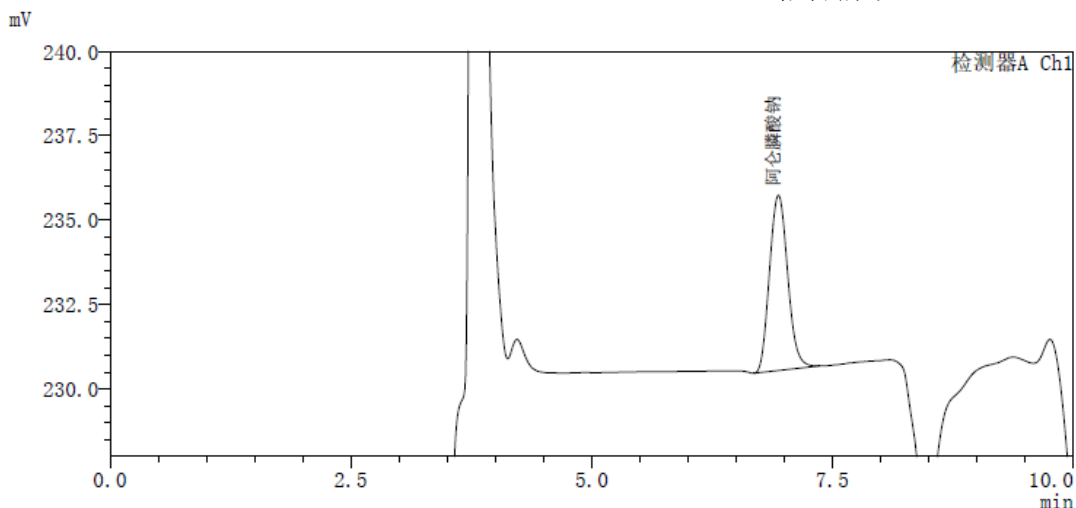
Tel:400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

Web:www.welchmat.com



<峰表>

检测器A Ch1

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	阿仑膦酸钠	6.94	68280	100.00	6265	1.13	—
总计			68280	100.00			

1.3. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-SAX 色谱柱 (4.6×250mm, 5μm), 在此色谱条件下分析阿仑膦酸钠口服液, 阿仑膦酸钠保留时间约为 12.5min, 理论塔板数大于 8000 且不受空白辅料干扰。

使用月旭 AdvanChrom XT-C18 色谱柱, 分析阿仑膦酸钠口服液, 出峰时间与 Ulitimate XB-C18 基本一致, 塔板数更高。拖尾因子更小。

两种条件均能满足客户检测要求, 从保留时间重现性、方法稳定性和柱寿命角度看, 建议优选采用月旭 AdvanChrom XT-C18 色谱柱的方法。

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: 上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园.紫荆园10号楼

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel: 400-810-6969

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

Web: www.welchmat.com