

2015 版《中国药典》辅料乳糖的测定(LC-RI)

简介

第一种色谱柱结果： APS-2 氨基柱

一、实验材料

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器及设备

高效液相色谱仪：Thermo Fisher Dionex UltiMate 3000 HPLC；主要配置：泵：LPG-3400（含脱气机）；自动进样器：WPS 3000TSL(含 100 μ L 样品定量环)；柱温箱：TCC-3000。

1.1.2 标准溶液及试剂

标准溶液为客户提供，乙腈、甲醇等有机试剂为 Fisher 公司提供，超纯水为 Millipore 公司超纯水机生产。其他未注明试剂均为分析纯，由国药集团试剂有限公司提供。

1.2 标准溶液配制及样品前处理

1.2.1 标准溶液配制

标准溶液配制：取乳糖和蔗糖适量，按照药典方法加水溶解配置成 1mg/ml 的浓度。

1.3 色谱条件

| | |
|------------|--|
| 色谱柱类型 | APS-2, 4.6*250mm, 5 μ m P/N: 30705-254630, S/N:14494, 14742 |
| 流动相组成 | A:水, B:乙腈 (70:30) |
| 流速 | 1ml/min |
| 检测器类型及工作参数 | RI 521, 流通池温度: 40 $^{\circ}$ C |
| 柱温箱 | 40 $^{\circ}$ C |
| 进样方式及体积 | 自动进样: 10 μ L |

二、分析结果与谱图

2.1 重复性试验

取混合标准溶液 (1mg/ml) 连续进样 6 次，计算其保留时间和峰面积的 RSD 值，两个批次色谱柱的谱图与结果如下：

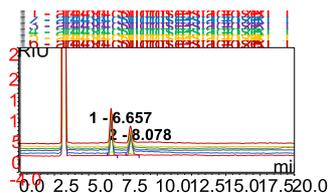


图 1 重复进样叠加谱图 (n=6)

| Inj. No. | Injection Name Selected Peak: | Type | Ret.Time | Amount | Rel.Area | Area | Height | Type | Width (50%) | Asym. | Resol. | Plates |
|----------|----------------------------------|---------|--------------|--------------|--------------|---------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | | | min | n.a. | % | μ RIU*min | μ RIU | | min | EP | EP | EP |
| | | | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 |
| | | | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] | [7.88..8.28] |
| 120 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.078 | n.a. | 39.18 | 1.0211 | 4.01 | BMB | 0.231 | 1.13 | n.a. | 6782 |
| 121 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.073 | n.a. | 38.39 | 0.9929 | 3.93 | BMB | 0.227 | 1.14 | n.a. | 6979 |
| 122 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.068 | n.a. | 39.72 | 1.0331 | 3.99 | BMB | 0.229 | 1.29 | n.a. | 6856 |
| 123 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.060 | n.a. | 38.35 | 1.0132 | 3.92 | BMB | 0.228 | 1.25 | n.a. | 6952 |
| 124 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.052 | n.a. | 38.26 | 0.9974 | 3.99 | BMB | 0.227 | 1.08 | n.a. | 6972 |
| 125 | 14494 Sucrose+Lactose | Unknown | 8.047 | n.a. | 36.84 | 1.0150 | 4.02 | BMB | 0.228 | 1.22 | n.a. | 6914 |
| | Maximum | | 8.078 | 0.0000 | 39.72 | 1.0331 | 4.02 | | 0.231 | 1.29 | 0.00 | 6979 |
| | Average | | 8.063 | n.a. | 38.46 | 1.0121 | 3.98 | | 0.228 | 1.18 | n.a. | 6909 |
| | Minimum | | 8.047 | 0.0000 | 36.84 | 0.9929 | 3.92 | | 0.227 | 1.08 | 0.00 | 6782 |
| | Standard Deviation | | 0.012 | n.a. | 0.98 | 0.0150 | 0.04 | | 0.001 | 0.08 | n.a. | 77 |
| | Relative Standard Deviation | | 0.15% | n.a. | 2.54% | 1.48% | 1.08% | | 0.65% | 6.66% | n.a. | 1.12% |

