

罗库溴铵有关物质分析

SGLC-LC-387

摘要: 本文建立了罗库溴铵有关物质分析的 HPLC 测定方法。参考 USP 中色谱分析条件, 采用色谱柱 Shim-pack Scepter Diol-HILIC, 对多罗库溴铵系统适用性溶液、供试品溶液进行分析, 结果显示, 主峰及各杂质分离度和峰型良好, 罗库溴铵主峰与杂质 H、杂质 C 间的分离度分别为 3.132 和 7.161, 满足分析要求。此方法可为罗库溴铵有关物质分析提供参考。

关键词: 罗库溴铵 有关物质 Shim-pack Scepter Diol-HILIC HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪;

色谱柱: Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 227-31051-06);

纯水机: PR-FP-0120 α -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

SHIMSEN Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341);

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01);

SHIMSEN Pipet 移液枪: SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02);

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04);

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 系统适用性溶液的制备

取罗库溴铵对照品及罗库溴铵杂质 B、C、D、E、F、G、H 对照品适量, 用 90% 乙腈水溶液稀释制成含罗库溴铵 1000 μ g/mL, 罗库溴铵各杂质 20 μ g/mL 的溶液, 混合均匀, 即得。

1.3 供试品溶液的制备

取罗库溴铵样品适量, 用 90% 乙腈水溶液稀释制成含罗库溴铵 1000 μ g/mL 的溶液, 混合均匀, 即得。

1.4 分析条件

色谱柱: Shim-pack Scepter Diol-HILIC-120 (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 227-31051-06)

流速: 2 mL/min

进样量: 20 μ L

柱温: 30 $^{\circ}$ C

检测器: 210 nm

流动相: A: 25 mM 四甲基氢氧化铵溶液 (用磷酸调节 pH 至 7.4)

