

异福片的测定

一、液相方法条件

方法来源：客户提供。

具体方法：

色谱柱：Ultimate® XB-C18 4.6×250mm, 5 μ m;

检测波长：254nm;

流动相：0.01mol/L 磷酸二氢钾缓冲溶液，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.0 ±0.1) -甲醇=40: 60;

温度：30 度;

流速：1.0mL/min;

进样量：20 μ L。

缓冲溶液的配制：精密称取磷酸二氢钾 1.360g 加水 1000ml 溶解混匀，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.0±0.1;

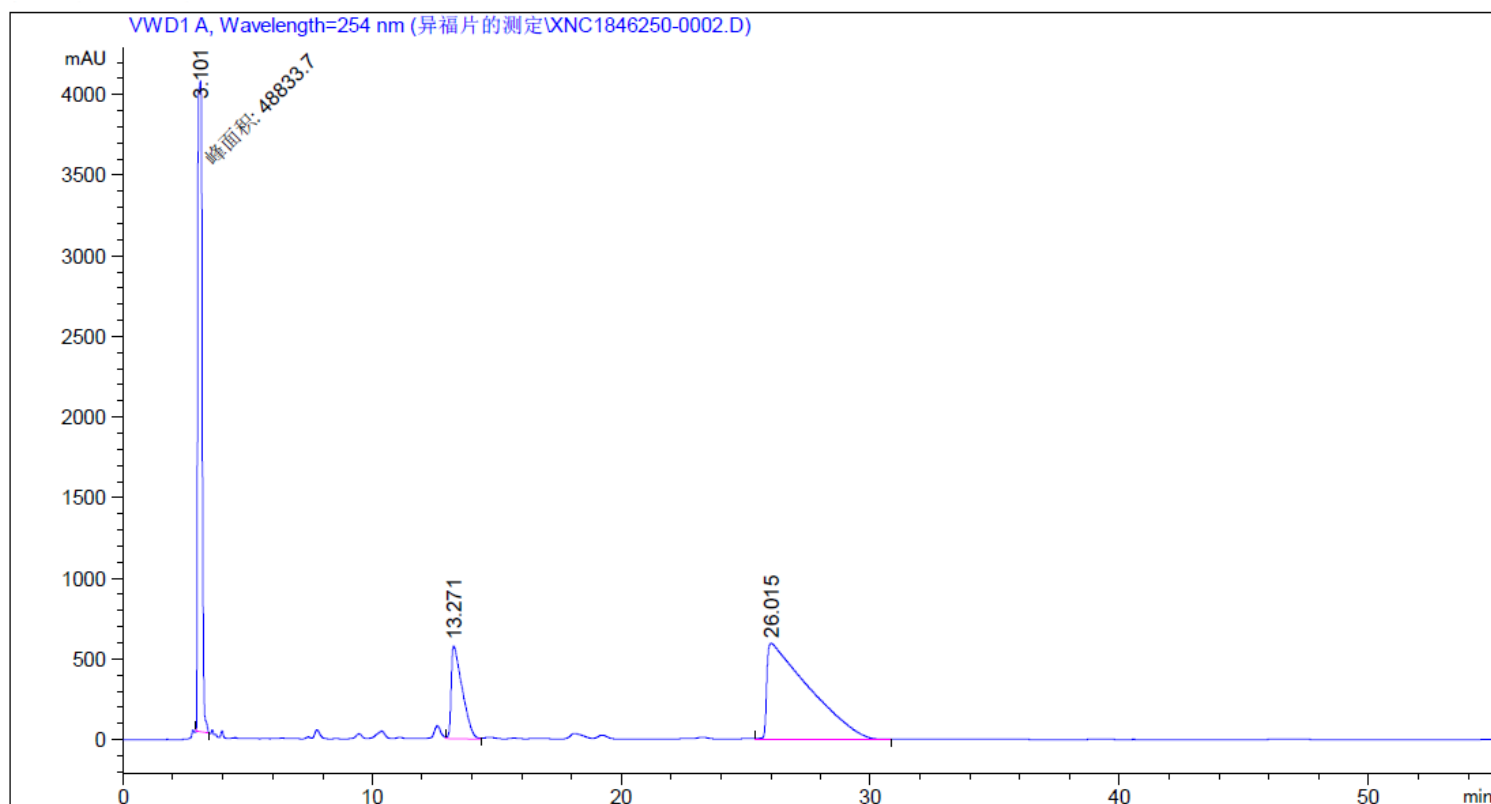
供试品的配制：取本品 10 片，研细，加稀释剂（0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.0±0.1) -甲醇=60: 40) 100ml，振摇使溶解，摇匀，过滤，即得；

