

# 液相色谱法检测地塞米松的系统适用性试验

裴波

(安徽皖仪科技股份有限公司, 安徽省合肥市 230088)

**摘要:** 本案例以乙腈为流动相, 使用 C18 色谱柱进行分离, 使用超高效液相色谱, 利用紫外检测器检测地塞米松。

**关键词:** 超高效液相色谱法; 检测方法; 地塞米松

## 1 实验目的

- 1) 验证 LC3000B 在地塞米松检测中的系统适用性
- 2) 选择最适合分离地塞米松和倍他米松的色谱柱

## 2 实验原理

详见《中国药典》第二部 249 页

## 3 实验材料、试剂耗材及仪器设备

- 1) 实验材料: 地塞米松和倍他米松混合标准品 (合肥工大控释药物研究室提供)
- 2) 试剂耗材: 十八烷基键合硅胶色谱柱, 乙腈 (色谱纯, 国药)
- 3) 仪器设备: LC3000B-1 高效液相色谱仪

## 4 实验方法及步骤

### 4.1 实验方法

- 1) 根据药典的要求配置流动相, 并选用多种色谱柱实验
- 2) 根据实验数据选择最佳色谱条件和色谱柱
- 3) 液相色谱条件:

色谱柱: C18

流动相: 乙腈-水 (28: 72)

流速: 1ml/min

检测波长: 240nm

进样量: 20ul

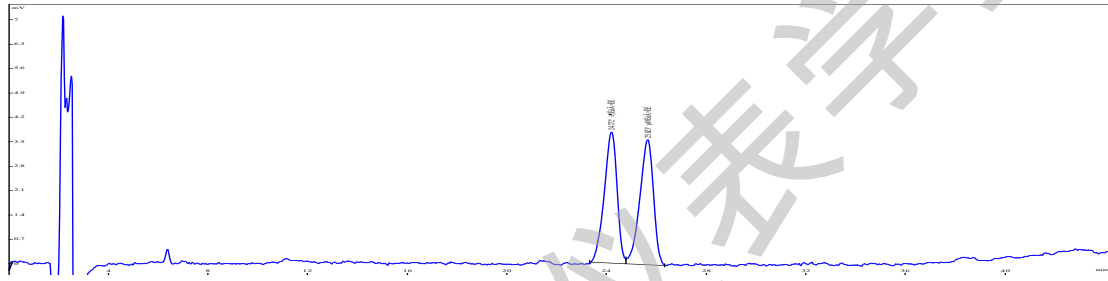
柱温: 室温

## 4.2 实验步骤

- 1) 配制流动相：量取 280ml 乙腈和 720ml 超纯水混匀，配置成 28%乙腈水溶液，超声波脱气 15min。
- 2) 换用不同的色谱柱用上面的色谱条件：所选用的柱子分别为月旭 XB-C18,4.6\*250mm, 5um; SGE-C18 4.6\*250mm, 5um; 创新通恒 C18, 4.6\*250mm, 10um; cosmosil-C18, 4.6\*250mm, 5um。
- 3) 根据实验谱图选择分离度和柱效最高者为最优实验条件。

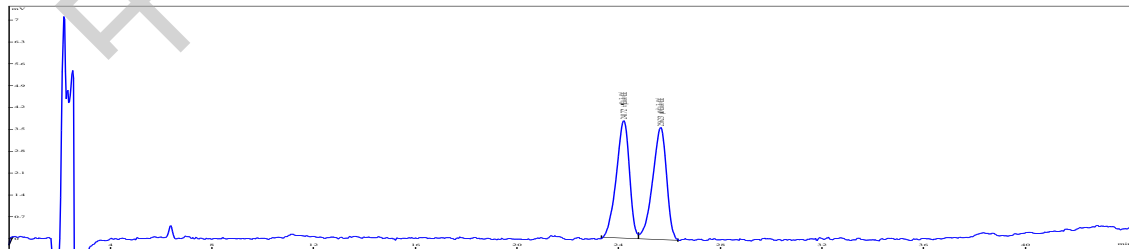
## 5 实验数据

### 5.1 月旭 XB-C18,4.6\*250mm 的分析谱图



序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	拖尾因子
1	24.172	倍他米松	49.7	135165	1.48	10601	0.85
2	25.623	地塞米松	50.3	136823	0.00	10606	0.83
总计			100	271988			

