

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：

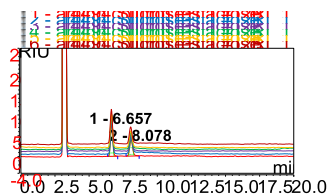


图 1 重复进样叠加谱图 (n=6)

Inj. No.	Injection Name Selected Peak:	Type	Ret. Time	Amount	Rel. Area	Area	Height	Type	Width (50%)	Asym.	Resol.	Plates
			min	n.a.	%	$\mu\text{RIU} \cdot \text{min}$	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
			[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)

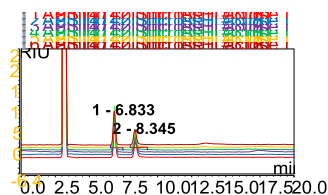


图 2 重复进样叠加谱图 (n=6)

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：

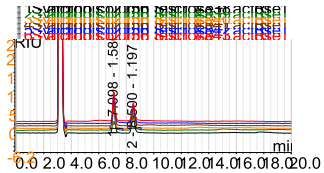


图 1 重复进样叠加谱图 (n=6)

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
1	Inj.	Injection Name	Type	Ret.Time	Amount	Rel.Area	Area	Height	Type	Width (50%)	Asym.	Resol.	Plates
2	No.	Selected Peak:		min	n.a.	%	μRIU*min	μRIU		min	EP	EP	EP
3				RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1	RI_1
4				[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.7]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]	[8.28..8.71]
5	338	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.495	n.a.	42.89	1.1879	4.67	BMB	0.231	1.14	n.a.	7520
6	339	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.498	n.a.	43.93	1.1938	4.60	BMB	0.230	1.21	n.a.	7560
7	340	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.500	n.a.	43.02	1.1973	4.67	BMB	0.231	1.16	n.a.	7521
8	341	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.503	n.a.	42.67	1.1588	4.59	BMB	0.228	1.15	n.a.	7730
9	342	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.503	n.a.	42.29	1.2028	4.69	BMB	0.231	1.13	n.a.	7508
10	343	Synchronis12156 Sucros Unknown		8.505	n.a.	44.12	1.2120	4.66	BMB	0.229	1.16	n.a.	7661
11	Maximum			8.505	0.0000	44.12	1.2120	4.69		0.231	1.21	0.00	7730
12	Average			8.501	n.a.	43.15	1.1921	4.65		0.230	1.16	n.a.	7583
13	Minimum			8.495	0.0000	42.29	1.1588	4.59		0.228	1.13	0.00	7508
14	Standard Deviation			0.004	n.a.	0.72	0.0183	0.04		0.001	0.03	n.a.	91
15	Relative Standard Deviation			0.04%	n.a.	1.67%	1.53%	0.89%		0.57%	2.24%	n.a.	1.20%

表 1 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。

第三种色谱柱结果： GOLD 氨基柱

一、实验材料

1.7 仪器与试剂

1.7.1 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 100μL 样品定量环)；柱温箱：TCC-3000。

1.7.2 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。

1.8 标准溶液配制及样品前处理

1.8.1 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。

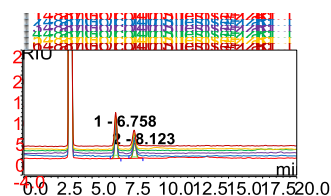
1.9 色谱条件

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)