对照品配制：取供试品溶液 1ml 置于 20ml 的量瓶中加入稀释剂（0.01mol/L 磷酸二氢钾溶液，用 0.1mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值为 7.0±0.1) -甲醇=60: 40) 溶解至刻度，摇匀；即得；

系统适应性试验：取醌式利福平 4.61mg 置于 25ml 的量瓶中，加异烟肼与利福平在酸性作用产物溶液（取利福平对照品 4.65mg 和异烟肼对照品 2.25mg，加 1mol/L 乙酸溶液 25ml 使溶解，）溶解并稀释至刻度，摇匀，即得；

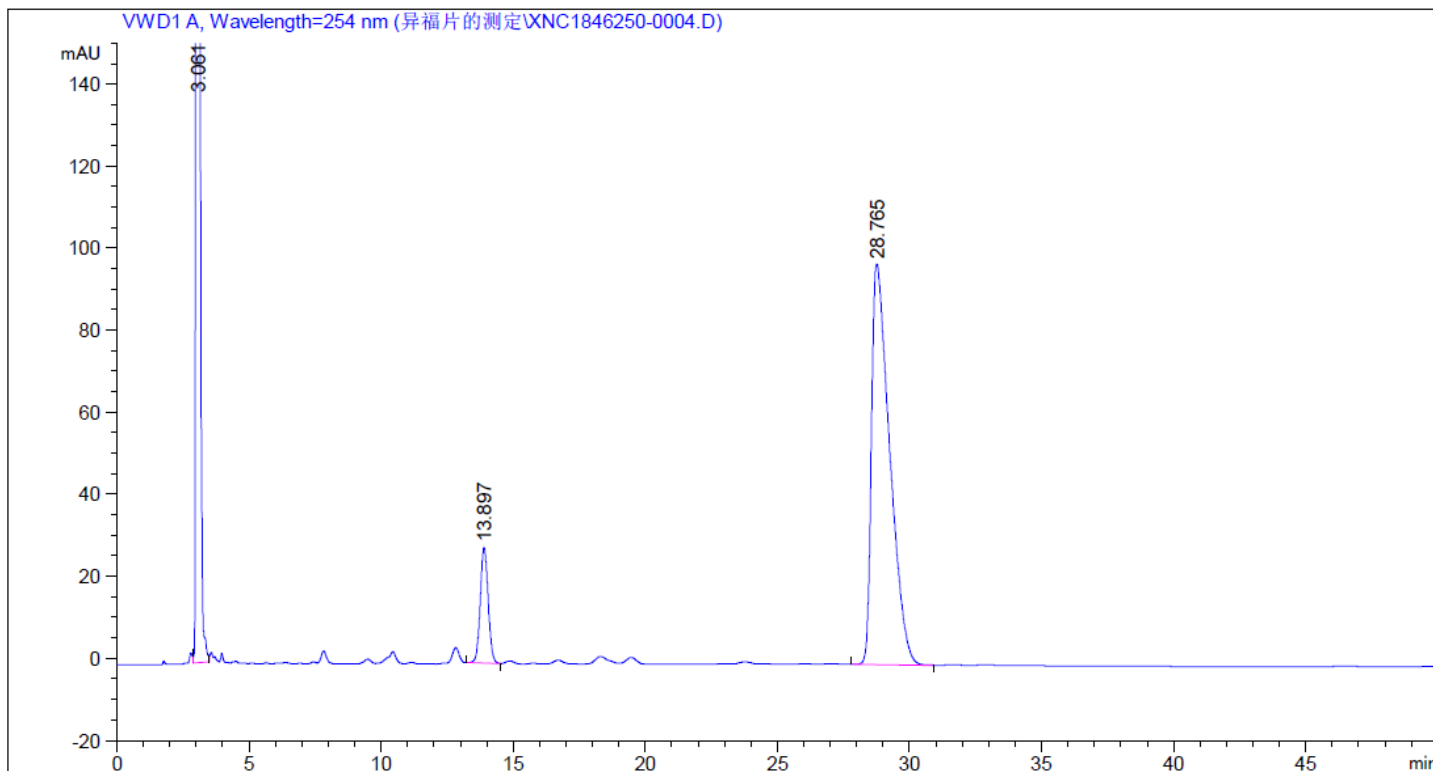
