



美国药典/欧洲药典原料药

液相色谱应用图集

# 前言

随着我国医药产业的不断发展，越来越多制药企业具有出口能力，化学原料药(API)更是出口到一百多个国家，年出口量数百万吨，创年出口金额一百多亿美元。对于出口化学原料药的质量控制来说，遵循的标准基本以美国药典(USP)或者欧洲药典(EP)为主。

赛默飞一直秉承用户满意度第一、技术创新第一、产品质量第一的企业宗旨，为全球广大客户提供服务。我们选择了年出口量位居前列的化学原料药品种，完全按照USP或者EP的方法，在赛默飞的仪器设备及色谱柱(Hypersil GOLD、Synchronis及Acclaim)上完成含量测定及杂质检测项目。并将实验结果编辑成应用文集分享给大家，希望能对广大客户的实验带来帮助。

Hypersil GOLD 色谱柱是超过 30 年 HPLC 色谱柱生产经验的结晶，专为提升色谱柱性能而设计。高纯Hypersil GOLD硅胶在通过ISO9001:2000认证的工厂中生产、键合和装填，遵从严格的生产规程和复杂的质量控制测试，保证了色谱柱始终如一的高品质和优异的批次重现性。采用专利的键合技术，保证您在分析酸性或者碱性化合物时均能得到出色的色谱峰型。Hypersil GOLD 提供12种不同的化学键合相，包括正相、反相、离子交换及HILIC等。而且12种键合相均1.9 $\mu$ m粒径提供。

Synchronis 色谱柱每个批次生产均对硅胶的粒径、孔径、比表面积及金属杂质含量进行了严格控制，其金属杂质含量极低。Synchronis 色谱柱采用100 Å 高纯硅胶作为基质，比表面积为320m<sup>2</sup>/g，更高的比表面积使具有不同疏水性的分析物能够得到更好的保留，提高分离能力，还可增加上样量。

Acclaim 系列色谱柱专注于高效分离，采用120 Å 孔径的超纯硅胶为基质。具有多种键合相，包括常用的 C18, C8, 极性C18, C30 以及各种特定类型化合物分析专用的键合相。具有同时分离离子（阴或阳）及非离子型化合物的混合基质以及同时具有阴阳离子交换及反相功能的三重基质键合相。还具有用于表面活性剂、爆炸物、有机酸及农残等专用的键合相，为各个行业的分析提供了广泛的选择性。

# 目录

|                           |      |
|---------------------------|------|
| 咖啡因杂质测定 (USP) .....       | (4)  |
| 咖啡因杂质测定 (EP) .....        | (5)  |
| 甲硝唑杂质测定 (USP) .....       | (6)  |
| 甲硝唑杂质测定 (EP) .....        | (7)  |
| 盐酸环丙沙星杂质测定 (USP) .....    | (8)  |
| 盐酸环丙沙星杂质测定 (EP) .....     | (9)  |
| 氧氟沙星杂质测定 (USP/EP) .....   | (10) |
| 左氧氟沙星含量及杂质测定 (USP) .....  | (11) |
| 阿莫西林钠杂质测定 (EP) .....      | (12) |
| 氨苄西林含量及杂质测定 (USP) .....   | (13) |
| 头孢曲松钠杂质测定 (USP/EP) .....  | (14) |
| 头孢氨苄含量测定 (EP) .....       | (15) |
| 头孢氨苄杂质测定 (EP) .....       | (16) |
| 头孢拉定杂质测定 (EP) .....       | (17) |
| 头孢他啶杂质测定 (EP) .....       | (18) |
| 布洛芬杂质测定 (USP) .....       | (19) |
| 布洛芬含量及杂质C测定 (USP) .....   | (20) |
| 布洛芬杂质测定 (EP) .....        | (21) |
| 酮洛芬杂质测定 (USP) .....       | (22) |
| 酮洛芬杂质测定 (EP) .....        | (23) |
| 盐酸四环素含量测定 (USP) .....     | (24) |
| 青霉素G钠含量测定 (USP) .....     | (25) |
| 克拉霉素杂质测定 (USP) .....      | (26) |
| 盐酸克林霉素含量测定 (USP) .....    | (27) |
| 盐酸克林霉素杂质测定 (USP/EP) ..... | (28) |
| 罗红霉素杂质测定 (EP) .....       | (29) |
| 林可霉素含量测定 (USP) .....      | (30) |
| 甲芬那酸含量测定 (USP) .....      | (31) |

