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	有关物质		
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，5μm）
流动相：	流动相 A：12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钾溶液-乙腈-水=0.5:50:50:900 流动相 B：12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钾溶液-乙腈-水=0.5:50:400:600
检测波长：	254nm
柱温：	35℃
流速：	1.0ml/min
进样量：	20μl

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

注意事项：	

● 流动相配置：

流动相 A：12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钾溶液-乙腈-水=0.5:50:50:900

流动相 B：12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸氢二钾溶液-乙腈-水=0.5:50:400:600

运行梯度：

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	85	15
10	85	15
20	0	100
110	0	100
115	85	15
125	85	15

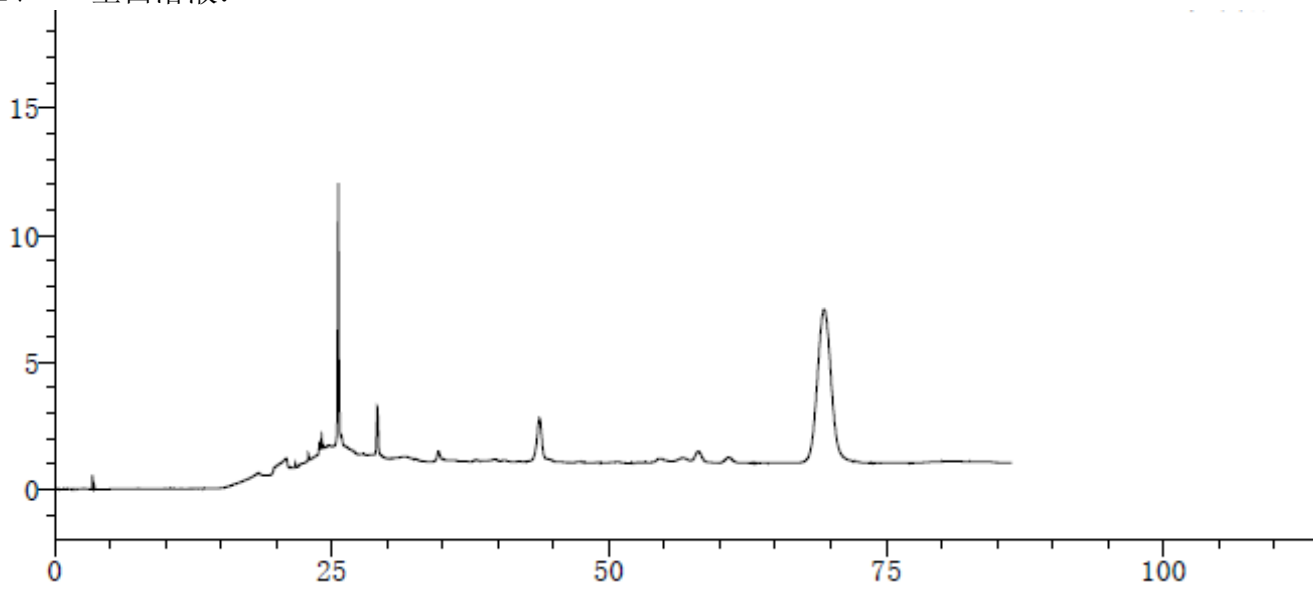
● 样品溶液的配置：

供试品溶液：精密称取样品内容物（相当于氨苄西林 75mg），至 25ml 容量瓶中，加临用新制的 0.5%碳酸钠溶液 2.5ml 溶解后，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，过滤。
对照溶液：精密移取供试品溶液 1.0ml 至 100ml 容量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度。

灵敏度溶液：精密称取对照溶液 5ml 置 50ml 容量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度。
系统适用性溶液：取氨苄西林系统适用性对照品，加流动相 A 溶解稀释制成每 1ml 中含 2mg 的溶液。

