

妥布霉素有关物质的测定

1. 背景介绍

妥布霉素为 O-3-氨基-3-脱氧- α -O-葡吡喃糖基-(1 \rightarrow 6)-O-[2,6-二氨基-2,3,6-三脱氧- α -D-核-己吡喃糖基-(1 \rightarrow 4)-2-脱氧-D-链霉胺。妥布霉素属于氨基糖苷类抗生素，化学结构中缺少强紫外吸收特征官能团，采用常规液相色谱紫外检测器检测存在诸多弊端。采用通用型的蒸发光散射检测器(ELSD)不需物质具有光学吸收特性，可以很好的实现妥布霉素的检测。因此本实验按照《中国药典》2015 版的要求，采用液相色谱蒸发光散射检测器(HPLC-ELSD)建立了妥布霉素中有关物质的测定方法，方法准确、灵敏、简便快速，可以有效实现妥布霉素的质量控制。

2. 样品制备

取本品适量，加水溶解并定量稀释制成每 1 mL 中约含 4 mg 的溶液，作为供试品溶液；精密量取适量，用水定量稀释制成每 1 mL 中约含 12 μ g、24 μ g、48 μ g 的溶液，作为对照溶液(1)、(2)、(3)。

3. 测试条件

仪器	EasySep [®] -1020 液相色谱系统, ELSD-UM5800 检测器		
色谱柱	Bischoff ProntoSIL C18 AQ PLUS, 250 \times 4.6 mm, 5 μ m		
流速	0.4 mL/min	柱温	35 $^{\circ}$ C
流动相	0.2 mol/L 三氟乙酸溶液		
载气流量	2.5 L/min	漂移管温度	85 $^{\circ}$ C