表 1 重复性计算结果 (n=6)

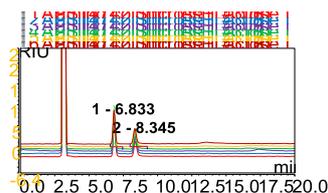


图 2 重复进样叠加谱图 (n=6)

| Inj. No. | Injection Name Selected Peak: | Type | Ret.Time | Amount | Rel.Area | Area | Height | Type | Width (50%) | Asym. | Resol. | Plates |
|-----------------------------|----------------------------------|---------|--------------|--------------|--------------|----------------------------------|-----------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | | | min | n.a. | % | $\mu\text{RIU} \cdot \text{min}$ | μRIU | | min | EP | EP | EP |
| | | | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 |
| | | | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] | [8.17..8.59] |
| 307 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.382 | n.a. | 37.81 | 0.9725 | 3.61 | BMB | 0.232 | 1.29 | n.a. | 7234 |
| 308 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.373 | n.a. | 37.66 | 0.9562 | 3.58 | BMB | 0.235 | 1.26 | n.a. | 7057 |
| 309 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.365 | n.a. | 37.46 | 0.9675 | 3.64 | BMB | 0.234 | 1.22 | n.a. | 7086 |
| 310 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.357 | n.a. | 38.23 | 0.9716 | 3.66 | BMB | 0.233 | 1.24 | n.a. | 7099 |
| 311 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.345 | n.a. | 37.71 | 0.9695 | 3.64 | BMB | 0.234 | 1.33 | n.a. | 7059 |
| 312 | APS14742 Sucrose+Lar Unknown | Unknown | 8.340 | n.a. | 37.55 | 0.9481 | 3.61 | BMB | 0.233 | 1.20 | n.a. | 7121 |
| Maximum | | | 8.382 | 0.0000 | 38.23 | 0.9725 | 3.66 | | 0.235 | 1.33 | 0.00 | 7234 |
| Average | | | 8.360 | n.a. | 37.74 | 0.9642 | 3.62 | | 0.233 | 1.26 | n.a. | 7109 |
| Minimum | | | 8.340 | 0.0000 | 37.46 | 0.9481 | 3.58 | | 0.232 | 1.20 | 0.00 | 7057 |
| Standard Deviation | | | 0.016 | n.a. | 0.27 | 0.0099 | 0.03 | | 0.001 | 0.04 | n.a. | 66 |
| Relative Standard Deviation | | | 0.19% | n.a. | 0.71% | 1.02% | 0.82% | | 0.41% | 3.55% | n.a. | 0.92% |

表 2 重复性计算结果 (n=6)

从图中可以看出，该方法有良好的重现性。

图 1 标准溶液分离谱图

第二种色谱柱结果： Syncornis 氨基柱

一、实验材料

1.4 仪器与试剂

1.4.1 仪器及设备

高效液相色谱仪：Thermo Fisher Dionex UltiMate 3000 HPLC；主要配置：泵：LPG-3400（含脱气机）；自动进样器：WPS 3000TSL（含 100 μL 样品定量环）；柱温箱：TCC-3000。

1.4.2 标准溶液及试剂

标准溶液为客户提供，乙腈、甲醇等有机试剂为 Fisher 公司提供，超纯水为 Millipore 公司超纯水机生产。其他未注明试剂均为分析纯，由国药集团试剂有限公司提供。