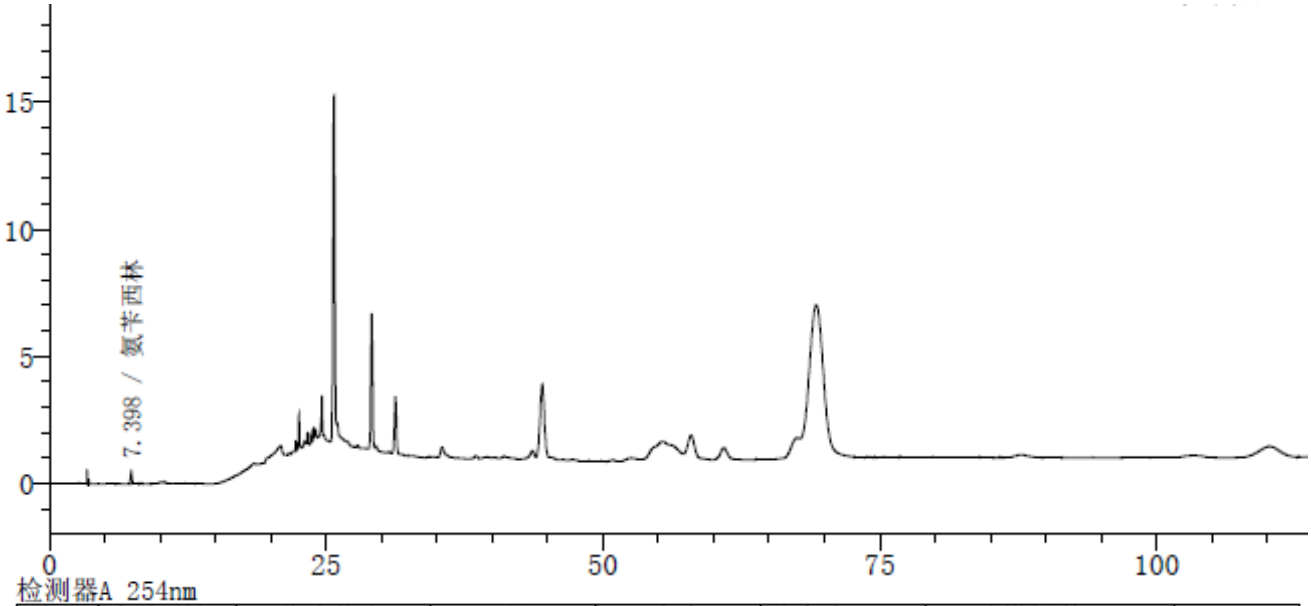
● 谱图和数据：

1、　空白溶液：



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

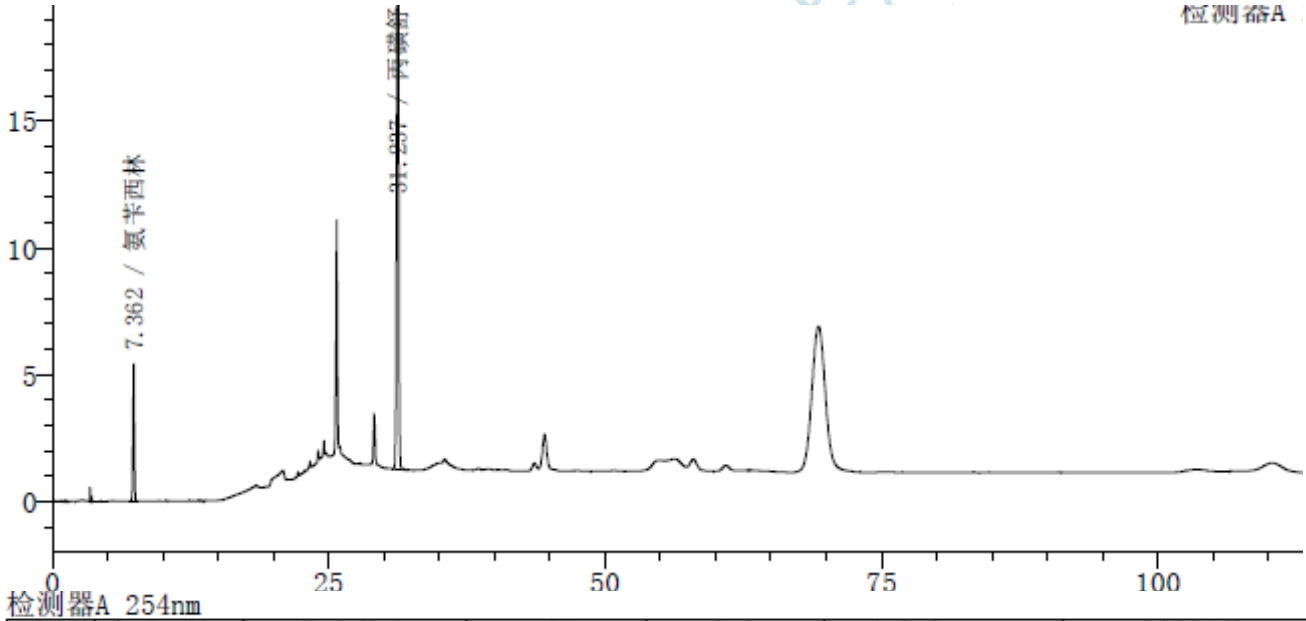
2、　灵敏度溶液：



检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)	理论塔板数(USP)	S/N
1	7.398	氨苄西林	4308	513	--	16369	147.73
总计			4308	513			

