

甲钴胺含量测定

GLS-LC-0004

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-88027)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm \times 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-1200 电动移液枪

1.2 溶液配制

供试品溶液: 取本品10片, 必要时除去包衣, 分别置10mL容量瓶中, 加入流动相适量, 超声使甲钴胺溶解, 放冷, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照溶液: 取甲钴胺对照品, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每1mL中约含50 μ g的溶液。

系统适用性溶液: 取甲钴胺对照品约5mg, 加入1mol/L盐酸溶液5.0mL, 避光放置1小时, 立即加入1mol/L氢氧化钠溶液5.0ml, 摇匀。

测定法: 精密量取供试品溶液和对照溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图, 按外标法以峰面积计算每片的含量, 并计算10片的平均含量。

【系统适用性要求】

对照溶液色谱图中, 甲钴胺峰的保留时间约为13min, 甲钴胺峰与相对保留时间约为1.16的杂质峰之间的分离度应大于3.0。

1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-88027)

流动相: 0.03mol/L磷酸二氢钾溶液 (磷酸调PH值至4.5) -乙腈 (82:18)

检测波长: 342nm

流速: 1mL/min

进样量: 20 μ L

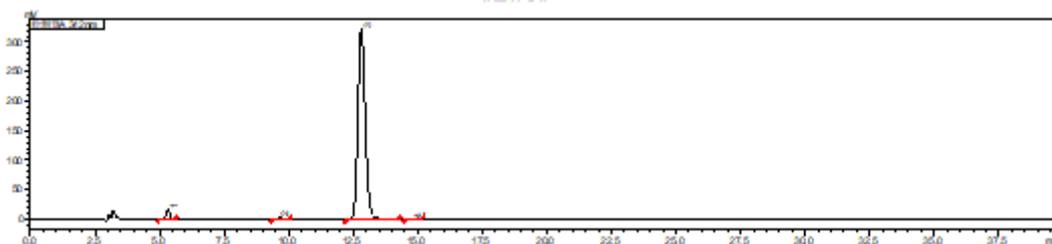
柱压: 14.5MPa

仪器型号: 岛津LC-16

检测器: UV

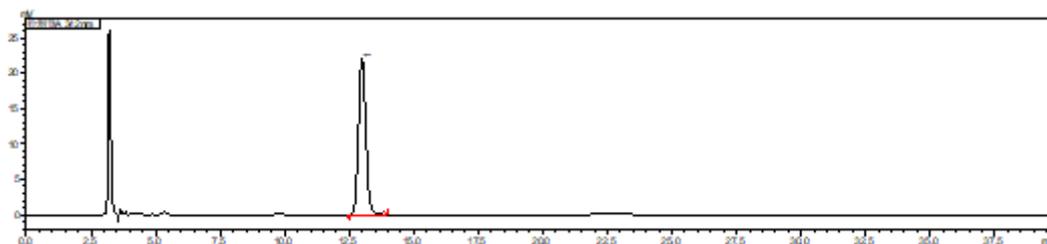
2. 实验结果与讨论

样品溶液图谱:



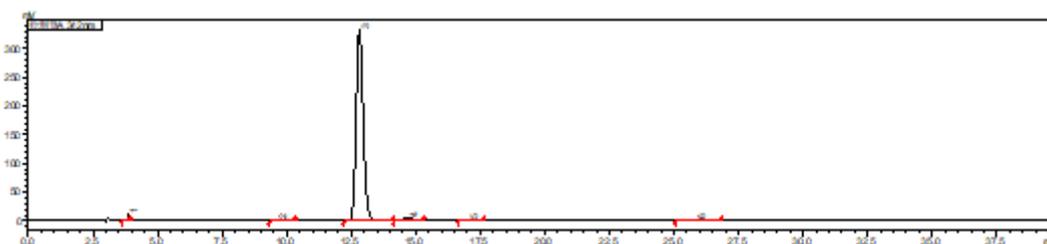
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	甲钴胺	12.812	6333031	321193	9687	1.158	n.a.

对照图谱:

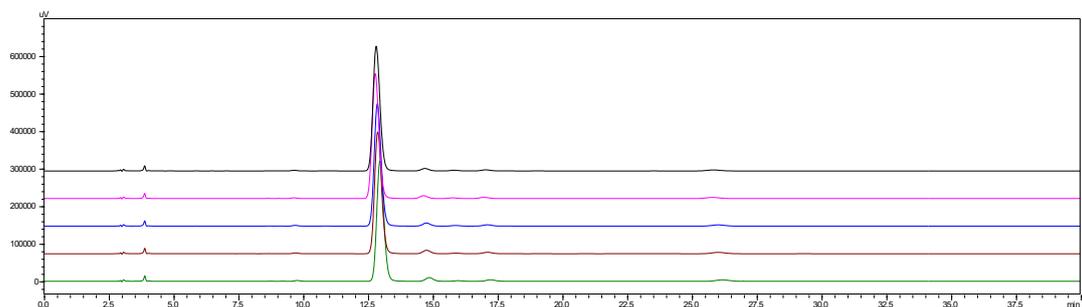


名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
甲钴胺	12.995	432725	22044	10095	1.081	-

系统适用性:



序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度	相对保留时间
1	甲钴胺	12.817	6351701	332009	10235	1.149	n.a.	n.a.
2	杂质	14.697	137671	6480	10904	1.078	3.514	1.14

重复性:

甲钴胺

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	12.817	6351701	332009	10235	1.149	n.a.
2	12.779	6309102	332762	10361	1.150	n.a.
3	12.864	6258624	326116	10274	1.148	n.a.
4	12.878	6210922	324312	10334	1.148	n.a.
5	12.964	6162029	320365	10325	1.148	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求, 使用InertSustain Swift C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-88027) 测试甲钴胺含量, 甲钴胺峰与相对保留时间约为1.16的杂质峰之间的分离度满足大于3.0的要求。5次数据重复性良好, 故InertSustain Swift C18 5 μ m 250 \times 4.6mm (PN:5020-88027) 适合用于2020版药典对甲钴胺含量的测定。