

## 地红霉素肠溶片有关物质

GLS-LC-0017

### 1. 实验分析

#### 1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: Inertsil ODS-3 5 $\mu$ m 250 $\times$ 4.6mm(PN:5020-01732)

GL Filter针式过滤器(GLS0604 25mm $\times$ 0.22 $\mu$ 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 $\mu$ 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。

## 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319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



技尔官网



技尔(上海)官方微信公众号

## 2. 实验条件

色谱柱: Inertsil ODS-3 5 $\mu$ 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 $\mu$ L

仪器型号: Thermo Ultimate U3000

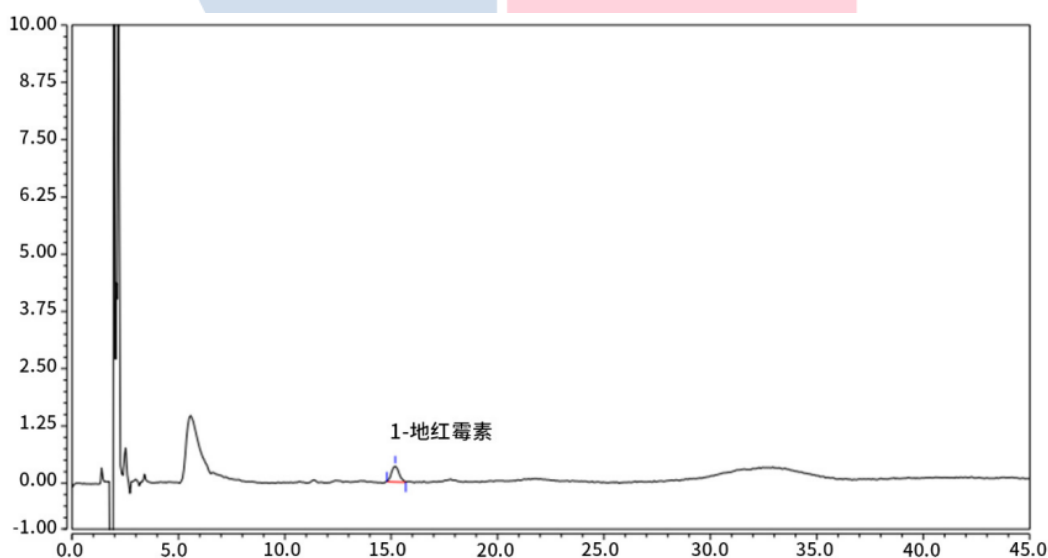
柱压: 110bar

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319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

