

黄体酮有关物质分析

SGLC-LC-194

摘要：本文建立了黄体酮有关物质分析的 HPLC 测定方法。参照《中国药典》中色谱分析条件，采用色谱柱 SHIMSEN Ankylo C8-AQ，对黄体酮有关物质系统适用性溶液、供试品溶液、对照溶液、灵敏度溶液进行分析，系统适用性溶液色谱图中，黄体酮峰的保留时间为 12.651 分钟，黄体酮峰与相对保留时间约为 1.1 的降解产物峰之间的分离度为 4.589，大于 4.0，满足《中国药典》需求，此方法可为黄体酮有关物质分析提供参考。

关键词：黄体酮 有关物质 SHIMSEN Ankylo C8-AQ 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：SHIMSEN Ankylo C8-AQ (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 380-01203-08; S/N: 6AZ06766)；

SHIMSEN Disc 针式过滤器 (P/N: 380-00341)；

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 溶液的制备

1.2.1 系统适用性溶液

取黄体酮 25 mg，置 25 mL 量瓶中，加 0.1 mol/L 氢氧化钠甲醇溶液 10 mL 使溶解，置 60 °C 水浴中保温 4 小时，放冷，用 1 mol/L 盐酸溶液调节至中性，用甲醇稀释至刻度，摇匀。

1.2.2 供试品溶液

取本品，加甲醇溶解并稀释制成每 1 mL 中约含 1 mg 的溶液。

1.2.3 对照溶液

供试品溶液用甲醇稀释 100 倍。

1.2.4 灵敏度溶液

供试品溶液稀释 2000 倍。

1.3 分析条件

色谱柱：SHIMSEN Ankylo C8-AQ (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 380-01203-08; S/N: 6AZ06766);

柱温：30 °C;

柱流速：1.0 mL/min;

检测波长：241 nm;

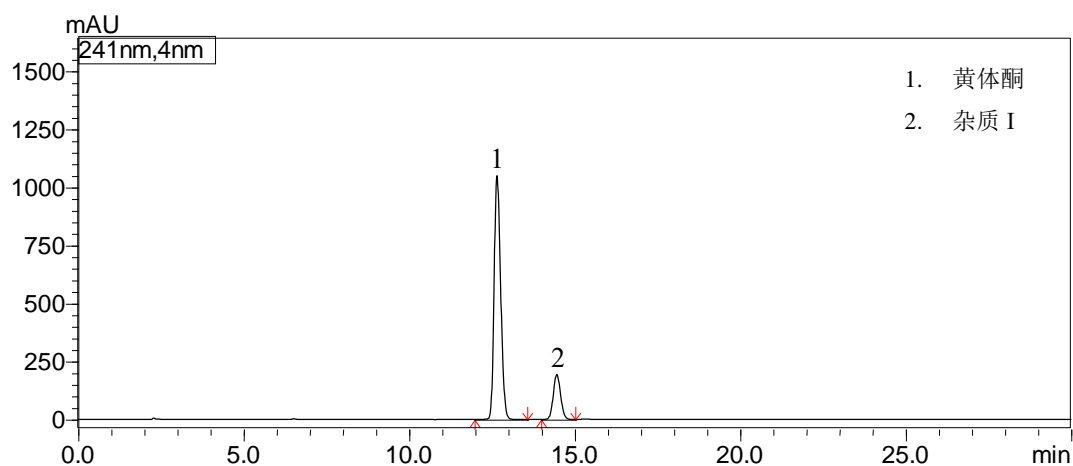
进样量：10 μL;

