

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 (GLS0604 25mm \times 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测定

药典对比: 新增

1.3 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。

1.4 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。

1.5 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。

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

2. 实验条件

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)

流速: 1.2mL/min

柱温: 25 $^{\circ}$ C

检测波长: 205nm

进样量: 20 μ L

仪器型号: Thermo Ultimate U3000

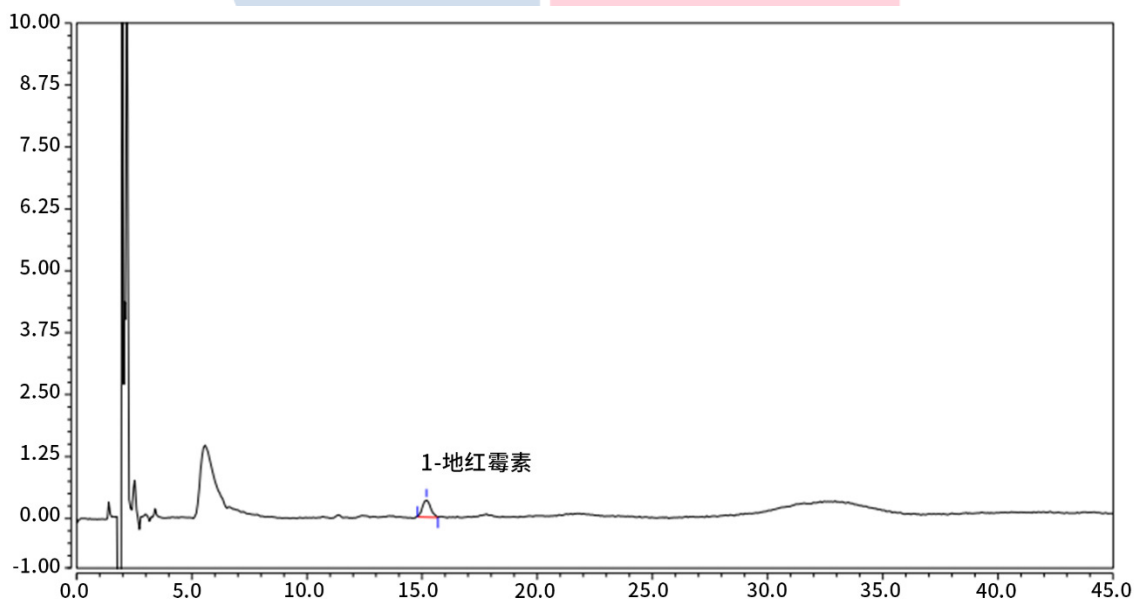
柱压: 110bar

检测器: DAD

※ 此实验根据2020年中国药典允许范围内改动。

3. 实验图谱

【分析结果】灵敏度图谱:



| No. | Name | RT/min | Area | S/N | N | Symmetry |
|-----|------|--------|-------|------|------|----------|
| 1 | 地红霉素 | 15.19 | 0.141 | 23.2 | 8082 | 1.12 |

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

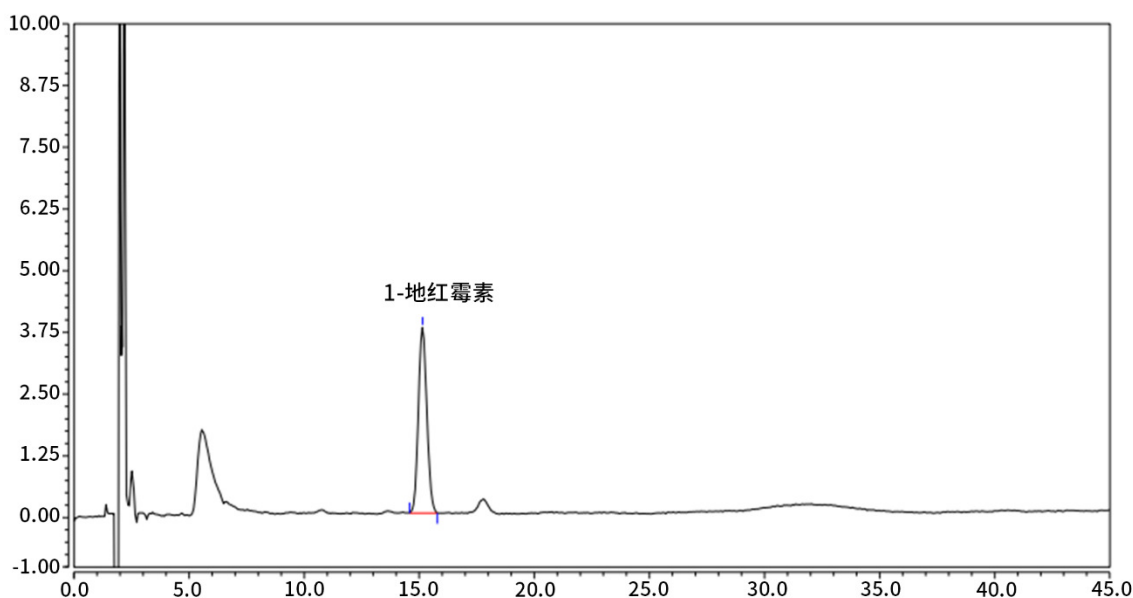
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】对照溶液谱图：

| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|------|--------|------|--------|------|----------|
| 1 | 地红霉素 | 15.14 | 1.60 | 3.76 | 7980 | 1.10 |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

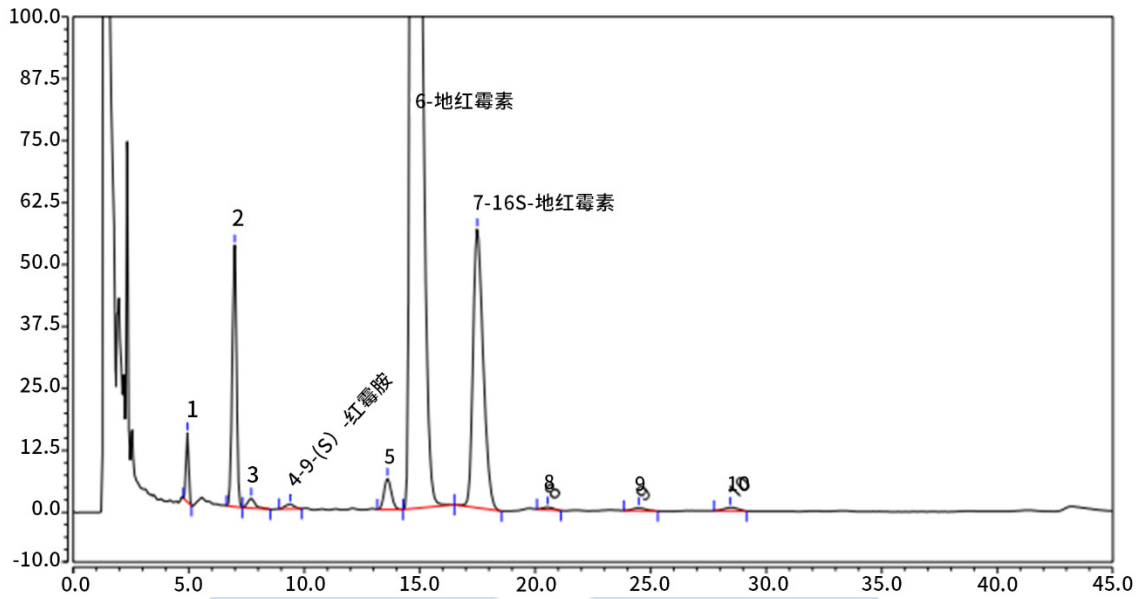
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】供试品谱图：


| No. | Name | RT/min | Area | Height | N | Symmetry |
|-----|-----------|--------|--------|--------|------|----------|
| 4 | 9-(S)-红霉胺 | 9.40 | 0.42 | 0.93 | 1914 | 1.00 |
| 6 | 地红霉素 | 14.74 | 165.68 | 371.39 | 6974 | 1.74 |
| 7 | 16S-地红霉素 | 17.49 | 28.69 | 56.23 | 7472 | 1.35 |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

