

注射用氯替昔康（粉针剂）有关物质分析

SGLC-LC-349

摘要：本文建立了注射用氯替昔康（粉针剂）有关物质分析的 HPLC 方法。参照进口注册标准 JX20090339 中色谱条件并对流速和梯度程序进行优化，采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18 分析系统适用性溶液和供试品溶液，结果显示，各色谱峰峰形对称，且与相邻杂质峰基线分离，满足标准要求。此方法可为注射用氯替昔康（粉针剂）有关物质分析提供参考。

关键词：注射用氯替昔康（粉针剂） 有关物质 Shim-pack Scepter C18 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 C18 (3 μm , 4.6 \times 100 mm; P/N: 227-31016-04);

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

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05);

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：

分别取替诺昔康、杂质 B、C、F、G、H 对照品及氯诺昔康适量，加醋酸钠-甲醇混合溶液溶解并定量稀释制成每 1ml 含替诺昔康 3.4 μg 、杂质 B 3.4 μg 、杂质 C 6.8 μg 、杂质 G 8.6 μg 、杂质 F 8.6 μg 、杂质 H 8.6 μg 及氯诺昔康 17.2 μg 的溶液。

1.3 供试品溶液的制备

取客户提供的粉针剂一瓶，加水溶解并定容至 5 mL，摇匀，即得。

1.4 分析条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18 (3 μm , 4.6 \times 100 mm; P/N: 227-31016-04)

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：280 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：10 μ L