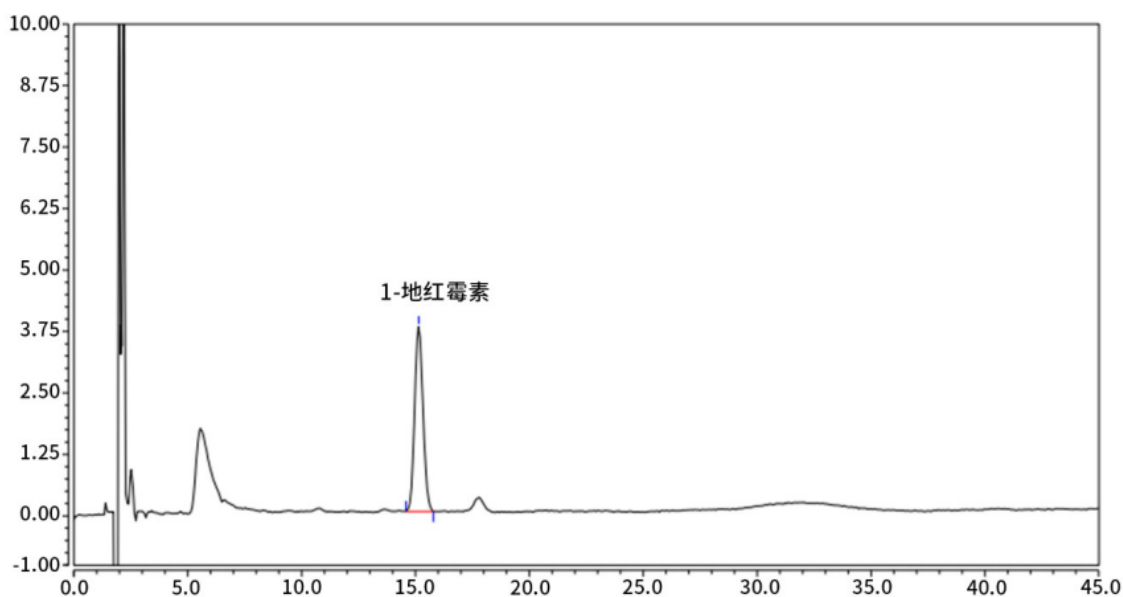


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

## 【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319号  
远东国际广场A座902-903室  
电话:021-62782272

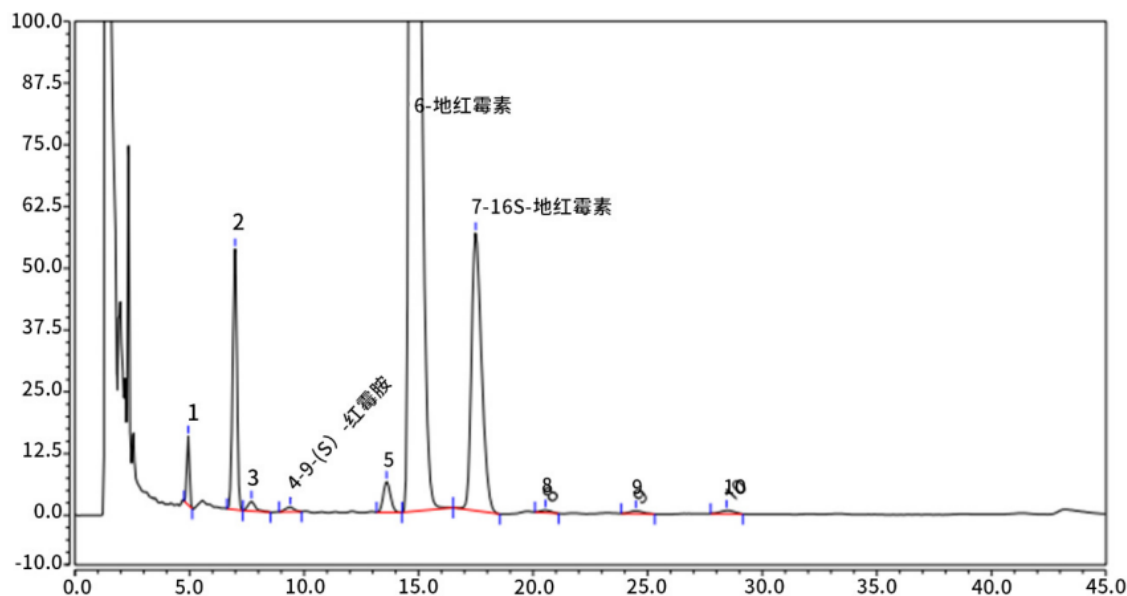
## ● 技尔应用技术中心

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319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

