

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)-红霉素胺峰的相对

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

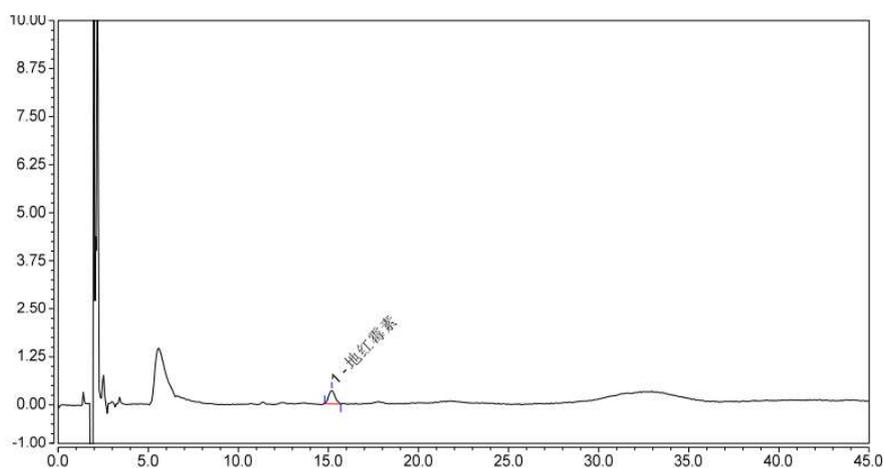
柱压: 110bar

仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

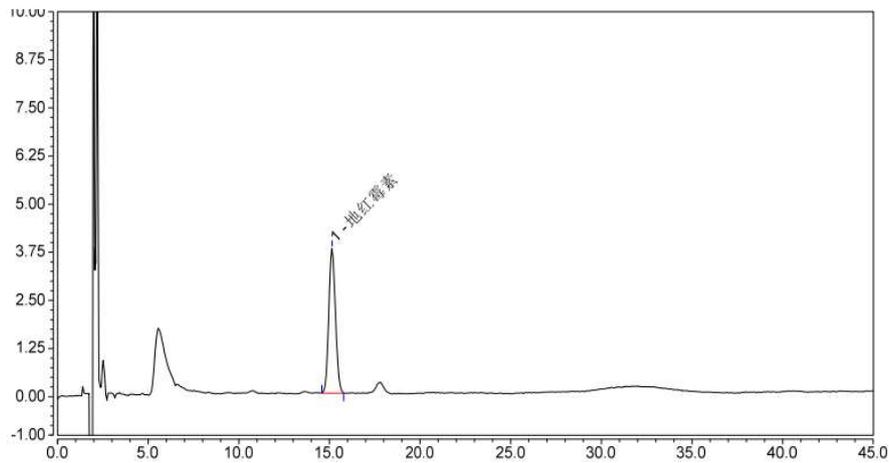
2. 实验结果与讨论

灵敏度图谱:



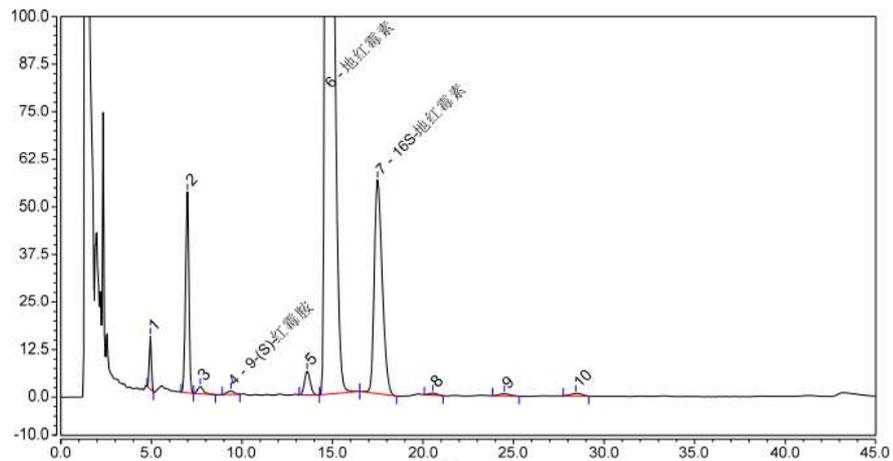
| 序号 | 名称 | t/min | 峰面积 | 信噪比 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|----|------|--------|-------|------|-------|------|
| 1 | 地红霉素 | 15.187 | 0.141 | 23.2 | 8082 | 1.12 |