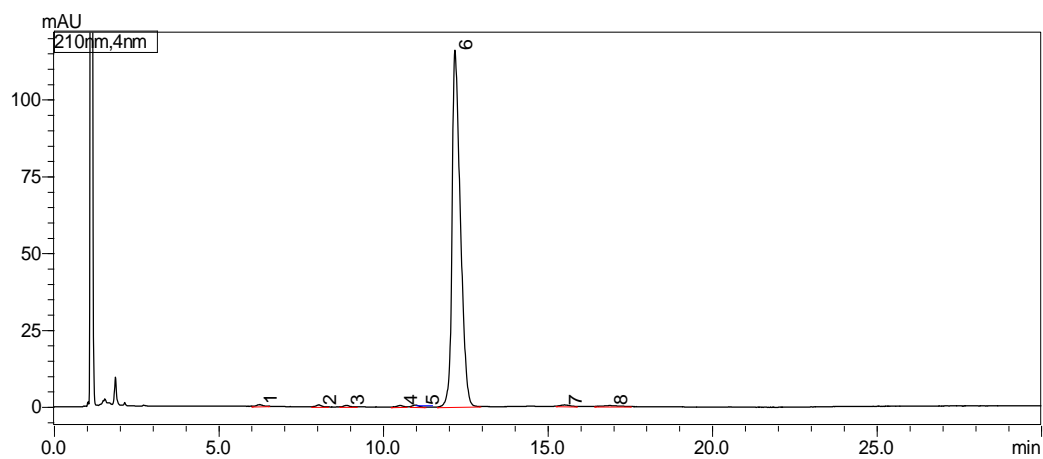
B: 乙腈

A: B=10: 90

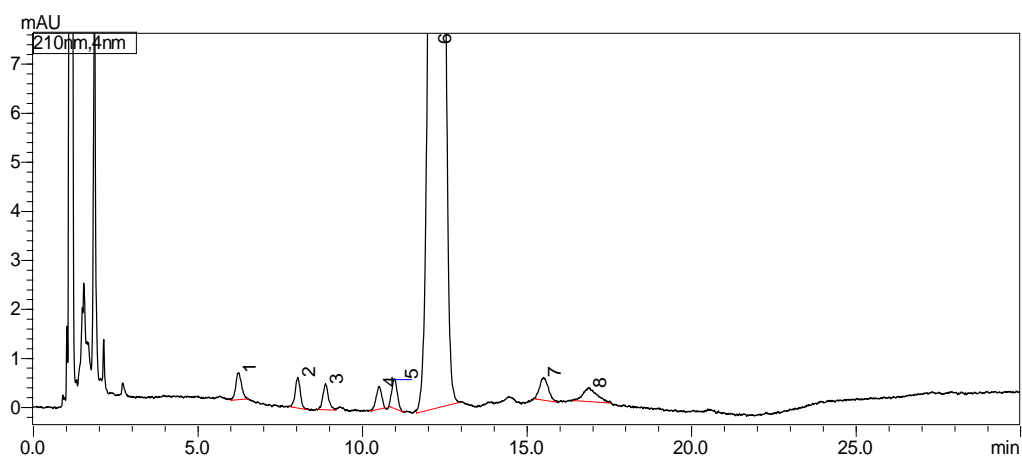
2. 实验结果

按照上述色谱条件 (1.4) 进行采集, 色谱图如下:

系统适用性溶液

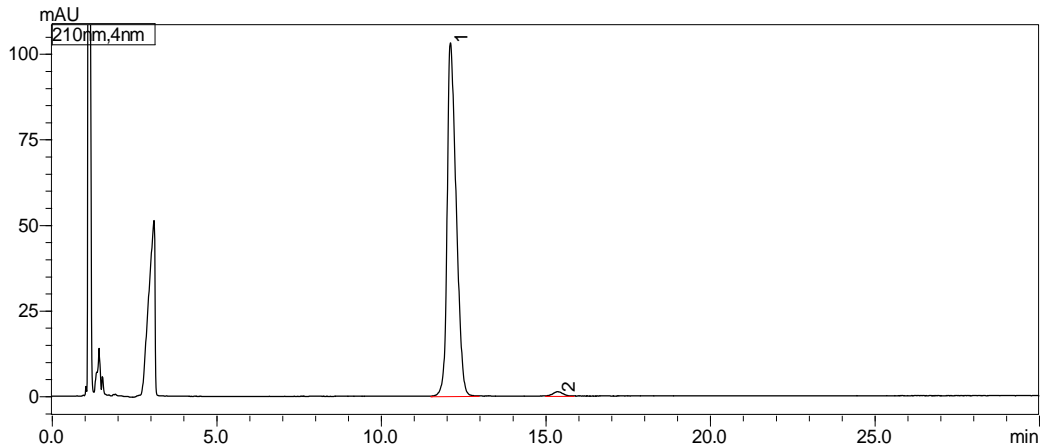


系统适用性溶液放大图



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	Imp_G	6.253	6398	537	1.000	6503	--
2	Imp_F	8.050	6442	613	0.976	13966	6.185
3	Imp_B	8.895	5843	522	1.097	15420	3.031
4	Imp_D	10.509	5032	452	0.968	18660	5.445
5	Imp_H	10.988	6801	594	1.123	19211	1.540
6	Rocuronium	12.187	2034093	116010	1.401	11723	3.132
7	Imp_C	15.520	7994	455	1.140	16505	7.161
8	Imp_E	16.886	7320	275	1.217	8665	2.265

供试品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	Rocuronium	12.113	1964872	103166	1.356	9541	--
2	Imp_C	15.373	24539	1226	1.017	13099	6.328

重现性

供试品溶液

目标物	保留时间 (min, n=3)				峰面积 (Area, n=3)			
	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)	数据 1	数据 2	数据 3	RSD (%)
	Rocuronium	12.113	12.105	12.113	0.04	1964872	1963830	1964344

Imp_C	15.373	15.363	15.374	0.04	24539	25291	25095	1.56
-------	--------	--------	--------	------	-------	-------	-------	------

3. 结论

本文建立了罗库溴铵有关物质分析的 HPLC 测定方法。参考 USP 中色谱分析条件，采用色谱柱 Shim-pack Scepter Dilo-HILIC，对多罗库溴铵的系统适用性溶液、供试品溶液进行分析，结果显示，主峰及各杂质分离度和峰形良好，罗库溴铵主峰与杂质 H、杂质 C 间的分离度分别为 3.132 和 7.161，满足分析要求。此方法可为罗库溴铵有关物质分析提供参考。。