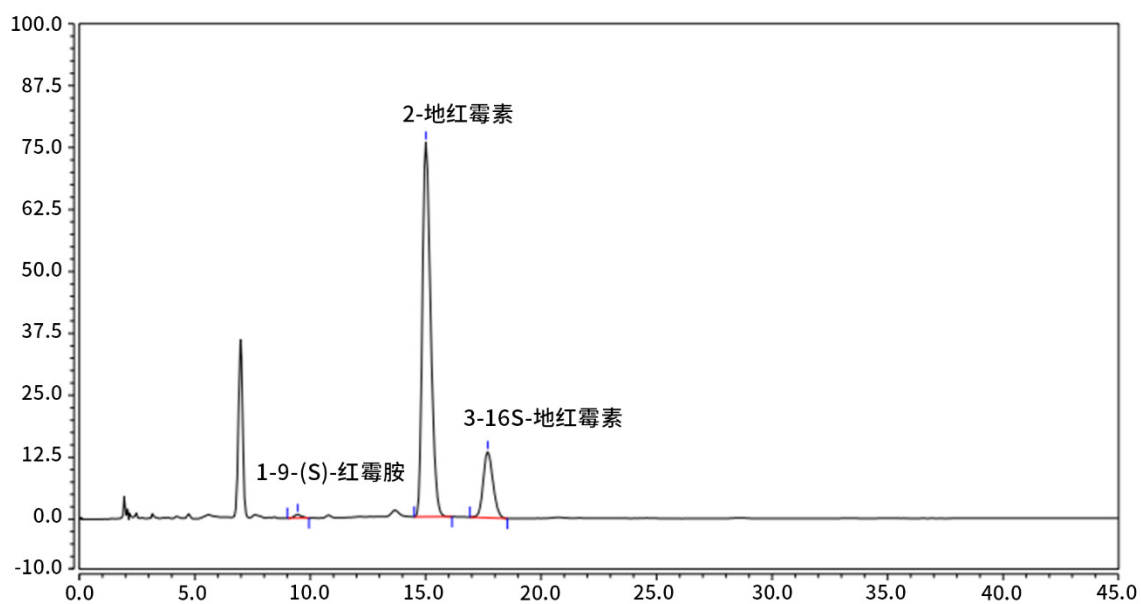
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】系统适用性:


| No. | Name | RT/min | RRT | Area | Height | N | Symmetry | Res |
|-----|-----------|--------|------|-------|--------|------|----------|------|
| 1 | 9-(S)-红霉胺 | 9.45 | 0.63 | 0.28 | 0.76 | 3580 | 1.08 | 8.60 |
| 2 | 地红霉素 | 15.01 | 1.0 | 31.44 | 75.61 | 8277 | 1.32 | 3.73 |
| 3 | 16S-地红霉素 | 17.68 | 1.17 | 6.53 | 13.34 | 8337 | 1.15 | / |

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

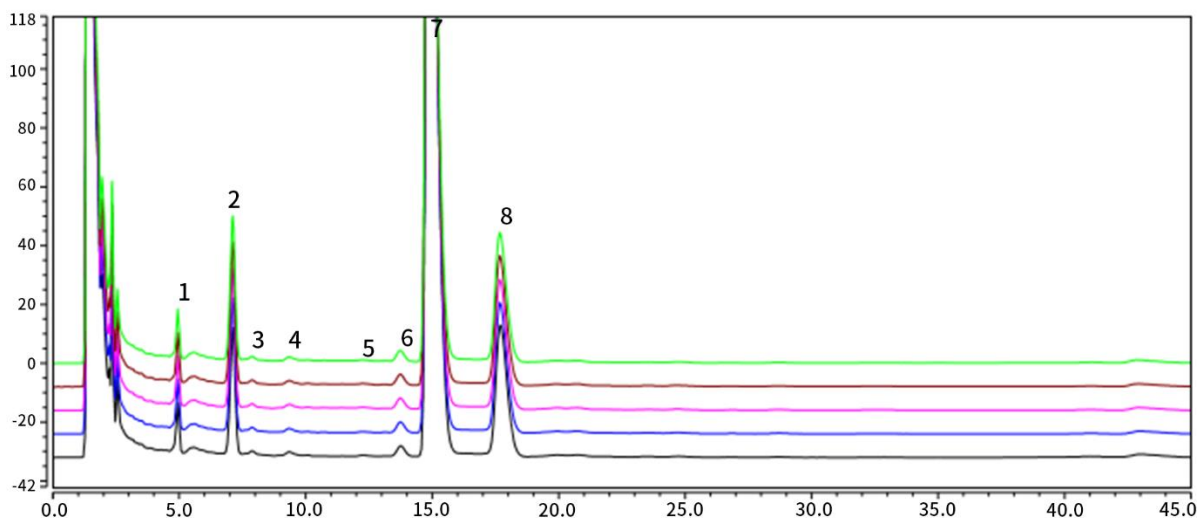
 地址: 上海市长宁区仙霞路317号
 远东国际广场A座902-903室
 电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址: 上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话: 021-64260228

● 成都分公司

 地址: 成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话: 028-85596177

【分析结果】 重现性:

以地红霉素计:

| No. | RT/min | Area | Height | N | Symmetry | Res |
|-----|--------|---------|---------|------|----------|------|
| 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 |

※ 此实验根据2020年中国药典允许范围内改动。

4. 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。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
 远东国际广场A座902-903室
 电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话: 028-85596177