1.5 标准溶液配制及样品前处理

1.5.1 标准溶液配制

标准溶液配制：取乳糖和蔗糖适量，按照药典方法加水溶解配置成 1mg/ml 的浓度。

1.6 色谱条件

| | |
|------------|--|
| 色谱柱类型 | Syncornis 氨基柱, 4.6*250mm, 5 μm P/N: 97705-254630, S/N:12156 |
| 流动相组成 | A:水, B:乙腈 (70:30) |
| 流速 | 1ml/min |
| 检测器类型及工作参数 | RI 521, 流通池温度: 40 $^{\circ}\text{C}$ |
| 柱温箱 | 40 $^{\circ}\text{C}$ |
| 进样方式及体积 | 自动进样: 10 μL |

二、分析结果与谱图

2.1 重复性试验

取混合标准溶液 (1mg/ml) 连续进样 6 次，计算其保留时间和峰面积的 RSD 值，两个批次色谱柱的谱图与结果如下：

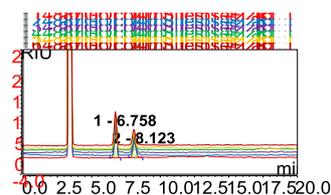
1.9 色谱条件

| | |
|------------|---|
| 色谱柱类型 | GOLD 氨基柱, 4.6*250mm, 5 μ m P/N: 25705-254630, S/N:14887 |
| 流动相组成 | A:水, B:乙腈 (70:30) |
| 流速 | 1ml/min |
| 检测器类型及工作参数 | RI 521, 流通池温度: 40 $^{\circ}$ C |
| 柱温箱 | 40 $^{\circ}$ C |
| 进样方式及体积 | 自动进样: 10 μ L |

二、分析结果与谱图

2.1 重复性试验

取混合标准溶液 (1mg/ml) 连续进样 6 次, 计算其保留时间和峰面积的 RSD 值, 两个批次色谱柱的谱图与结果如下:



标准溶液

空白溶液

图 1 重复进样叠加谱图 (n=6)

| Inj. No. | Injection Name Selected Peak: | Type | Ret.Time | Amount | Rel.Area | Area | Height | Type | Width (50%) | Asym. | Resol. | Plates |
|-----------------------------|----------------------------------|------|-------------|-------------|-------------|---------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| | | | min | n.a. | % | μ RIU*min | μ RIU | | min | EP | EP | EP |
| | | | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 | RL_1 |
| | | | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] | [7.92-8.33] |
| 224 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.123 | n.a. | 37.99 | 0.9891 | 3.76 | BMB | 0.235 | 1.02 | n.a. | 6597 |
| 225 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.113 | n.a. | 39.45 | 1.0485 | 3.81 | BMB | 0.240 | 1.19 | n.a. | 6324 |
| 226 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.105 | n.a. | 37.17 | 1.0057 | 3.81 | BMB | 0.235 | 0.97 | n.a. | 6563 |
| 227 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.095 | n.a. | 38.54 | 1.0167 | 3.87 | BMB | 0.233 | 1.04 | n.a. | 6694 |
| 228 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.090 | n.a. | 38.04 | 0.9930 | 3.87 | BMB | 0.232 | 0.97 | n.a. | 6728 |
| 229 | 14887GOLD40 Sucrose Unknown | | 8.082 | n.a. | 38.92 | 0.9937 | 3.77 | BMB | 0.236 | 1.05 | n.a. | 6512 |
| Maximum | | | 8.123 | 0.0000 | 39.45 | 1.0485 | 3.87 | | 0.240 | 1.19 | 0.00 | 6728 |
| Average | | | 8.101 | n.a. | 38.35 | 1.0078 | 3.81 | | 0.235 | 1.04 | n.a. | 6570 |
| Minimum | | | 8.082 | 0.0000 | 37.17 | 0.9891 | 3.76 | | 0.232 | 0.97 | 0.00 | 6324 |
| Standard Deviation | | | 0.015 | n.a. | 0.80 | 0.0224 | 0.05 | | 0.003 | 0.08 | n.a. | 145 |
| Relative Standard Deviation | | | 0.19% | n.a. | 2.09% | 2.22% | 1.26% | | 1.19% | 7.93% | n.a. | 2.21% |

表 1 重复性计算结果 (n=6)