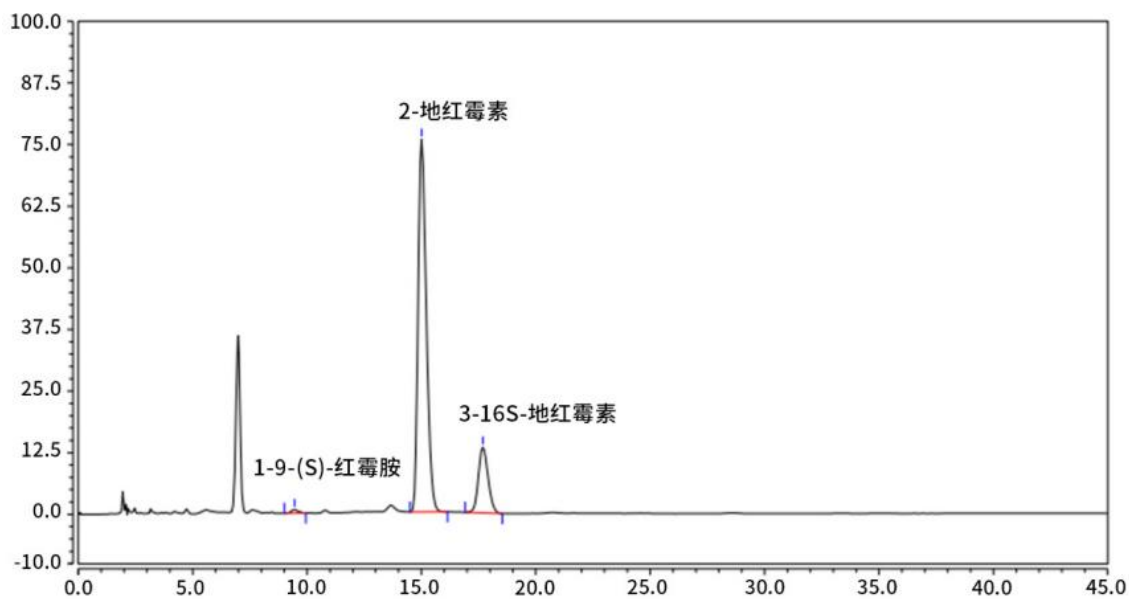
**● 成都分公司**

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


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号



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319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

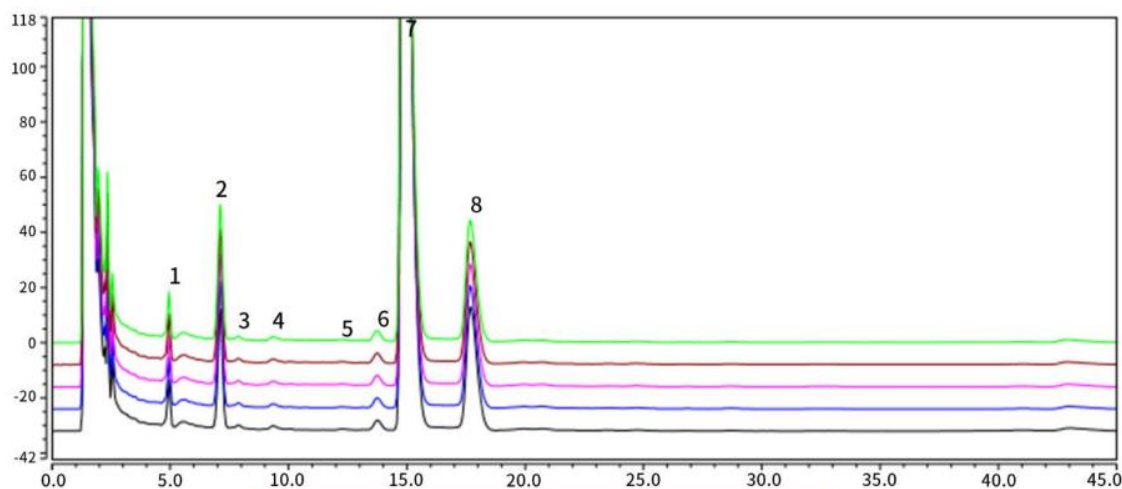
**● 成都分公司**

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


技尔(上海)官方网站



技尔(上海)官方微信公众号

**【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 $\mu$ 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 $\mu$ 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319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


技尔官网



技尔(上海)官方微信公众号