

磺丁基- β -环糊精钠有关物质分析

SGLC-LC-371

摘要： 本文建立了磺丁基- β -环糊精钠有关物质分析的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 ShimNex WP C18-S 进行分析，磺丁基- β -环糊精钠杂质 A (β -环糊精)、杂质 C (4-羟基丁烷 1-磺酸)、杂质 D (双(4-磺丁基)醚二钠) 分离度良好，无溶剂及未知杂质干扰，峰形和重现性良好，满足检测需求。此方法可为磺丁基- β -环糊精钠有关物质分析提供参考。

关键词： 磺丁基- β -环糊精钠有关物质 ShimNex WP C18-S HPLC ELSD

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40D XR 高效液相色谱仪；

ELSD LT-III 蒸发光散射检测器；

色谱柱：ShimNex WP C18-S (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 380-01234-87)；

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 加标样品溶液的制备

取磺丁基- β -环糊精钠样品、杂质 A 对照品、杂质 C 对照品、杂质 D 对照品适量，加水制成含样品 60 mg/mL、杂质 A 150 μ g/mL、杂质 C 300 μ g/mL 和杂质 D 300 μ g/mL 的溶液，备用。

1.3 分析条件

色谱柱：ShimNex WP C18-S (5 μ m, 4.6 \times 250 mm; P/N: 380-01234-87)

流 速：0.8 mL/min

进样量：10 μ L

柱 温：30 $^{\circ}$ C

检测器：ELSD-LTIII，漂移管温度：50℃，增益：Wide，过滤器：4

流动相：A：0.1 M TEAA 溶液（pH=7） B:甲醇

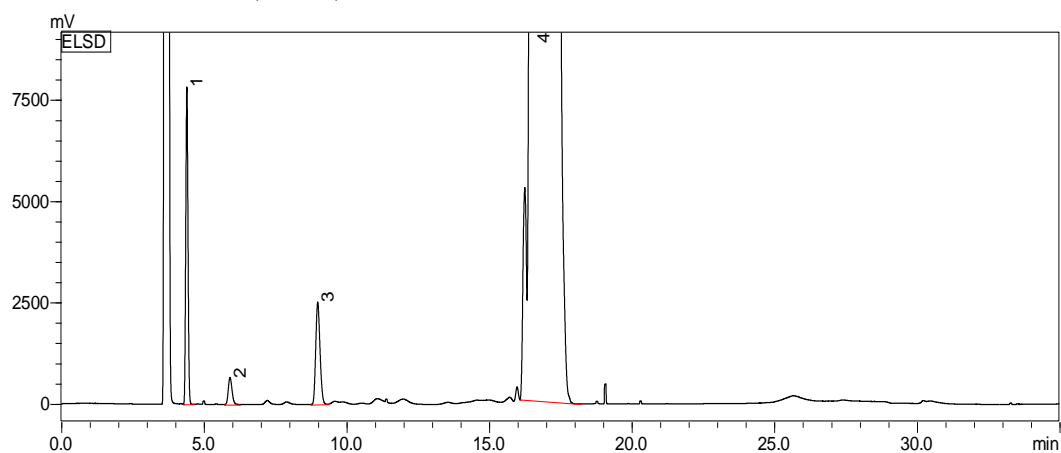
梯度程序如下：

时间	0	10	20	25	25.5	35
A (%)	90	90	5	5	90	90
B (%)	10	10	95	95	10	10

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，加标样品溶液色谱图如下：

加标样品溶液：



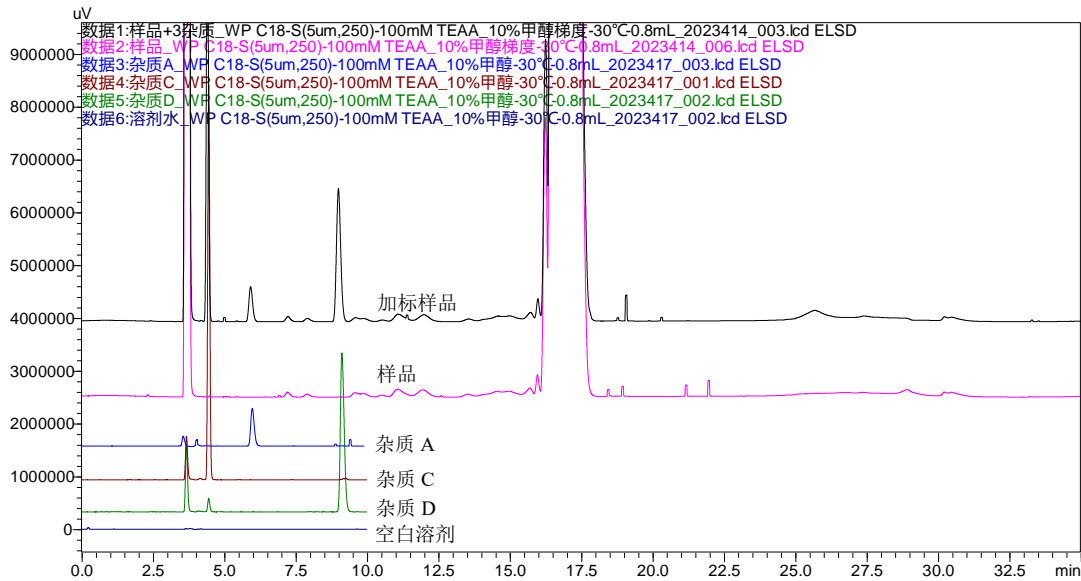
序号	化合物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	杂质 C	4.402	42743594	7786454	14189	1.084	--
2	杂质 A	5.918	5979531	659031	9689	1.153	7.827
3	杂质 D	8.991	26219409	2520768	16936	1.169	11.925
4	磺丁基-β-环糊精钠	16.568	4186332198	69710829	1646	2.931	7.956

加标样品溶液重现性

序号	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 (%)
杂质 C	4.402	4.403	4.403	0.01	42743594	42907736	42694991	0.26
杂质 A	5.918	5.912	5.91	0.07	5979531	6023131	6025954	0.43
杂质 D	8.991	8.987	8.982	0.05	26219409	26023424	26377325	0.68

磺丁基-β-环糊精					41863321	41799810	41852662	
钠	16.568	16.568	16.568	0.00	98	60	29	0.08

加标样品溶液、空白溶剂和 3 个杂质的对比图：



3. 结论

本文建立了磺丁基-β-环糊精钠有关物质分析的 HPLC 测定方法。采用色谱柱 ShimNex WPC18-S 进行分析，磺丁基-β-环糊精钠杂质 A (β-环糊精)、杂质 C (4-羟基丁烷 1-磺酸)、杂质 D (双(4-磺丁基)醚二钠) 分离度良好，无溶剂及未知杂质干扰，峰形和重现性良好，满足检测需求。此方法可为磺丁基-β-环糊精钠有关物质分析提供参考。