4. 测试结果

1) 色谱图

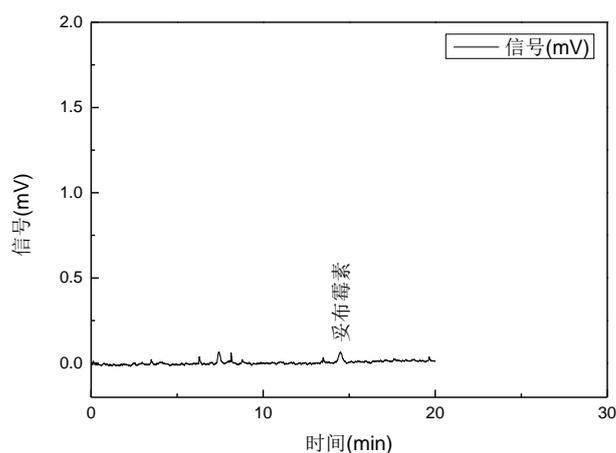


图 1 对照溶液(1) 色谱图

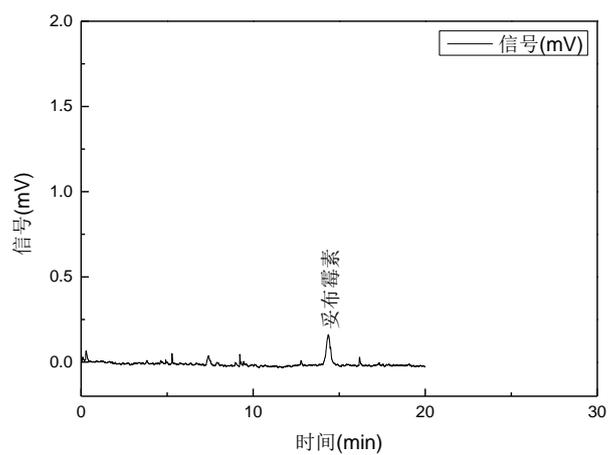


图 2 对照溶液 (2) 色谱图

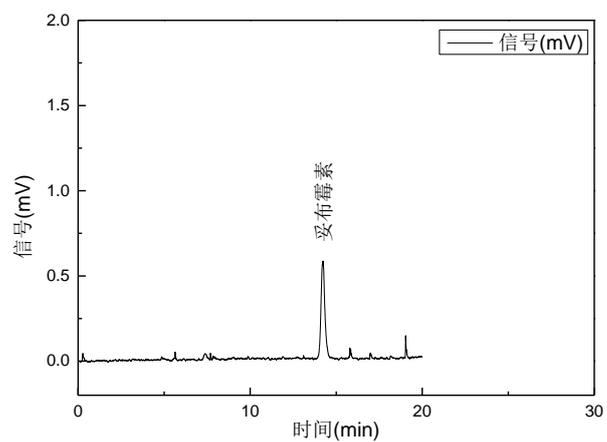


图 3 对照溶液 (3) 色谱图

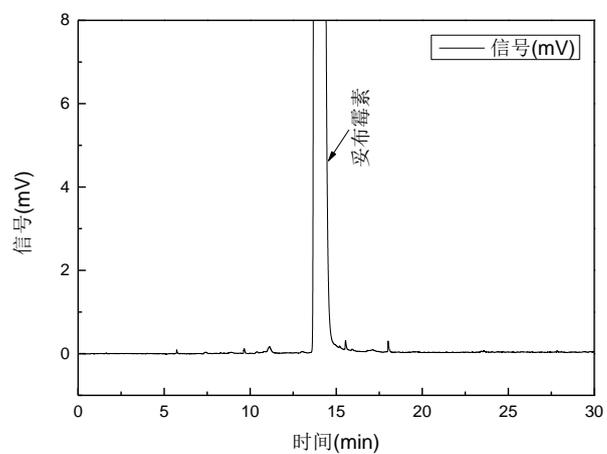


图 4 供试品溶液色谱图

2) 线性关系考察

精密量取对照溶液 (1)、(2)、(3) 各 10 μL, 分别注入液相色谱仪 (每一浓度连续进样 3 针), 记录色谱图。以对照溶液浓度的对数值与相应峰面积的对数值计算线性回归方程:

表 1 妥布霉素标准曲线

组份名称	标准曲线	R ²
妥布霉素	$y=1.4919x+1.4354$	0.999

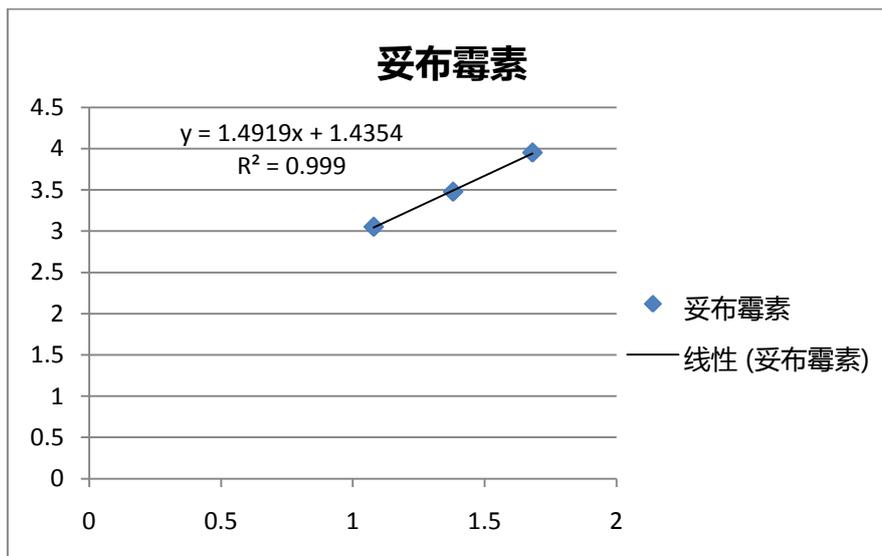


图 5 妥布霉素标准曲线

5. 结论

采用 EasySep®-1020 液相色谱系统, 配备 ELSD 检测器, 可以实现妥布霉素有关物质分析, 方法准确、灵敏度高, 可以满足日常分析要求。

6. 配置列表

仪器配置	EasySep®-1020 二元梯度液相色谱仪
	AS1020 自动进样器
	AT-330 柱温箱
	ELSD-UM5800 检测器
	Unimicro 色谱工作站