二. 谱图及数据

1 供试品检测图谱



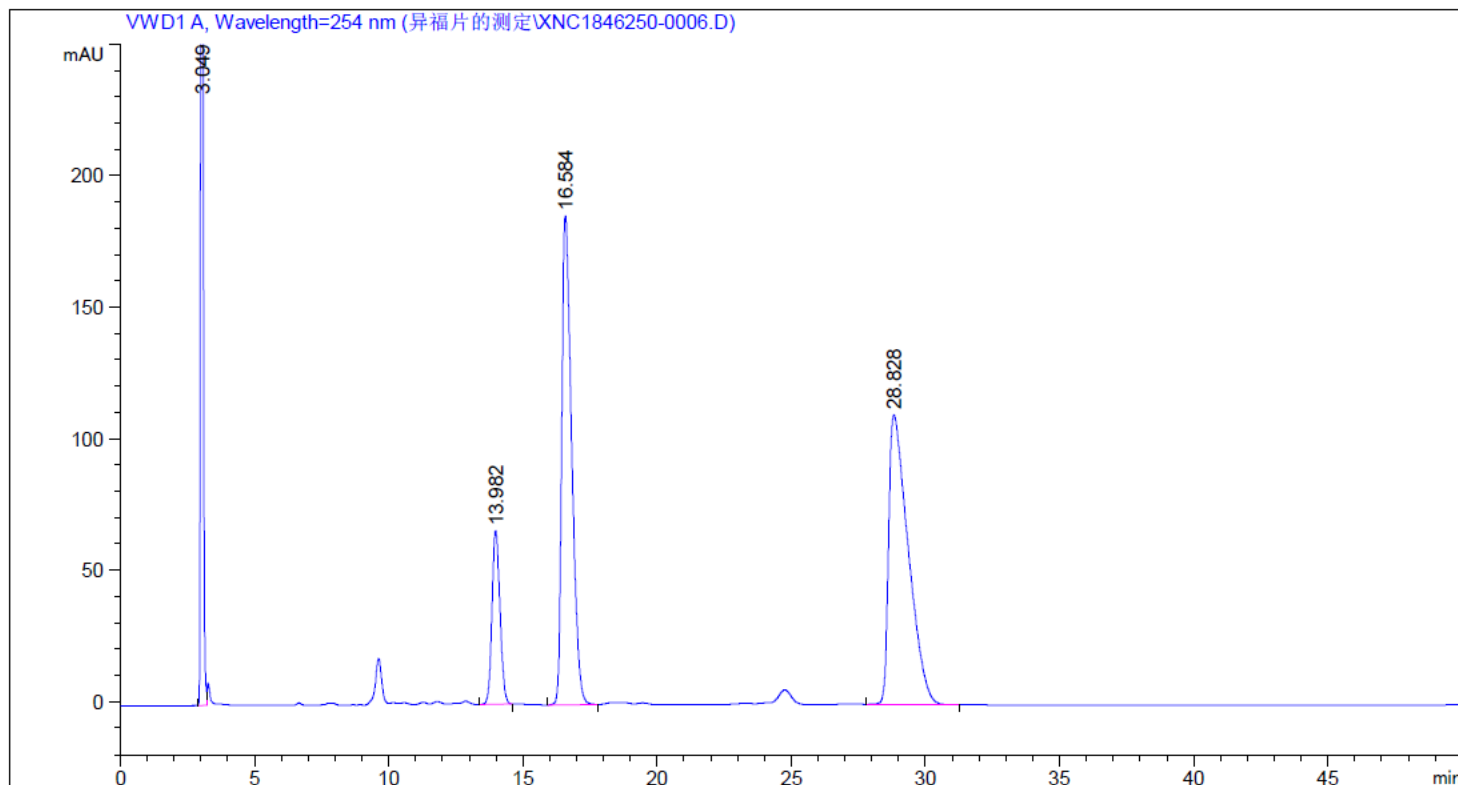
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.101	-	4.88337e4	4042.48413	1.35	0.1943	1411	-	-
13.271	-	1.77334e4	577.08545	0.28	0.4847	4152	17.60	4.28
26.015	-	6.97966e4	595.99567	0.10	1.8445	1102	6.43	1.96