3、　对照溶液：

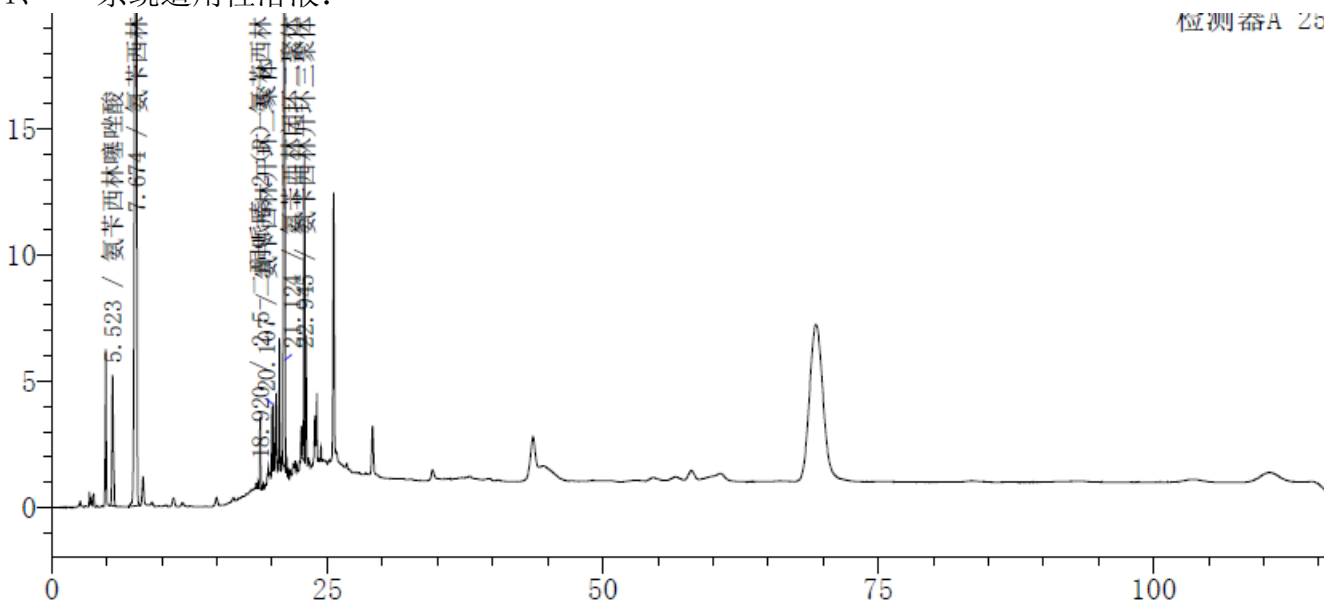


检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)	理论塔板数(USP)
1	7.362	氨苄西林	45551	5420	--	16445
2	31.237	丙磺舒	286077	24083	87.178	154289
总计			331627	29503		

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**

4、　系统适用性溶液：



检测器A 254nm

峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	分离度(USP)
1	5.523	氨苄西林噻唑酸	43617	5196	--
2	7.674	氨苄西林	568835	51883	8.158
3	18.920	2,5-二酮哌嗪-2（R）氨苄西林	13953	2856	49.542
4	20.107	氨苄西林开环二聚体	11471	2587	8.442
5	21.124	氨苄西林闭环二聚体	262996	41662	6.198
6	22.945	氨苄西林开环三聚体	77021	12195	9.748
总计			977893	116379	

