

HPLC-CAD 法检测庆大霉素 C 组分

引言

氨基糖苷类抗生素的测定由于在色谱柱上保留弱，没有紫外吸收，对于其含量的测定一直是一个难点。蒸发光检测器可用于该类化合物的测定，但蒸发光线性、响应一致性和稳定性均较差，一直让其使用者感到较难接受。电喷雾检测器基于其自身技术特点，在动态响应和稳定性上有了很大的提高，近年来深受广大科研工作者欢迎。本文使用电喷雾检测器来测定庆大霉素注射液中的有效组分，使广大用户对该检测器的应用有个更好的认识。

测定条件

Ultimate 3000 系列：

泵：DGP-3400

自动进样器：WPS-3000SL

柱温箱：TCC-3000

柱温：30℃

检测器：Corona Ultra CAD

检测器条件：CAD: neb=25℃ Gas pressure=35.0psi;

进样量：10 μL；

色谱柱：Acclaim C18 5 μm, 4.6 × 150mm (PN 059149)

流动相：100mM TFA/H₂O—MeOH (92:8)

流速：0.6 mL/min

样品前处理

对照品溶液制备

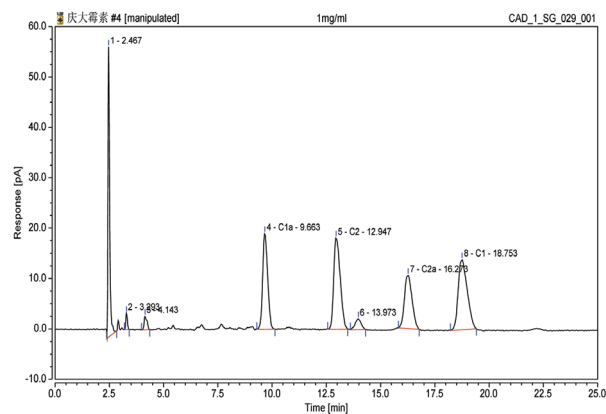
精密称定一定量的庆大霉素对照品，加流动相溶解并定量稀释成 1mg/ml 的对照品溶液，精密吸取上述溶液 10μL 注入液相色谱仪进行测定。

供试品溶液制备

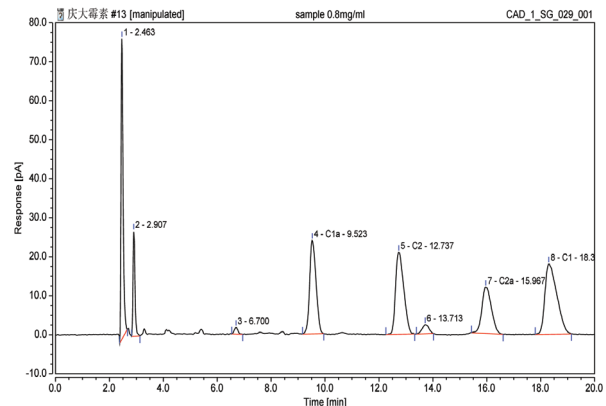
将庆大霉素注射液 (2ml 8 万单位) 用流动相稀释成相当于含庆大霉素 0.8mg/ml 的供试品溶液，摇匀，0.22μm 滤膜滤过，精密吸取上述溶液 10μL 注入液相色谱仪进行测定。

结果和讨论

庆大霉素对照品测定谱图 (1mg/ml, 进样 10μL)

