

磷霉素氨丁三醇的测定

一. 样品描述:

白色粉末。

二. 样品来源记录

样品测定描述: 主峰保留时间 9 分钟左右, 与之前的杂质 A 分离度不小于 1.5。

三. 液相方法条件

方法来源: 欧洲药典 7.0 版。

具体方法:

色谱柱: Ultimate® XB-NH2-3, 4.6×250mm, 3 μ m;

检测波长: 示差 35 度;

流动相: 10.89g/L 磷酸二氢钾水溶液;

温度: 35 度;

流速: 1.0ml/min;

进样量: 10 μ L。

流动相的配制:

准确称取磷酸二氢钾 10.89g, 加水 1000mL 溶解, 用微孔滤膜过滤。

样品处理方法:

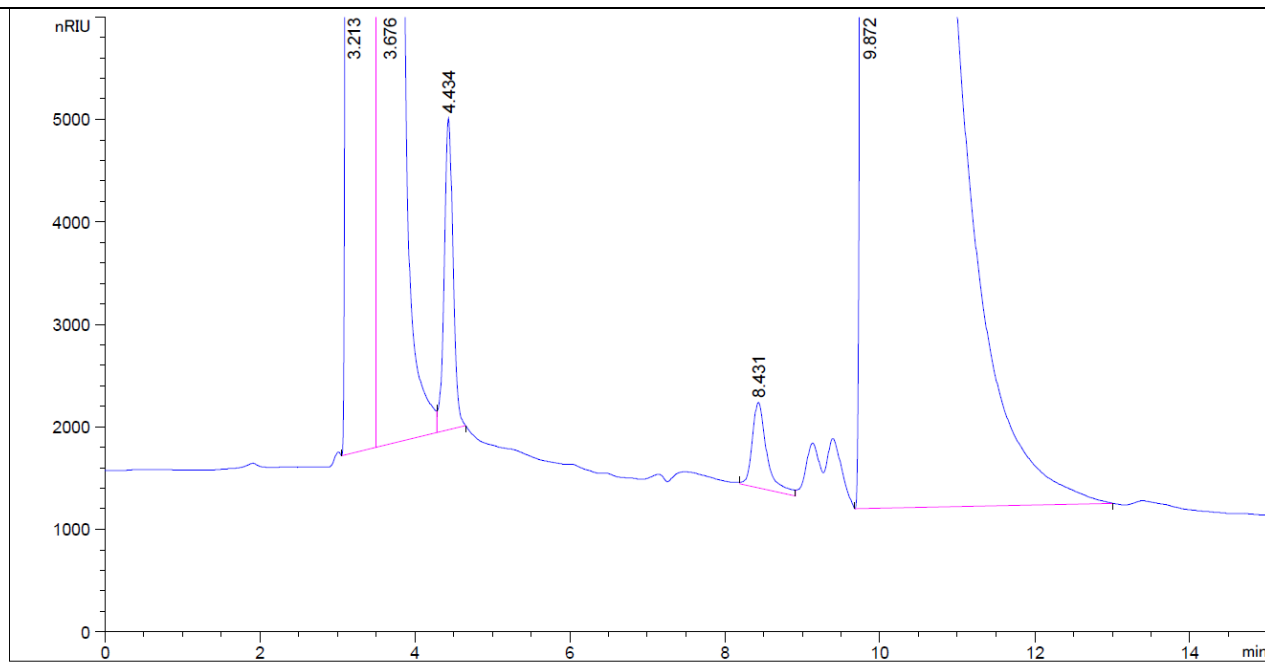
样品 1: 称取样品 1.2g, 用流动相定容到 10mL。

样品 2: 量取样品 1 0.3mL, 用流动相稀释到 100mL。

样品 3: 称取样品 0.375g, 用 75 微升水润湿, 在 60 度下加热 24h, 用流动相定容到 25mL, 作为溶液 A。称取样品 1.2g, 用溶液 A 定容到 10mL。