### 5.2 SGE-C18 4.6\*250mm, 5um 的分析谱图

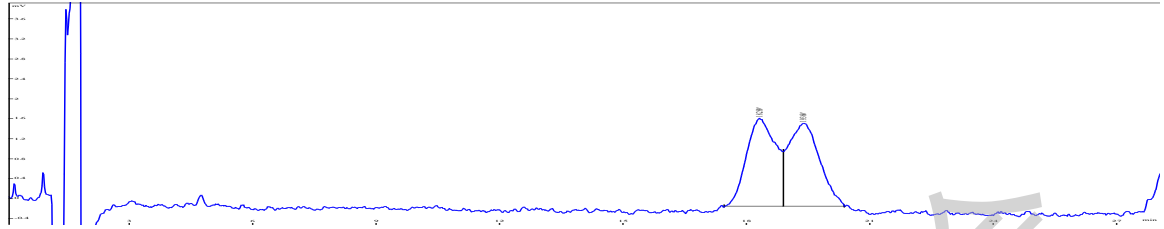


序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	拖尾因子
1	24.172	倍他米松	49.7	135165	1.48	10601	0.85

2	25.623	地塞米松	50.3	136823	0.00	10606	0.83
---	--------	------	------	--------	------	-------	------

总计			100	271988			
----	--	--	-----	--------	--	--	--

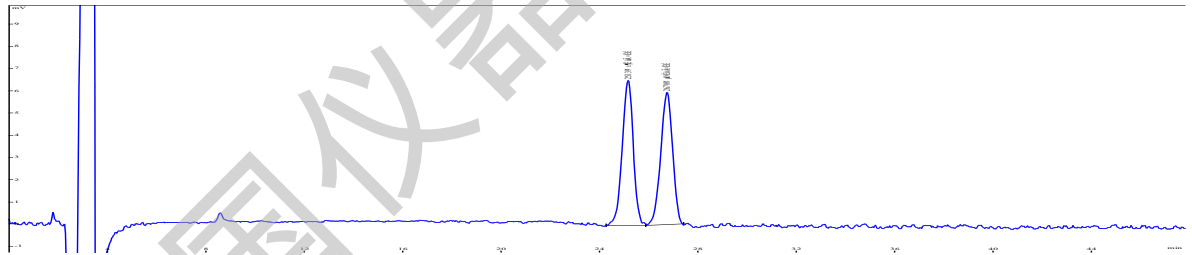
### 5.3 创新通恒 C18, 4.6\*250mm, 10um 分析谱图



序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	拖尾因子
1	18.289		51.2	89683	0.79	3057	1.33
2	19.360		48.8	85485	0.00	3334	0.86

总计			100	175168			
----	--	--	-----	--------	--	--	--

### 5.4 cosmosil-C18, 4.6\*250mm, 5um 分析谱图



序号	保留时间	名称	浓度	峰面积	峰分离度	理论塔板数	拖尾因子
1	25.139	倍他米松	50.56	205834	1.81	14942	0.92
2	26.708	地塞米松	49.44	201236	0.00	14689	0.94

总计			100	407070			
----	--	--	-----	--------	--	--	--

## 6 实验结论及分析

由以上的实验表明：柱效最好，分离度最高的柱子为 cosmosil-C18, 4.6\*250mm, 5um, 分离度为 1.81>1.5;柱效达到 14900 以上。完全符合药典规定的系统使用性的要求。

## 7 实验讨论

该实验只是按照药典规定的方法，选用了不同的色谱柱，从中找出最符合要点规范的柱子。当然也可以进行深入的探讨，比如：流速、流动相比例、柱温等对分离度和柱效的影响。

中国仪器仪表学会