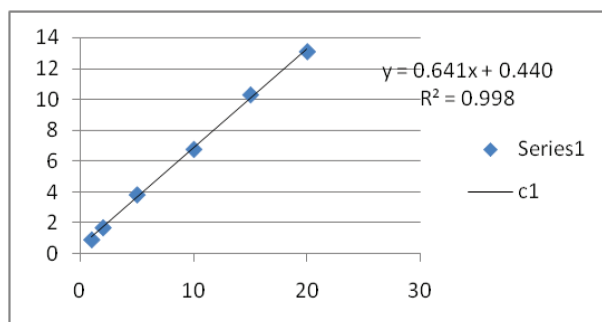
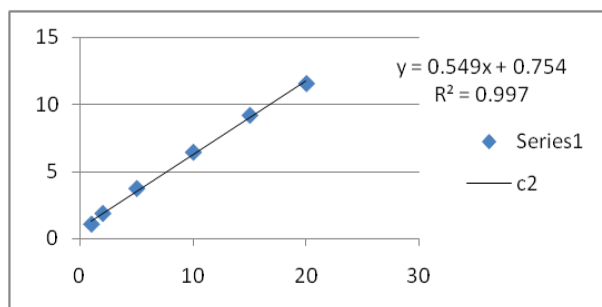
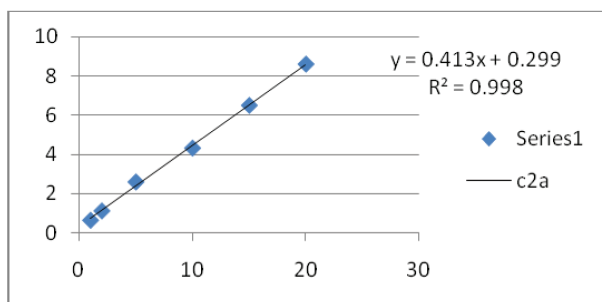
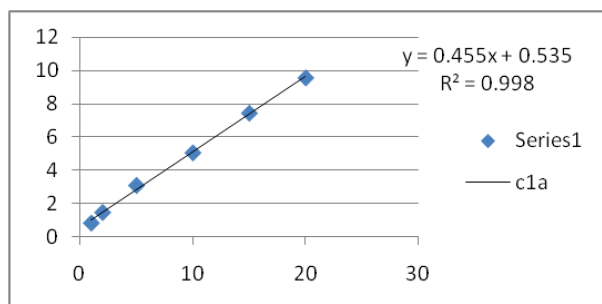


样品测定谱图 (0.8mg/ml 注射液, 进样 10μL)



线性关系

不取对数 4 个组分在 (0.1mg/ml 到 2mg/ml)20 倍的动态范围内线性良好



样品测定结果

样品	C1a%	c2%	c2a%	c1%	(c2+c2a)%
1	25.63807	24.40509	23.85764	26.12537	48.26273
2	25.65109	24.53197	23.86917	26.16714	48.40114

该样品 C 组分合格, 符合 C1 25%-50%, C1a 15%-40%, (c2+c2a)% 20%-50% 的药典规定。

结论

本实验采用 HPLC-CAD 检测器对庆大霉素有关物质即其 C 组分进行测定, 实验精密度、重复性、线性都较好。与蒸发光测定方法比较, 不取对数线性相关系数就可以达 0.998, 从而计算结果不用进行对数转换, 大大简化了含量计算过程。对照品和供试品溶液色谱图中 C2 和 C2a 之间的峰为小诺霉素峰, 它们三个之间的分离度大于 2.0, 由于该化合物为庆大霉素 C 组分中的次要成分所以未对其进行分析。

CAD 操作简单, 设置参数少, 稳定性较好, 受环境影响因素少。该检测器在测定氨基糖苷类物质上具有较高推广应用的价值。

www.thermoScientific.com

©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific Inc. products. It is not intended to encourage use of these products in any manners that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.



Thermo Fisher
Scientific, Austin, TX
USA is ISO 9001:2008 Certified.

上海
上海浦东
新金桥路 27 号 6 号楼

成都
成都市武侯区临江西路 1 号
锦江国际大厦 1406

北京
北京东城区安定门东大街 28 号
雍和大厦西楼 F 楼 7 层

沈阳
沈阳市沈河区惠工街 10 号
卓越大厦 3109 室

广州
广州市东风中路 410-412 号
时代地产中心 3001-04 室

西安
西安市高新区科技路 38 号
林凯国际大厦 1006-08 单元

服务热线
800 810 5118
400 650 5118

AN_C_LC-38

ThermoFisher
SCIENTIFIC