

硝磺草酮原药的分析

SGLC-LC-122

摘要： 本文建立了硝磺草酮原药的 HPLC 测定方法。参照 GB 29382—2012 硝磺草酮的色谱条件，采用色谱柱 Shim pack GIST C18 (4.6×250mm, 5 μ m)、Shim-pack Scepter C18 (4.6×250mm, 5 μ m)、Shim-pack Scepter HD-C18 (4.6×250mm, 5 μ m)，对硝磺草酮原药供试品、硝磺草酮对照品进行分析，结果显示硝磺草酮峰形对称，且结果重现性较好，满足 GB 29382—2012 要求。此方法可为硝磺草酮原药的含量测定提供参考。

关键词： 硝磺草酮 Shim pack GIST C18 Shim-pack Scepter C18 Shim-pack Scepter HD-C18 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-30A 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (5 μ m, 4.6×250 mm； P/N： 227-30017-08； S/N： 18K07996)；

Shim-pack Scepter C18 (5 μ m, 4.6×250 mm； P/N： 227-31020-06； S/N： 130XA80089)；

Shim-pack Scepter HD-C18 (5 μ m, 4.6×250 mm； P/N： 227-31024-06； S/N： 119ZA80037)；

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 对照品溶液的制备

称取 0.1g (精确至 0.0002g) 硝磺草酮标样于 50 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

1.2.2 供试品溶液的制备

称取含硝磺草酮 0.1g (精确至 0.0002 g) 的已干燥过的试样于 50 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，

超声波振荡 5 min 使试样溶解，冷却至室温，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 于 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

1.3 分析条件及实验结果

1.3.1 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 (5 μ m, 4.6 \times 250 mm, P/N: 227-30017-08, S/N: 18K07996)

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测波长：270 nm

流速：1.0 mL/min

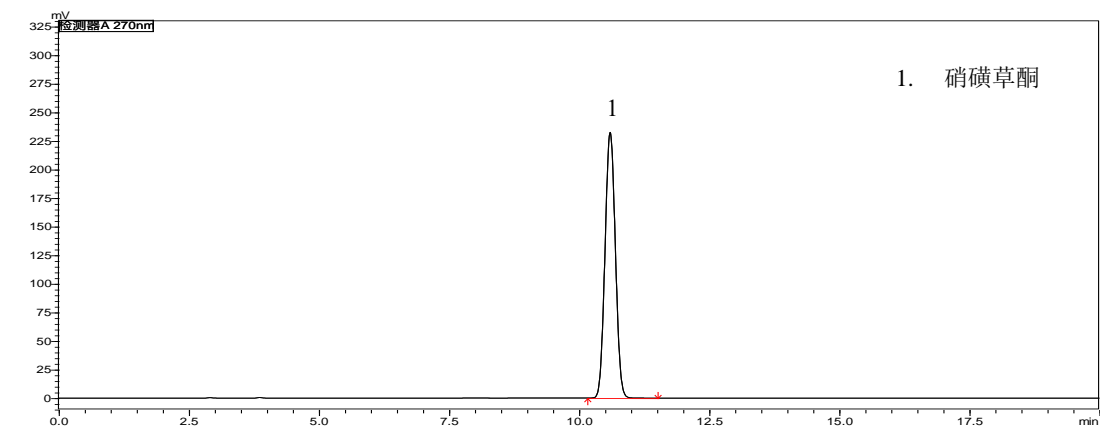
进样量：5 μ L

流动相：乙腈：水（磷酸调 pH 至 3.0）=40：60

实验结果

按照上述色谱条件（1.3.1）进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：

对照品溶液：

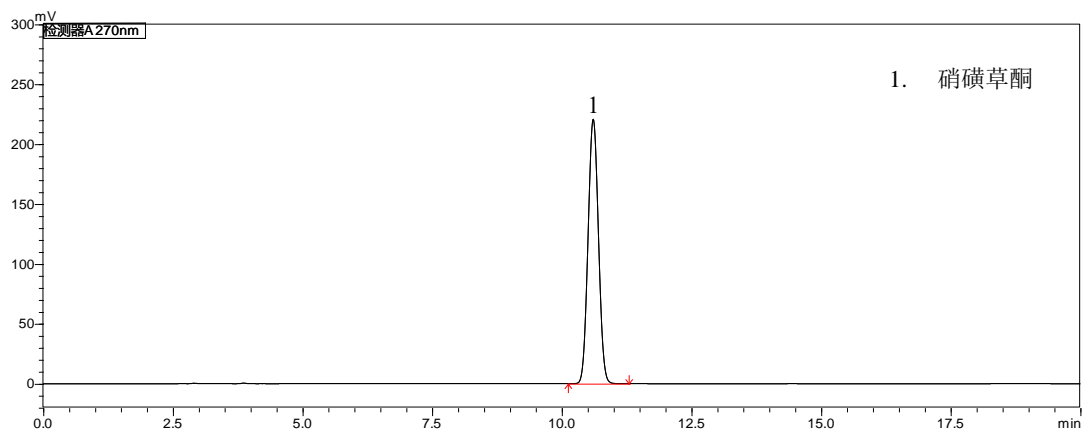


名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	10.599	3222437	232380	12834	1.039