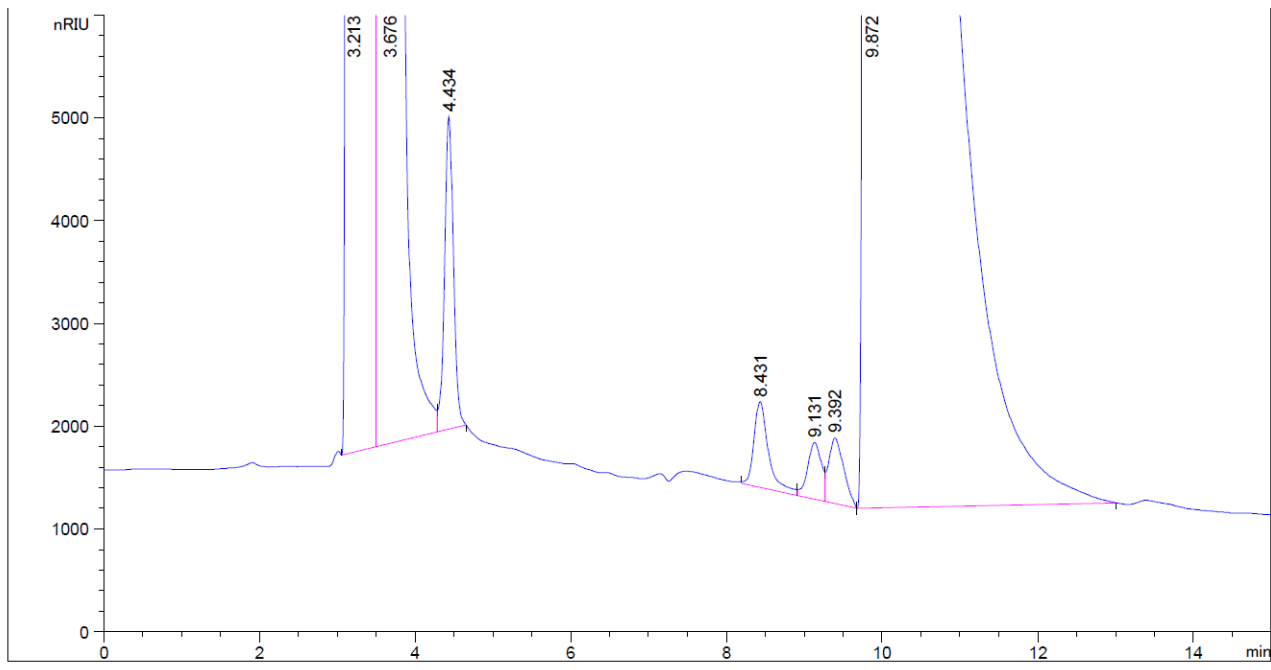
四. 谱图及数据

1. 样品 (主峰和杂质 A)



保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.213	-	4.28582e6	3.78764e5	0.38	0.1760	1844	-	-
3.676	-	4.89498e6	4.73394e5	1.18	0.1658	2730	1.59	1.14
4.434	-	2.42134e4	3038.35571	0.94	0.1212	7419	3.10	1.21
8.431	-	1.09229e4	833.16760	0.65	0.1800	12155	15.59	1.90
9.872	-	1.91900e6	5.69577e4	0.17	0.4320	2893	2.77	1.17