|                                  |      |
|----------------------------------|------|
| 甲芬那酸杂质测定 (EP) .....              | (32) |
| 氨基环酸杂质测定 (USP) .....             | (33) |
| 吡拉西坦杂质测定 (EP) .....              | (34) |
| 卡马西平含量和杂质测定 (USP) .....          | (35) |
| 磺胺嘧啶杂质测定 (EP) .....              | (36) |
| 甲氧苄啶杂质测定 (USP) .....             | (37) |
| 甲氧苄啶杂质 (H、I) 测定 (EP) .....       | (38) |
| 甲氧苄啶杂质 (B、D、E、F、G) 测定 (EP) ..... | (39) |
| 氢氯噻嗪杂质测定 (EP) .....              | (40) |
| 洛伐他汀杂质A测定 (USP) .....            | (41) |
| 洛伐他汀杂质测定 (EP) .....              | (42) |
| 倍他米松含量测定 (USP) .....             | (43) |
| 倍他米松杂质测定 (EP) .....              | (44) |
| 异烟肼含量测定 (USP) .....              | (45) |
| 赖诺普利含量测定 (USP) .....             | (46) |
| 赖诺普利杂质测定 (EP) .....              | (47) |
| 非诺贝特杂质测定 (USP/EP) .....          | (48) |
| 螺内酯含量测定 (USP) .....              | (49) |
| 螺内酯杂质测定 (EP) .....               | (50) |
| 柳氮磺吡啶杂质测定 (EP) .....             | (51) |
| 苯磺酸氨氯地平杂质测定 (USP) .....          | (52) |
| 氯霉素含量测定 (USP) .....              | (53) |
| 拉米夫定含量测定 (USP) .....             | (54) |
| 非诺洛芬钙含量测定 (USP) .....            | (55) |
| 盐酸西替利嗪含量测定 (USP) .....           | (56) |
| 阿莫西林与克拉维酸钾片含量测定 (USP) .....      | (57) |

# 盐酸环丙沙星 (Ciprofloxacin Hydrochloride)

**检测项目:** 杂质测定 (USP38)

**样品制备:**

标准品溶液: 用流动相配制0.5mg/ml的盐酸环丙沙星标准品溶液。

系统适用性溶液: 用流动相配制含0.025mg/ml环丙沙星乙酰胺类似物的溶液, 取1ml此溶液置10ml容量瓶, 用标准品溶液稀释至刻度。

样品溶液: 用流动相配制0.5mg/ml的盐酸环丙沙星溶液。

**色谱条件:**

仪器: UltiMate 3000 LC

色谱柱: Acclaim 120 C18 (4.6\*250mm, 5 μm)

货号: 059149

流动相: 乙腈: 溶液A (13:87)