- **结论**

灵敏度溶液的 S/N=147.73＞10，系统适用性图谱与标准图谱一致。满足要求

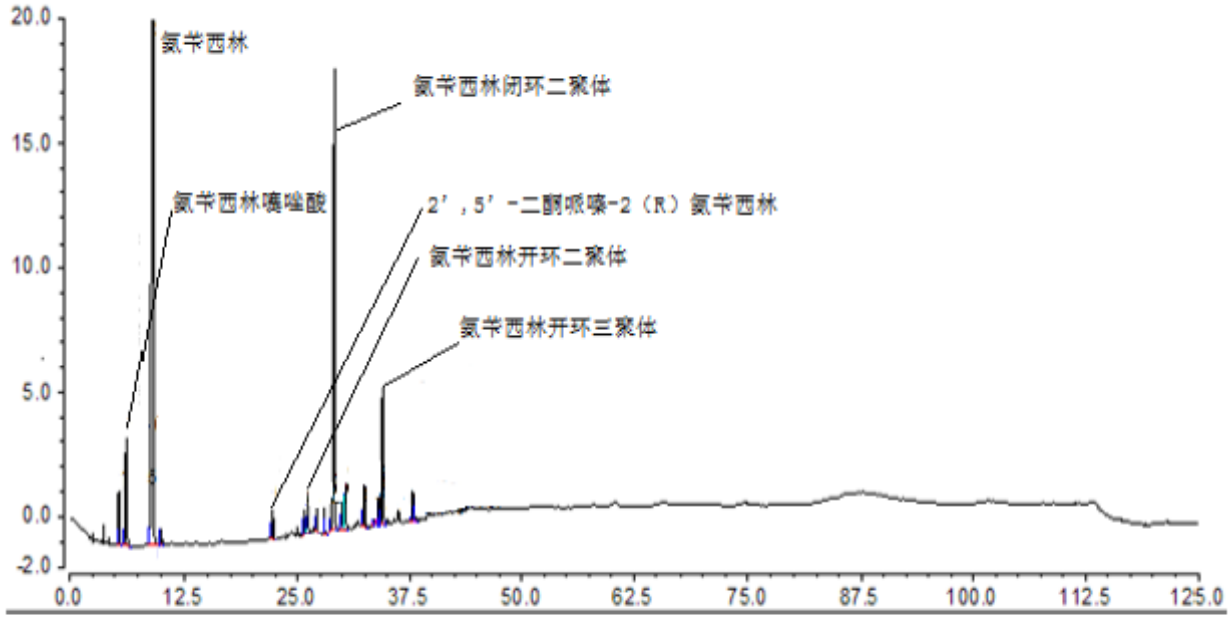
- **检测方法**

有关物质　取装量差异项下的内容物适量（约相当于氨苄西林，按 $C_{16}H_{19}N_3O_4S$ 计 75mg），精密称定，置 25ml 量瓶中，加临用新制的 0.5%碳酸钠溶液 2.5ml 溶解后，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，滤过，取续滤液作为供试品溶液（临用新制）；精密量取 1ml，置 100ml 量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，作为对照溶液；量取 5ml，置 50ml 量瓶中，用流动相 A 稀释至刻度，摇匀，作为灵敏度溶液。照高效液相色谱法（中国药典 2010 年版二部附录 V D）试验，用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂；流动相 A 为 12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水（0.5：50：50：900）；流动相 B 为 12%醋酸溶液-0.2mol/L 磷酸二氢钾溶液-乙腈-水（0.5：50：400：550）；检测波长为 254nm。先以流动相 A-流动相 B（85：15）等度洗脱，待氨苄西林峰洗脱完毕后立即按下表进行线性梯度洗脱。取氨苄西林系统适用性对照品适量，加流动相 A 溶解并稀释制成每 1ml 中约含

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

2mg 的溶液，取 20μl 注入液相色谱仪，记录的色谱图应与标准图谱一致。取灵敏度溶液 20μl 注入液相色谱仪，氨苄西林峰峰高的信噪比应大于 10。立即精密量取供试品溶液与对照溶液各 20μl，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，单个杂质峰面积不得大于对照溶液中两个主峰面积和的 2 倍（2.0%），各杂质峰面积的和不得大于对照溶液中两个主峰面积和的 5 倍（5.0%）。供试品溶液色谱图中任何小于灵敏度溶液中氨苄西林峰面积的峰忽略不计。

时间（分钟）	流动相 A （%）	流动相 B（%）
0	85	15
10	0	100
100	0	100
105	85	15
115	85	15



有关物质氨苄西林系统适用性对照品标准图谱

报告签字

测试：　李良翔　　日期：2015-07-07

审核：　薛昆鹏　　日期：2015-07-07

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**