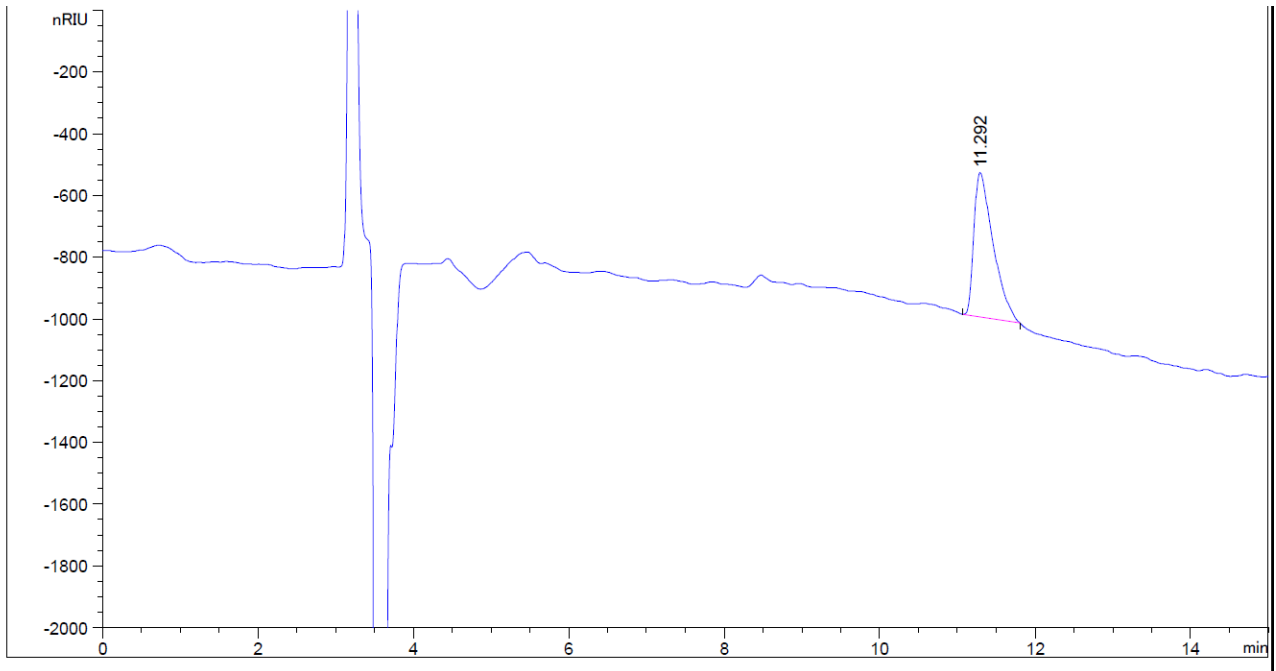
2.样品（主峰和杂质 A 和未知杂质）



保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.213	-	4.28582e6	3.78764e5	0.38	0.1760	1844	-	-
3.676	-	4.89498e6	4.73394e5	1.18	0.1658	2730	1.59	1.14
4.434	-	2.42134e4	3038.35571	0.94	0.1212	7419	3.10	1.21
8.431	-	1.09229e4	833.16760	0.65	0.1800	12155	15.59	1.90
9.131	-	6877.88672	551.61304	0.99	0.2346	8392	1.98	1.08

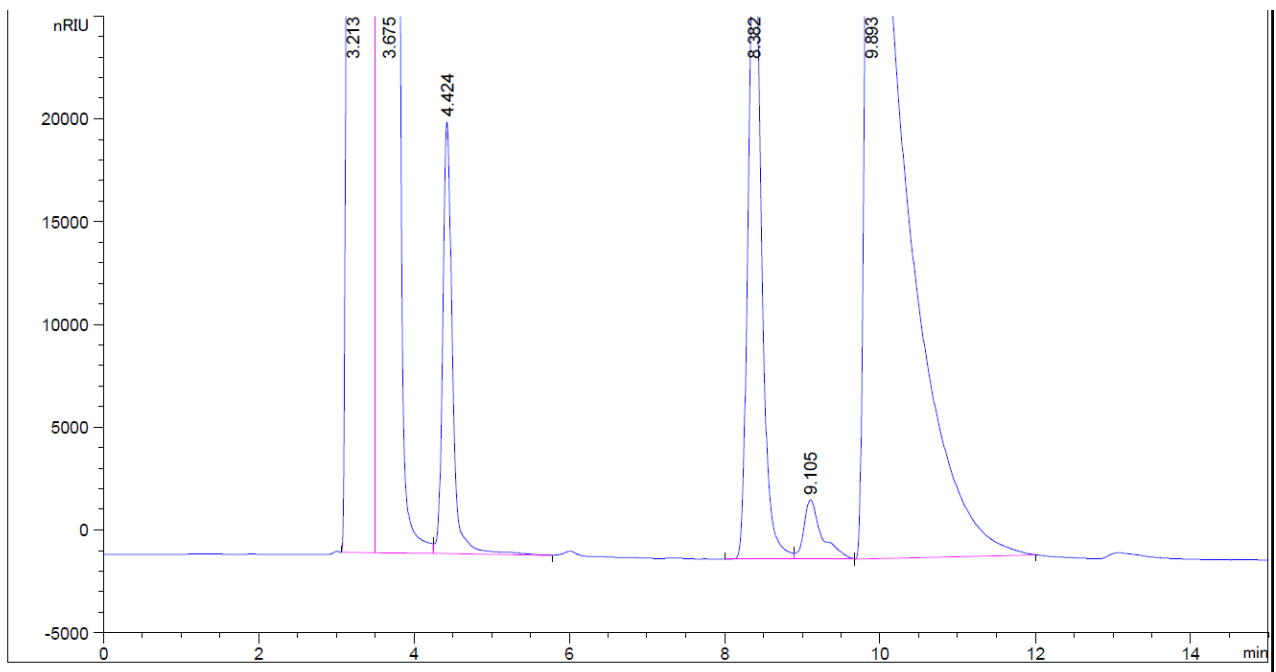
保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
9.392	-	8561.05078	639.13196	0.63	0.2283	9366	0.66	1.03
9.872	-	1.91900e6	5.69577e4	0.17	0.4320	2893	0.85	1.05

3.对照溶液（样品 2）



保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
11.292	-	8024.68262	467.52551	0.44	0.2544	10910	-	-

4. 杂质对照 (样品 3)



Ultimate Column for Ultimate Performance

Add: 326 Edison Road, Building A, Zhangjiang Hi-Tech Park, Pudong Shanghai 201203 China
 Tel: 86-021-51320401 Fax: 86-02150276769 Web: www.welchmat.com

保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.213	-	4.09845e6	3.77071e5	0.39	0.1413	2862	-	-
3.675	-	4.63085e6	4.38016e5	1.07	0.1681	2643	1.76	1.14
4.424	-	1.83005e5	2.10436e4	0.72	0.1224	7227	3.03	1.20
8.382	-	3.74906e5	3.14110e4	0.78	0.1764	12505	15.56	1.89
9.105	-	4.62525e4	2891.47705	0.52	0.1962	11939	2.28	1.09

保留时间 [min]	k'	峰面积 [nRIU*s]	峰高 [nRIU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
9.893	-	1.47248e6	4.37792e4	0.19	0.4500	2677	1.43	1.09