对照溶液图谱:



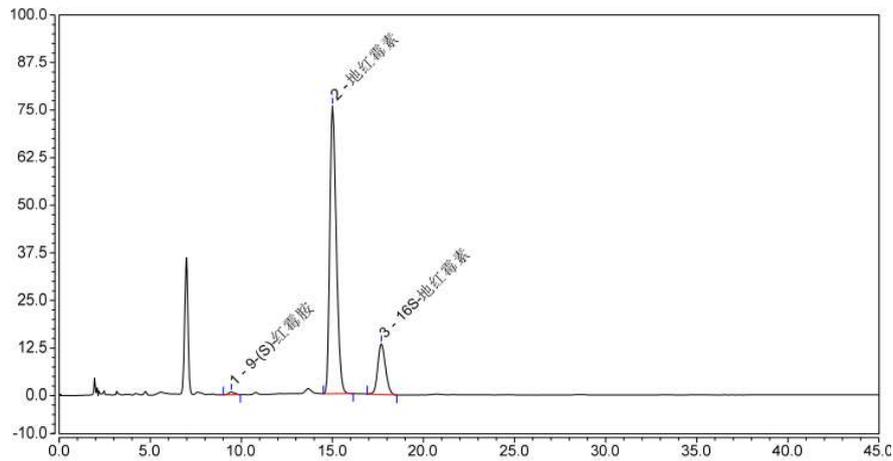
| 序号 | 名称 | t/min | 峰面积 | 峰高 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|----|------|--------|-------|-------|-------|------|
| 1 | 地红霉素 | 15.140 | 1.603 | 3.758 | 7980 | 1.10 |

供试品图谱:



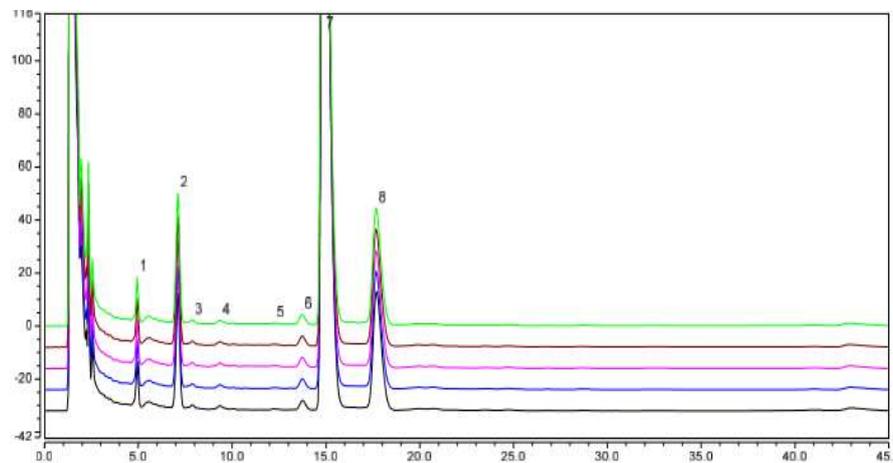
| 名称 | t/min | 峰面积 | 峰高 | 理论塔板数 | 拖尾因子 |
|------------|--------|---------|---------|-------|------|
| 9-(S)-红霉素胺 | 9.400 | 0.419 | 0.927 | 1914 | 1.00 |
| 地红霉素 | 14.737 | 165.676 | 371.390 | 6974 | 1.74 |
| 16S-地红霉素 | 17.487 | 28.686 | 56.234 | 7472 | 1.35 |

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)-红霉素 | 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。