流动相：A：1%醋酸铵溶液-40%氢氧化四丁基铵溶液-甲醇（1000：1.5：5）

B：乙腈-三乙胺（99.9：0.1）

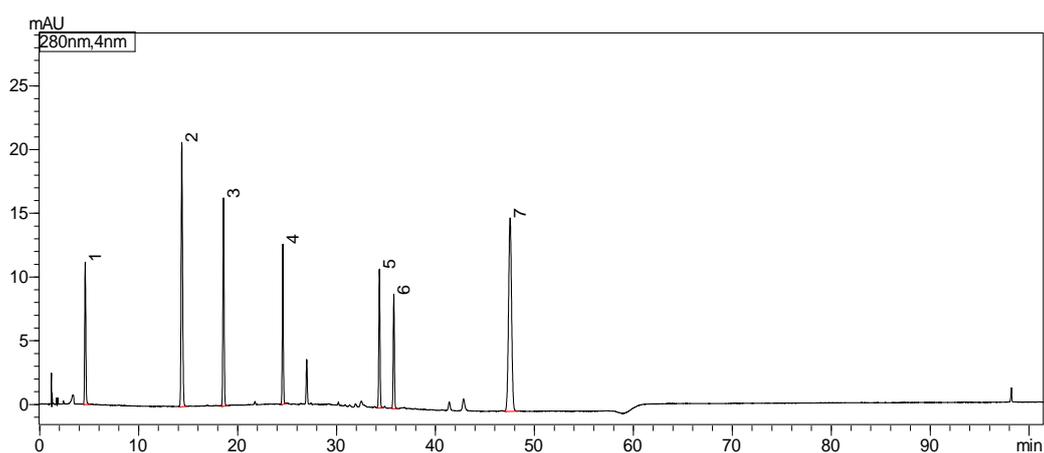
梯度洗脱程序如下：

时间 (min)	0	33	55	55.01	100
A (%)	97	70	70	97	97
B (%)	3	30	30	3	3

2. 实验结果

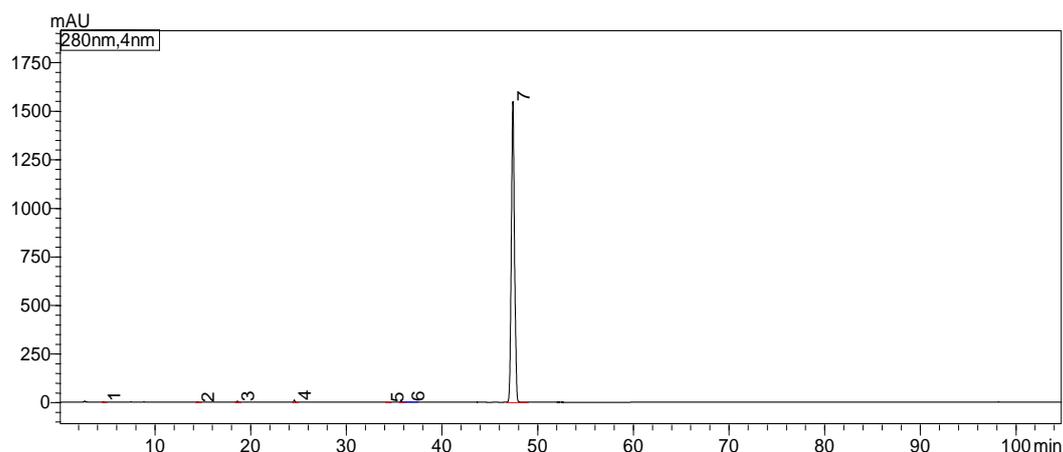
按照上述色谱条件（1.4）进行采集，系统适用性溶液和供试品溶液色谱图如下：

系统适用性溶液

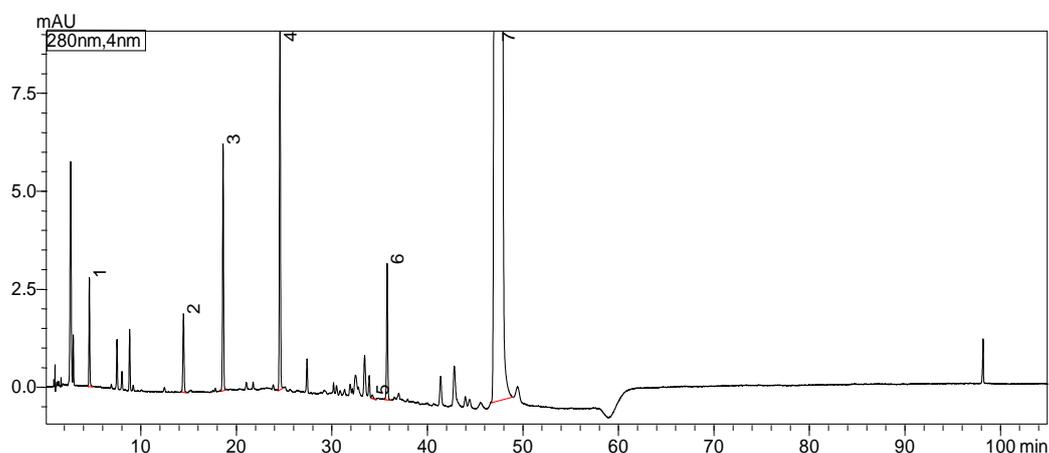


峰号	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
杂质 B	4.646	90718	11134	7326	1.110	--
杂质 C	14.408	207903	20714	48875	1.104	40.974
杂质 G	18.620	140264	16295	104765	1.068	17.207
杂质 F	24.618	91847	12530	258726	0.995	28.390
杂质 H	34.377	92015	10884	380450	1.017	46.985
替诺希康	35.836	73140	8931	440638	0.983	6.664
氯诺希康	47.585	319306	15145	115658	0.999	30.376

供试品溶液



供试品溶液放大图



峰号	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
杂质 B	4.653	16893	2773	13693	1.096	--
杂质 C	14.503	16687	1994	68211	1.008	51.815
杂质 G	18.654	45345	6286	156508	0.973	20.268
杂质 F	24.608	78853	10858	263359	1.005	31.388
杂质 H	34.284	997	94	201804	1.029	39.035
替诺希康	35.833	29086	3473	426913	0.970	5.920
氯诺希康	47.454	35637710	1548092	102937	1.054	28.736

3. 结论

本文建立了注射用氯替希康(粉针剂)有关物质分析的HPLC方法。参照进口注册标准 JX20090339 中色谱条件并对流速和梯度程序进行优化,采用色谱柱 Shim-pack Scepter C18 分析系统适用性溶液和供试品溶液,结果显示,各色谱峰峰形对称,且与相邻杂质峰基线分离,满足标准要求。此方法可为注射用氯替希康(粉针剂)有关物质分析提供参考。