

发酵液中米尔贝肟的测定 分析报告

——湖北宏中药业股份有限公司

一、检测方法：

参考客户方法。

二、客户要求：

发酵液中米尔贝肟的测定。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 甲醇：色谱纯

4.1.2 水：纯净水

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪：LC5090 液相色谱仪（含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器）

4.2.2 分析天平：感量 0.0001g

五、样品制备

5.1 甲醇空白溶液：由福立公司提供。

5.2 对照品溶液：由客户提供，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

5.2 供试品溶液：由客户提供，过 0.45 μm 有机滤膜，待进样。

六、仪器条件

a) 色谱柱：SunShell C18，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm

b) 进样量：10 μL

c) 流速：1.0 mL/min

d) 检测器：UV244 nm

e) 柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

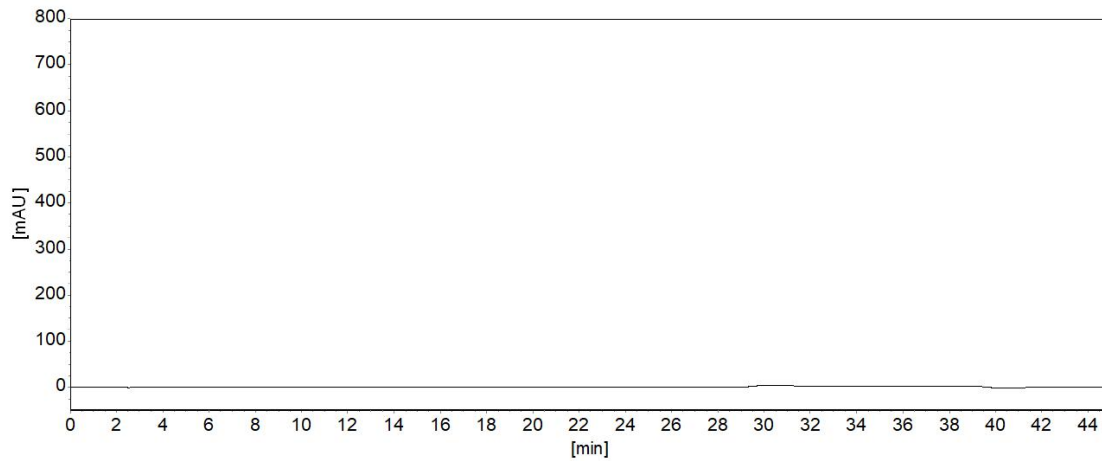
f) 流动相：A相：水；B相：甲醇

g) 流动相梯度洗脱程序如下：

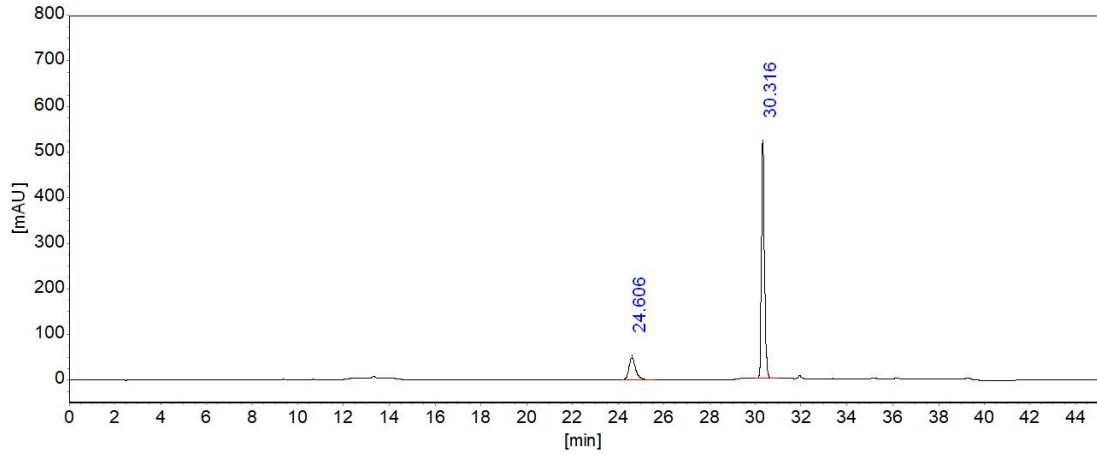
时间 [min]	流速 [mL/min]	A [%]	B [%]
0.00	1.0	25	75
10.0	1.0	18	82
25.0	1.0	18	82
25.0	1.0	10	90
35.0	1.0	10	90
35.0	1.0	25	75
45.0	1.0	25	75

七、分析结果

7.1 甲醇试剂空白谱图



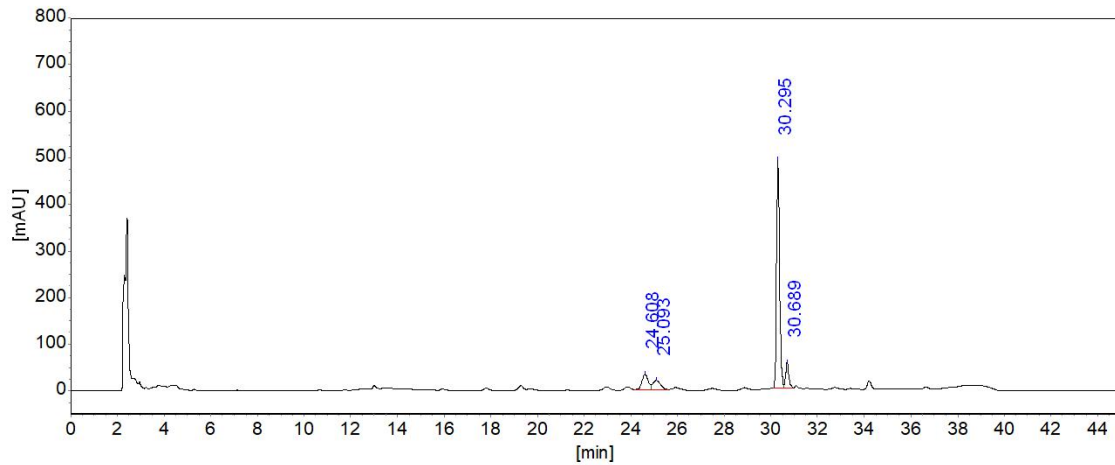
7.2 对照品溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		24.606	48239.4	959820.8	16.7398
2		30.316	517929.3	4773937.3	83.2602
总计:			566168.7	5733758.1	100.0000

7.3 供试品溶液谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%
1		24.608	32656.4	604428.7	10.0680
2		25.093	19552.6	445931.2	7.4279
3		30.295	489178.1	4438796.1	73.9376
4		30.689	54599.2	514283.1	8.5665
总计：			595986.3	6003439.1	100.0000

说明：客户提供的样品发酵液成分比较复杂，且在 C18 色谱柱有强保留，为了达到分离要求，我们将进样量改为 10 μ L，并将样品分析时间延长。客户提供的谱图，没有达到很好的分离，谱图中色谱峰的保留时间、峰型和我们所分析谱图的保留时间、峰型均有较大差别。个人建议可以从色谱柱的柱效和流动相的比例进行排查。以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。