流动相：以甲醇-乙腈-水 (25:35:40) 为流动相。

2. 实验结果

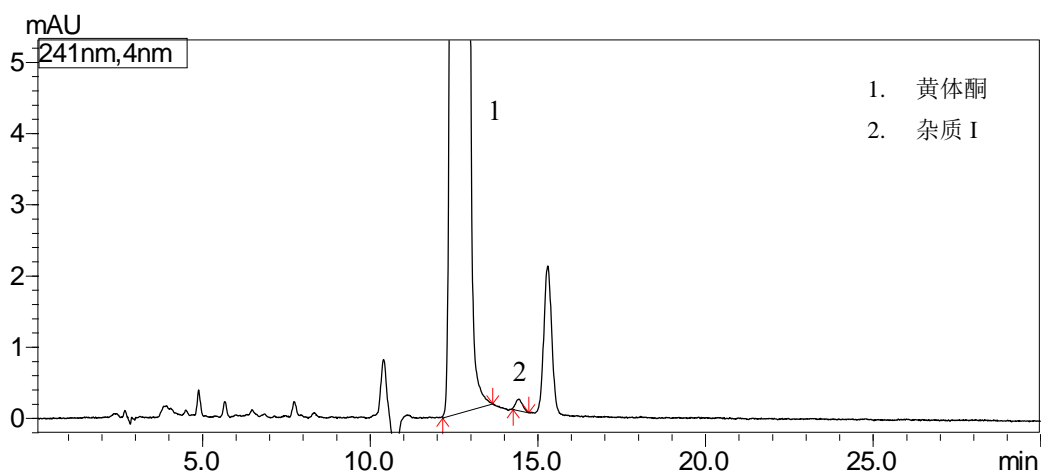
按照上述色谱条件 (1.3) 进行采集，色谱图如下：

系统适用性溶液：



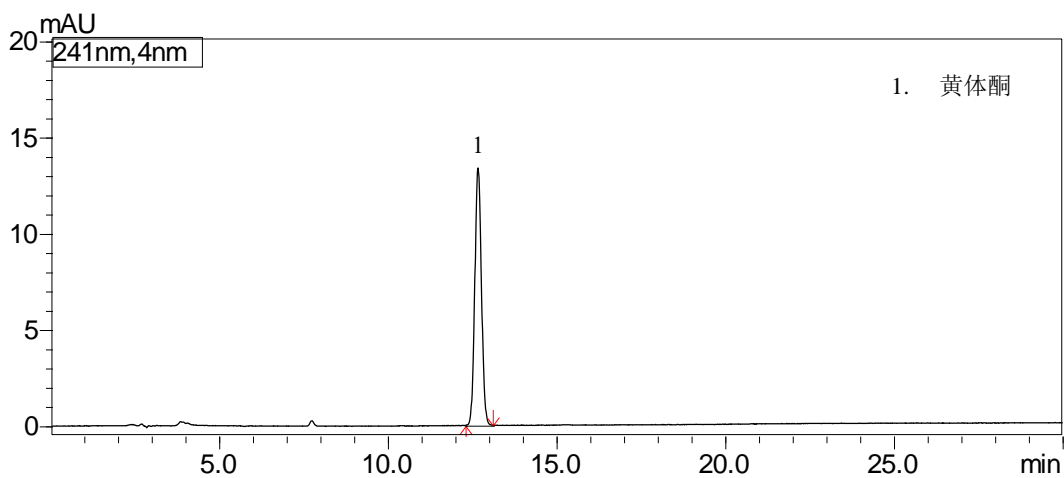
目标物名称	保留时间	相对保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
黄体酮	12.651	--	14413080	1049555	18486	1.249	--
杂质 I	14.457	1.14	2982943	193841	19401	1.102	4.589

供试品溶液:



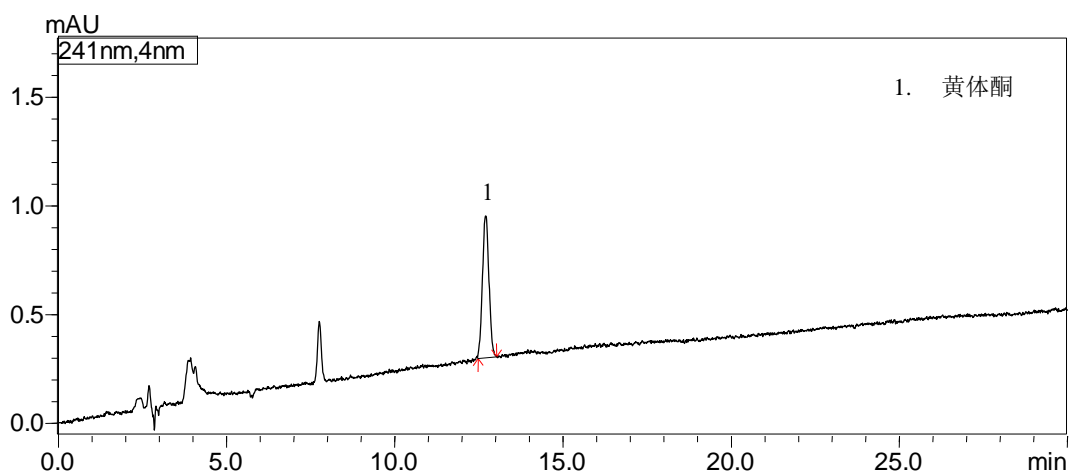
目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
黄体酮	12.620	19675528	1409169	17660	1.304	--
杂质 I	14.450	2116	154	22773	1.220	4.798

对照溶液:



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
黄体酮	12.674	182785	13388	18717	1.083

灵敏度溶液:



目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	S/N
黄体酮	12.719	8721	649	19380	1.046	22.45

3. 结论

本文建立了黄体酮有关物质分析的 HPLC 测定方法。参照《中国药典》中色谱分析条件，采用色谱柱 SHIMSEN Ankylo C8-AQ，对黄体酮有关物质系统适用性溶液、供试品溶液、对照溶液、灵敏度溶液进行分析，系统适用性溶液色谱图中，黄体酮峰的保留时间为 12.651 分钟，黄体酮峰与相对保留时间约为 1.1 的降解产物峰之间的分离度为 4.589，大于 4.0，满足《中国药典》需求，此方法可为黄体酮有关物质分析提供参考。