

地红霉素肠溶片有关物质

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-3 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-01732)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测定

药典对比: 新增

【溶液配制】

供试品溶液 本品10片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于地红霉素0.1g), 加乙腈-甲醇 (70 : 30)溶解并定量稀释制成每1mL中约含地红霉素10mg的溶液, 滤过, 取续滤液。

对照溶液 取地红霉素对照品适量, 精密称定, 加乙腈-甲醇(70 : 30)溶解并定量稀释制成每1mL中约含0.1mg的溶液。

系统适用性溶液 取地红霉素对照品适量, 加流动相溶解并稀释制成每1mL中约含2.5mg的溶液, 室温放置至少24小时。

灵敏度溶液 精密量取对照品溶液1mL, 置10mL量瓶中, 用乙腈-甲醇(70 : 30)稀释至刻度, 摇匀。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液20 μ L, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的3倍。

【系统适用性要求】

系统适用性溶液色谱图中, 地红霉素峰的保留时间约为15分钟, 9-(S)-红霉胺峰的相对

保留时间约为0.6, 16S-地红霉素异构体峰的相对保留时间约为1.1; 地红霉素峰与16S-地红霉素异构体峰间的分离度应大于2.0; 地红霉素峰与其他各杂质峰间的分离度均应符合要求; 灵敏度溶液色谱图中, 主成分色谱峰峰高的信噪比应大于10。

1.3 色谱条件

色谱柱: Inertsil ODS-3 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-01732)

流动相: 磷酸盐缓冲液 (取磷酸二氢钾1.41g与磷酸氢二钾6.91g,加水1000mL使溶解)-乙腈-甲醇 (37:44:19)

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 205nm

流速: 1.2mL/min

进样量: 20 μ L

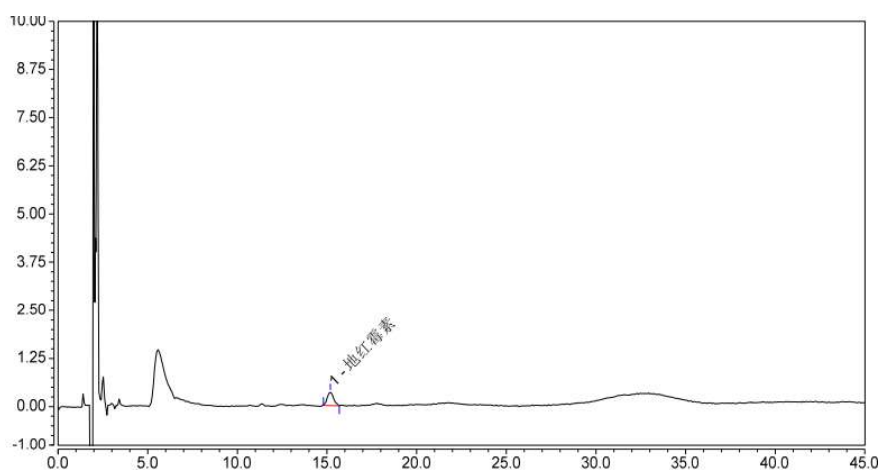
柱压: 110bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

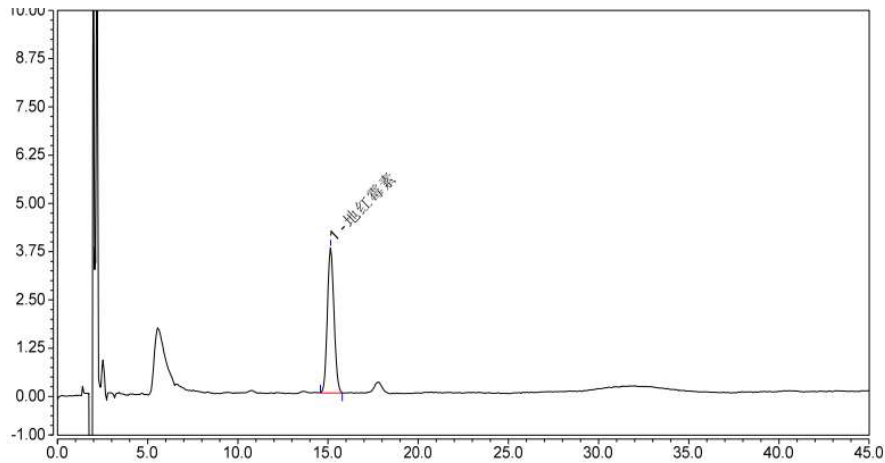
2. 实验结果与讨论

灵敏度图谱:



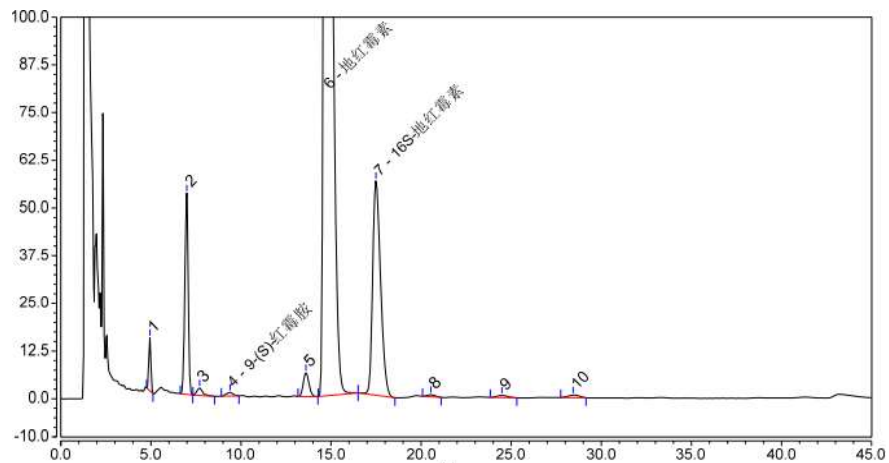
序号	名称	t/min	峰面积	信噪比	理论塔板数	拖尾因子
1	地红霉素	15.187	0.141	23.2	8082	1.12

对照溶液图谱:



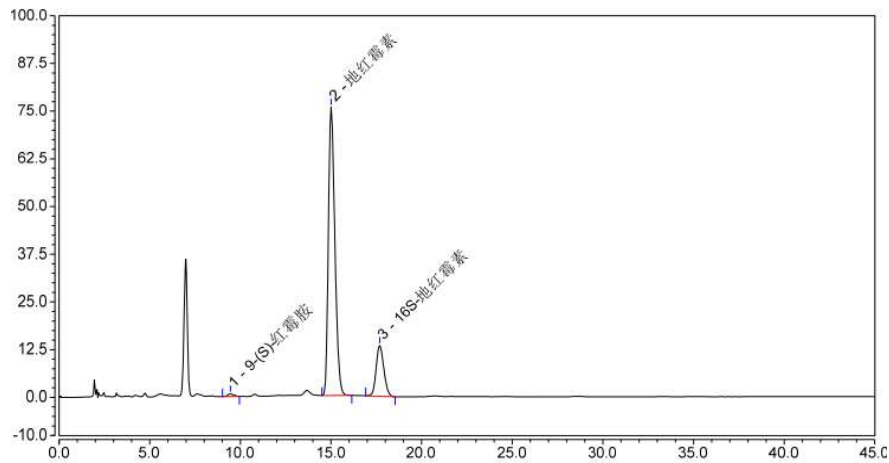
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	地红霉素	15.140	1.603	3.758	7980	1.10

供试品图谱:



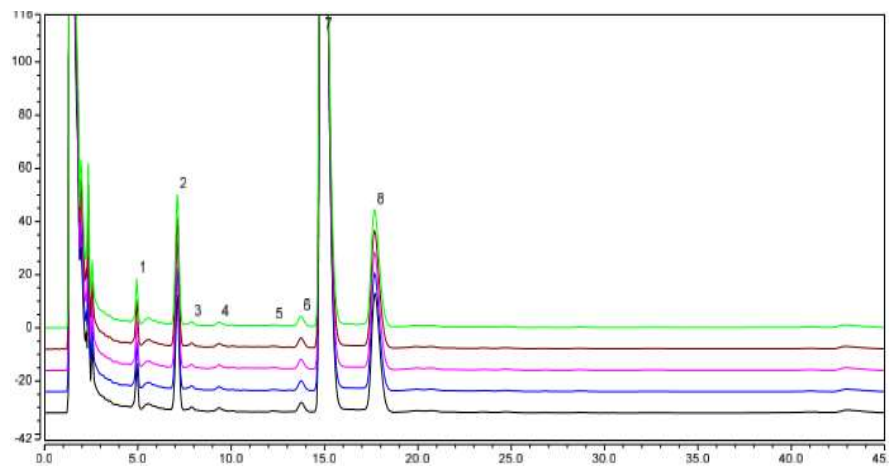
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
9-(S)-红霉素胺	9.400	0.419	0.927	1914	1.00
地红霉素	14.737	165.676	371.390	6974	1.74
16S-地红霉素	17.487	28.686	56.234	7472	1.35

系统适用性:



名称	t/min	相对保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
9-(S)-红霉胺	9.450	0.63	0.277	0.758	3580	1.08	8.60
地红霉素	15.007	1.0	31.439	75.608	8277	1.32	3.73
16S-地红霉素	17.683	1.17	6.525	13.344	8337	1.15	-

数据重现性:



地红霉素:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	14.900	150.566	322.486	6520	1.72	1.76
2	14.887	148.725	318.521	6497	1.73	1.74
3	14.887	147.463	316.467	6534	1.72	1.75
4	14.883	146.758	316.708	6613	1.73	1.74
5	14.880	146.128	315.702	6622	1.73	1.76

3. 结论

根据2020药典对地红霉素肠溶片有关物质的测试要求, 调整方法流速为1.2mL/min, 使用Inertsil ODS-3 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-01732) 进行分析, 地红霉素峰的保留时间约为15分钟, 灵敏度测试的信噪比为23.2。9-(S)-红霉素胺峰的相对保留时间为0.63, 16S-地红霉素异构体峰的相对保留时间为1.17; 地红霉素峰与16S-地红霉素异构体峰间的分离度为3.7, 且与其他各杂质峰间的分离度均符合要求。5次数据重复性良好。故Inertsil ODS-3 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-01732) 适合用于2020版药典对地红霉素肠溶片有关物质的分析。