2、对照品



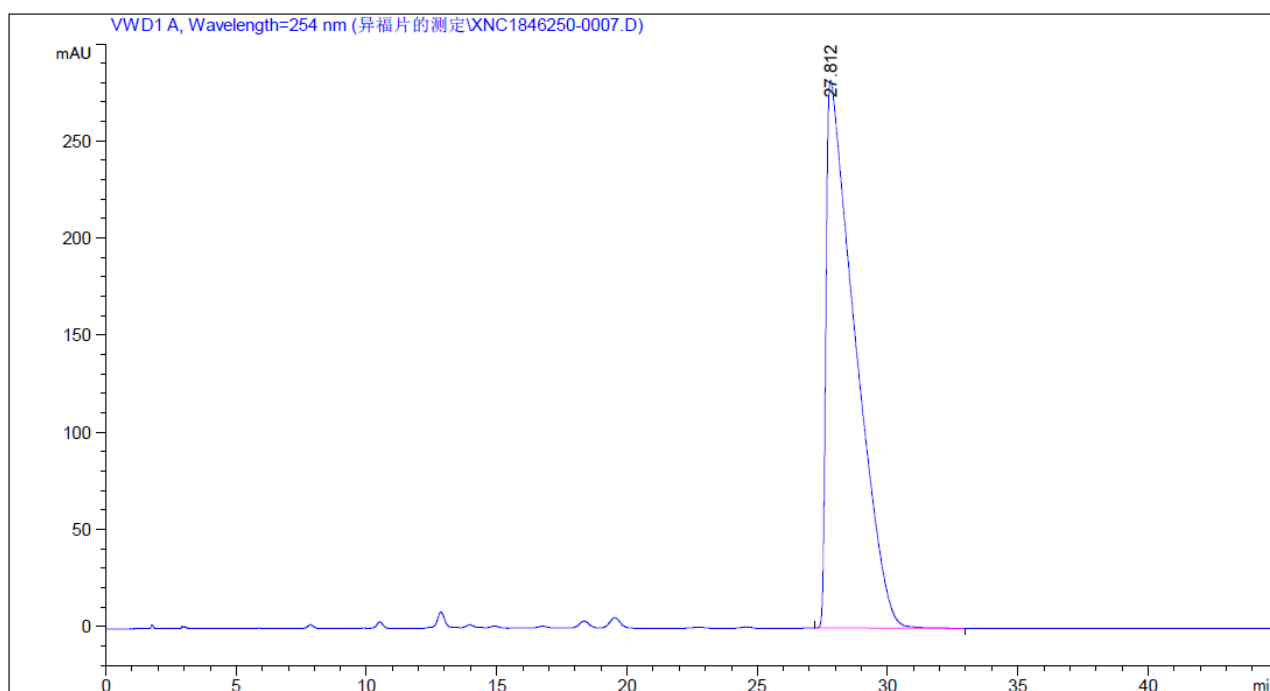
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.061	-	1.94411e4	3623.50854	0.97	0.0808	7953	-	-
13.897	-	585.40942	28.19042	0.90	0.3167	10669	32.04	4.54
28.765	-	4677.01270	97.73362	0.38	0.7433	8295	16.48	2.07

3、系统适应性实验



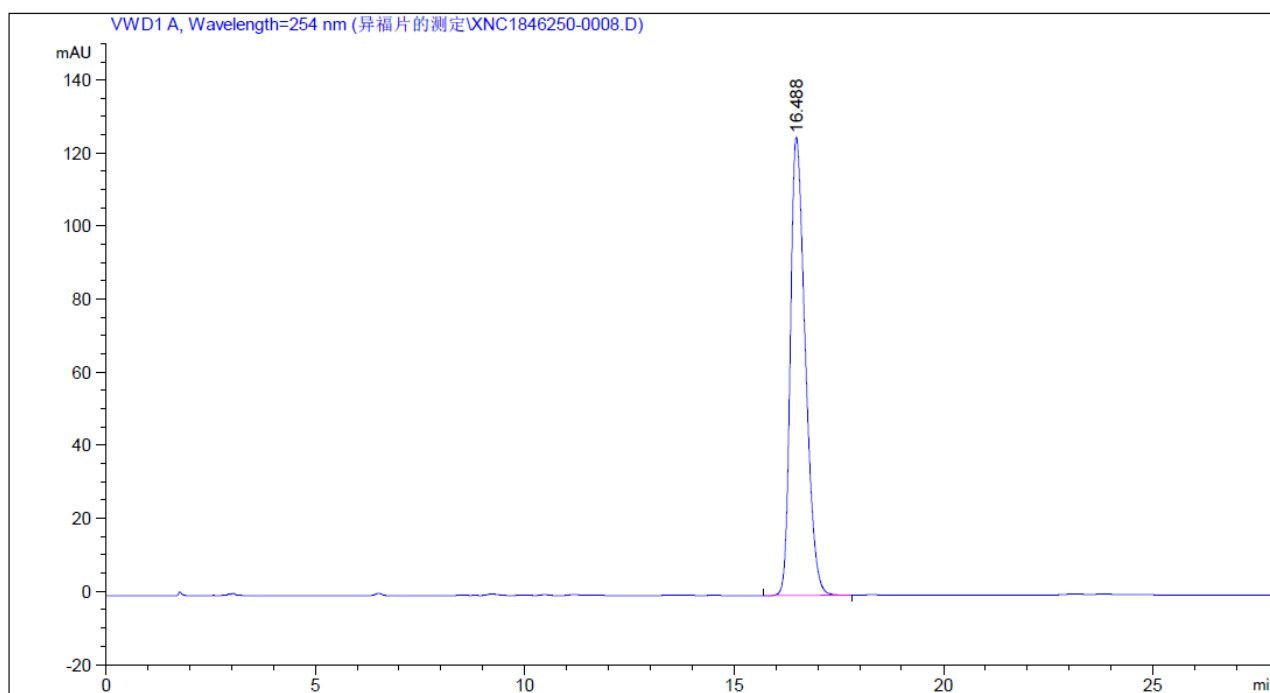
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.049	-	2340.79639	304.37247	1.33	0.1227	3423	-	-
13.982	-	1366.96082	65.97190	0.80	0.3167	10803	29.24	4.59
16.584	-	4746.10889	185.94891	0.53	0.3933	9848	4.30	1.19
28.828	-	5574.52441	110.15643	0.34	0.7871	7432	12.19	1.74