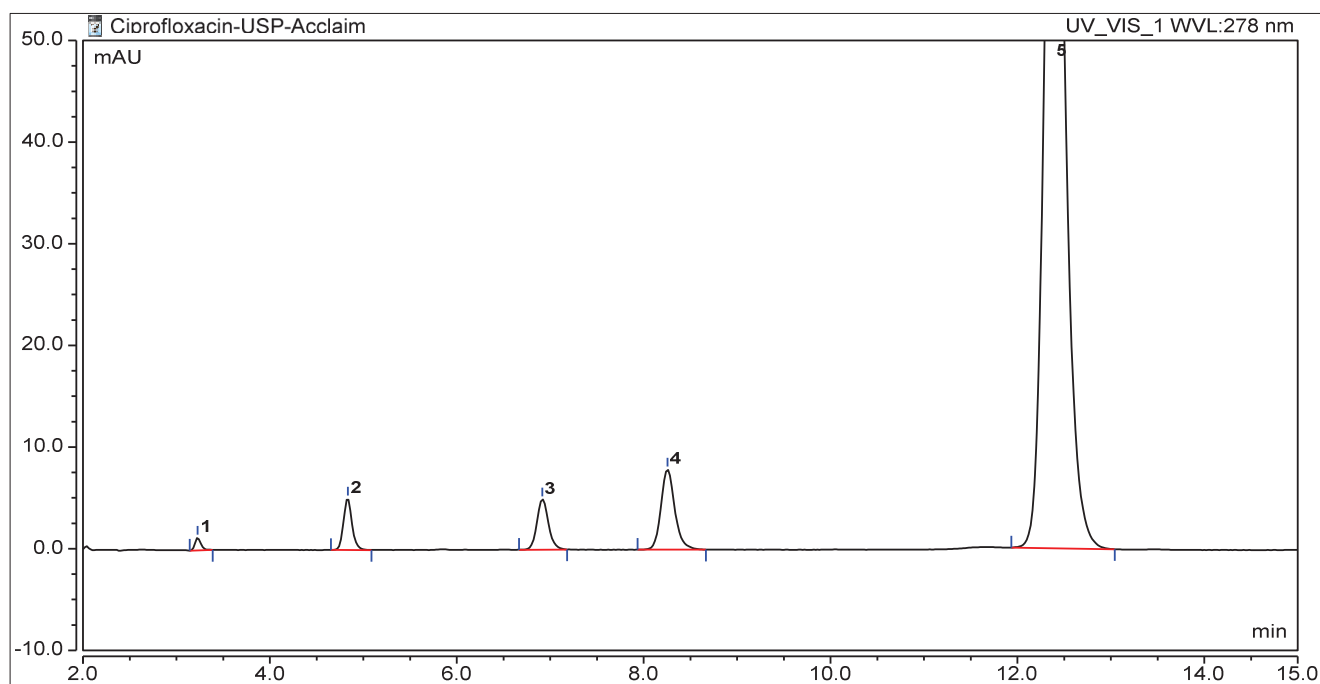
溶液A: 0.025M磷酸溶液, 三乙胺调pH至3.0

柱温: 30°C

流速: 1.5ml/min

进样体积: 10 μl

检测波长: 紫外278nm



| Peak Results |                        |                       |                    |      |                 |                |             |
|--------------|------------------------|-----------------------|--------------------|------|-----------------|----------------|-------------|
| No.          | Peak Name              | Retention Time<br>min | Width (50%)<br>min | Type | Resolution (EP) | Asymmetry (EP) | Plates (EP) |
| 1            | Impurity-E             | 3.226                 | 0.066              | BMB* | 11.75           | 1.21           | 13441       |
| 2            | Impurity-F             | 4.833                 | 0.096              | BMB  | 10.87           | 1.11           | 14080       |
| 3            | Impurity-B             | 6.913                 | 0.130              | BMB  | 5.57            | 1.15           | 15666       |
| 4            | Ethylenediamine analog | 8.253                 | 0.154              | BMB  | 12.82           | 1.19           | 15946       |
| 5            | Ciprofloxacin          | 12.386                | 0.227              | BMB  | n.a.            | 1.19           | 16558       |

系统适用性色谱图

## 系统适用性要求及结果

| 参数           | 药典标准     | 结果    |
|--------------|----------|-------|
| 环丙沙星和乙酰胺分离度  | NLT6.0   | 12.8  |
| 环丙沙星拖尾因子     | NMT2.5   | 1.19  |
| 环丙沙星理论塔板数    | NLT2500  | 16558 |
| 乙酰胺类似物相对保留时间 | About0.7 | 0.67  |