重现性：

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	10.599	10.604	10.628	0.15	3222437	3223185	3220446	0.04

供试品溶液:



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	10.606	3067038	220764	12812	1.041

重现性:

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	10.606	10.626	10.628	0.11	3067038	3065571	3065470	0.03

1.3.2 分析条件

色谱柱: Shim-pack Scepter C18 (5 μ m, 4.6 \times 250 mm, P/N: 227-31020-06, S/N: 130XA80089)

柱温: 30 $^{\circ}$ C

检测波长: 270 nm

流速: 1.0 mL/min

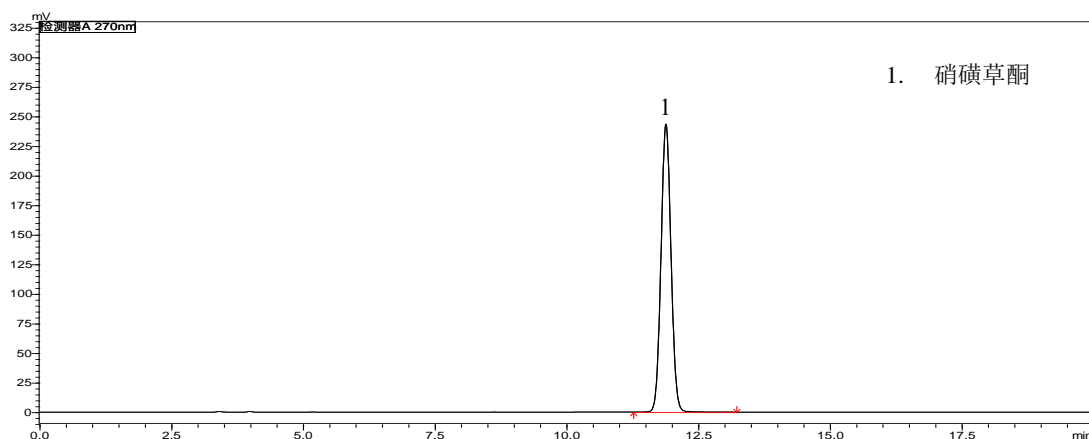
进样量: 5 μ L

流动相: 乙腈: 水 (磷酸调 pH 至 3.0) =40: 60

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.2) 进行采集, 系统适用性溶液色谱图如下:

对照品溶液:

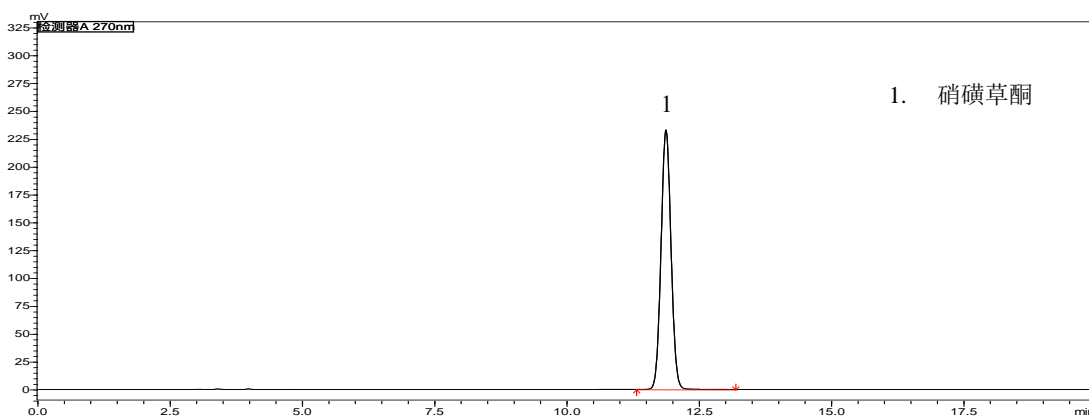


名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	11.891	3221108	243489	17961	1.048

重现性:

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	11.891	11.889	11.892	0.01	3221108	3220296	3221108	0.01

供试品溶液:



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	11.882	3066027	233053	18085	1.047

重现性:

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	11.882	11.876	11.876	0.03	3066027	3067429	3064417	0.05