4、利福平对照品



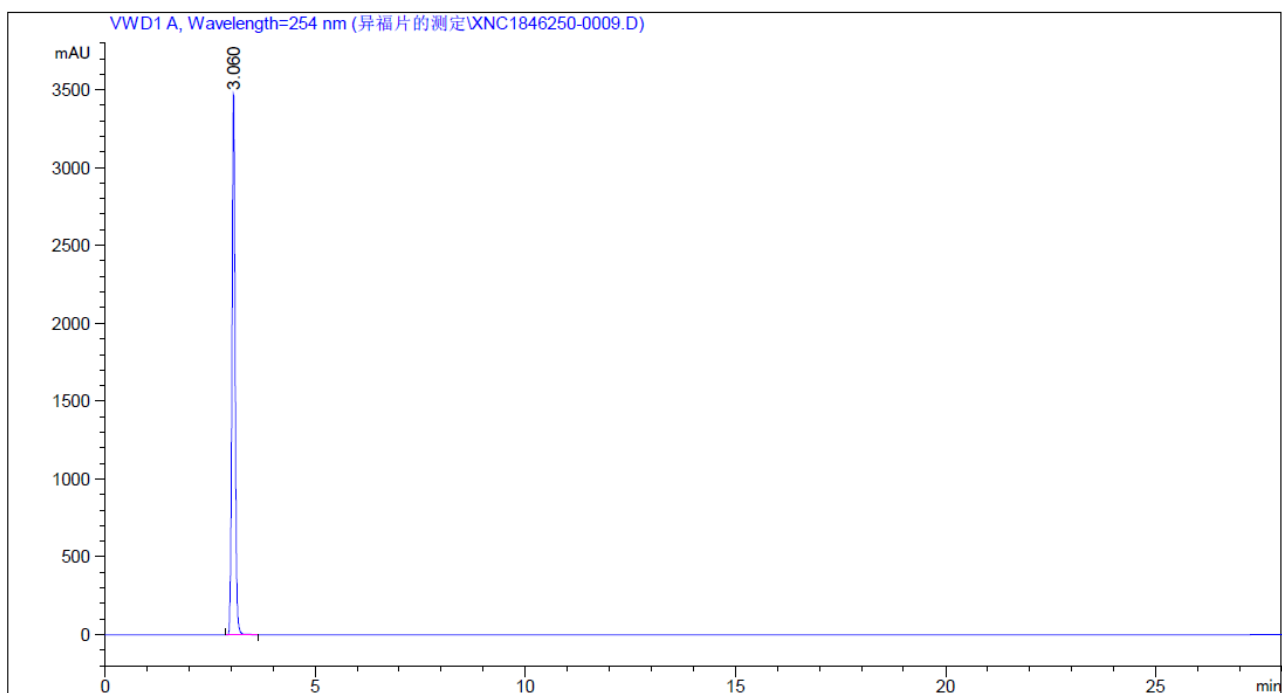
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
27.812	-	2.16996e4	282.41876	0.17	1.2018	2967	-	-

5、醌式利福平对照



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
16.488	-	3119.02686	125.54243	0.63	0.3800	10428	-	-

6、异烟肼对照



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
3.060	-	1.81801e4	3468.60815	0.97	0.0787	8372	-	-