1.3.3 分析条件

色谱柱: Shim-pack Scepter HD-C18(5 μ m, 4.6 \times 250 mm, P/N: 227-31024-06, S/N: 119ZA80037)

柱温: 30 $^{\circ}$ C

检测波长: 270 nm

流速: 1.0 mL/min

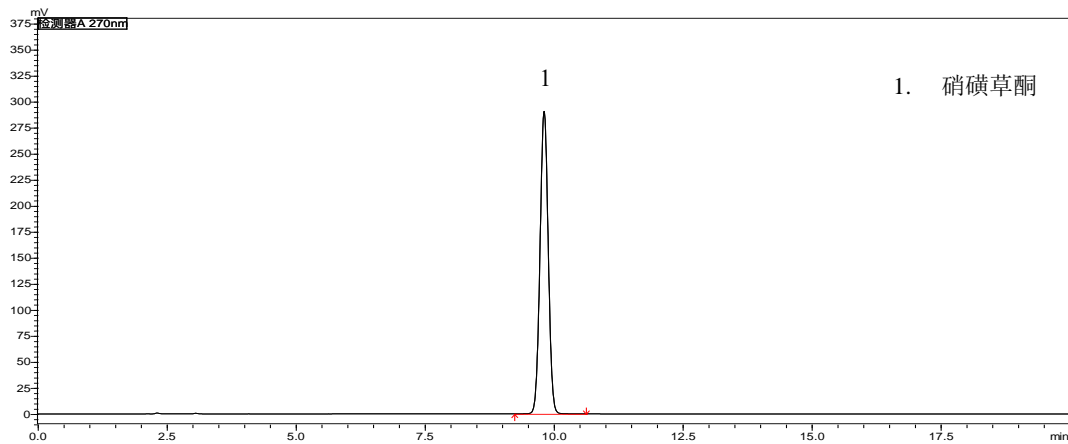
进样量: 5 μ L

流动相: 乙腈: 水 (磷酸调 pH 至 3.0) =40: 60

实验结果

按照上述色谱条件 (1.3.3) 进行采集, 系统适用性溶液色谱图如下:

对照品溶液:

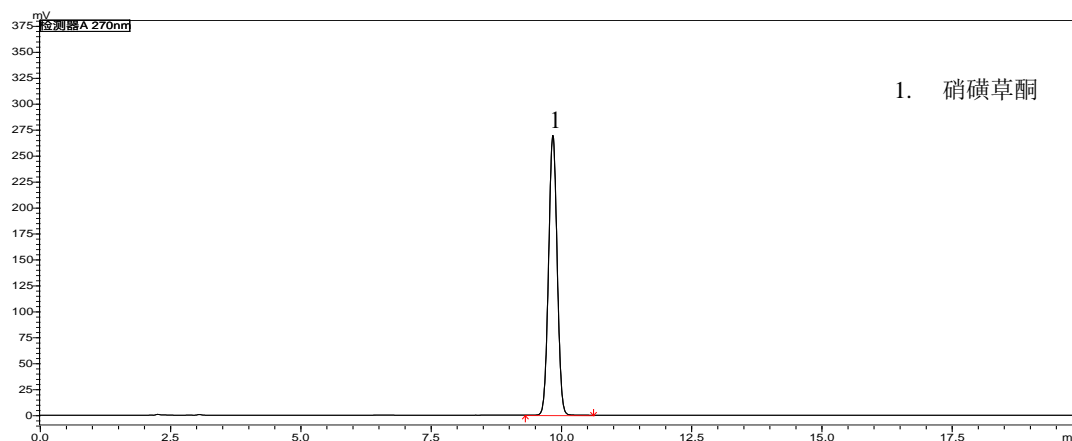


名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	9.816	3215526	290678	17159	1.016

重现性:

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	9.816	9.837	9.835	0.12	3215526	3218339	3218339	0.05

供试品溶液:



名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔数	拖尾因子
硝磺草酮	9.847	3081901	269430	16195	1.022

重现性:

目标物	保留时间 (min, n=3)				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 (%)
硝磺草酮	9.847	9.885	9.89	0.24	3081901	3082046	3080412	0.03

2. 结论

本文建立了硝磺草酮原药的 HPLC 测定方法。参照 GB 29382—2012 硝磺草酮原药的色谱条件, 采用色谱柱 Shim pack GIST C18 (4.6×250mm, 5 μ m)、Shim-pack Scepter C18 (4.6×250mm, 5 μ m)、Shim-pack Scepter HD-C18 (4.6×250mm, 5 μ m), 对硝磺草酮原药供试品、硝磺草酮对照品进行分析, 结果显示硝磺草酮峰形对称, 且结果重现性较好, 满足 GB 29382—2012 要求。此方法可为硝磺草酮原药的含量测定提供参考。