

尿素中缩二脲、缩三脲含量测定

GLS-LC-0254

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5 μ m(P/N:5020-89731)
- 保护柱: GL Cart InertSustain AQ-C18 5×4.6mm,5 μ m(P/N: 5020-89823)
- GL Filter针式过滤器(GLS0602 13mm×0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶(GLS0008 1.5mL透明瓶带刻度+GLS0143红膜白胶垫片)

2. 检测项目: 含量测定

2.1 标准内容: 《中华人民共和国药典》(增补本)

色谱条件与系统适用性试验: 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂; 以100%纯水为流动相; 检测波长为195nm; 进样体积10 μ L。系统适用性溶液色谱图中, 尿素峰与缩脲峰之间、缩二脲峰与缩三脲峰之间的分离度均应符合要求。

2.2 溶液配制

供试品溶液: 取本品适量, 精密称定, 加水溶解并定量稀释制成每1mL中约含尿素2mg的溶液。

对照品溶液: 取缩二脲对照品与缩三脲对照品各约10mg, 精密称定, 置200mL量瓶中, 加水100mL振摇使溶解, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取2mL, 置50mL量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液: 取尿素、缩二脲对照品与缩三脲对照品各适量, 精密称定, 加水溶解并稀释制成每1mL中约含尿素2mg、缩二脲与缩三脲各2 μ g的混合溶液。

2.3 实验条件

色谱柱: InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5 μ m(P/N:5020-89731)

流动相: 100%纯水

流速: 1mL/min

柱温: 40 $^{\circ}$ C

检测波长: 195nm



技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话: 021-64260228

● 技尔成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话: 028-85596177

● 技尔广州办事处

地址: 广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话: 400-089-1889

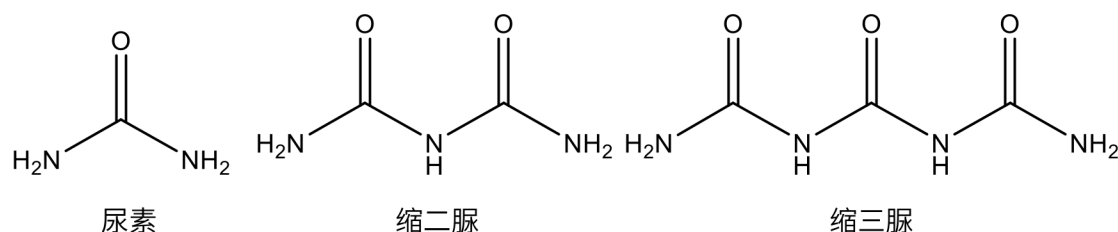


进样量: 10 μ L

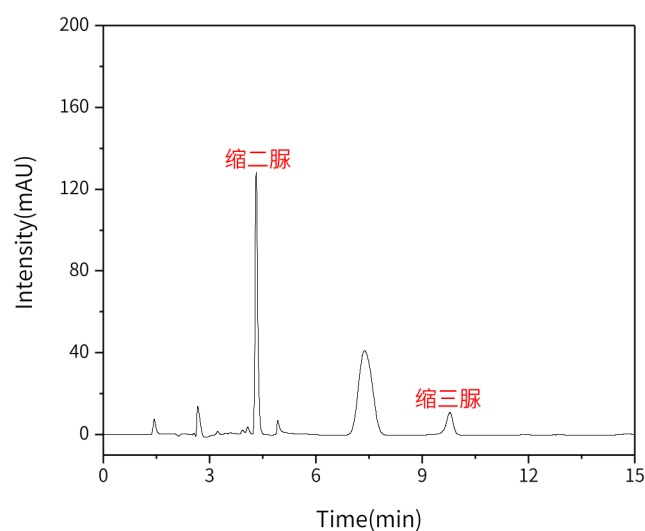
压力: 7.4MPa

2.4 实验图谱

【化合物结构】



【分析结果】对照溶液图谱



Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
缩二脲	4.32	663.51	128.20	17026	1.29	/
缩三脲	9.78	150.53	11.03	13181	0.82	22.88

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话: 021-62782272

●技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话: 021-64260228

●技尔成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话: 028-85596177

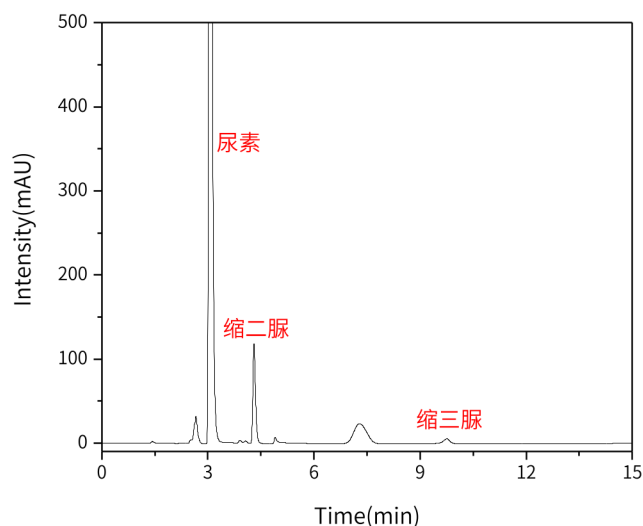
●技尔广州办事处

地址: 广州市天河区天河北路233号

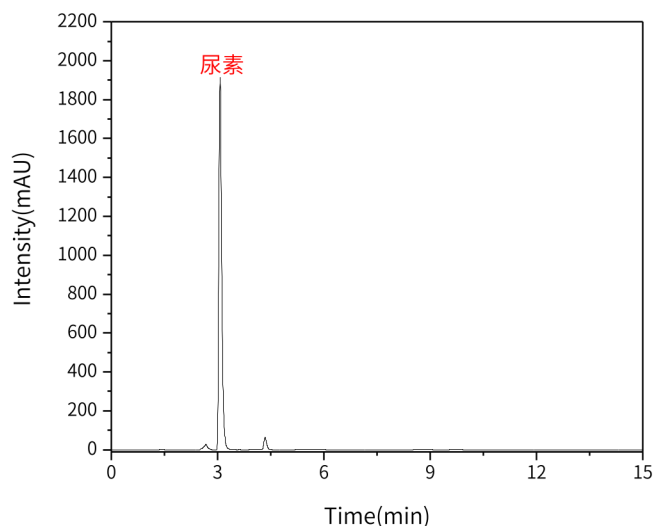
中信广场办公楼3217单元

电话: 400-089-1889



【分析结果】系统适用性溶液图谱


Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
尿素	3.06	9947.10	1783.99	7179	1.43	/
缩二脲	4.31	612.56	118.44	16990	1.28	9.00
缩三脲	9.76	78.62	5.79	13121	0.82	22.83

【分析结果】供试品溶液图谱


Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
尿素	3.07	10882.16	1916.35	6941	0.93

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话:021-62782272

●技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话:021-64260228

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

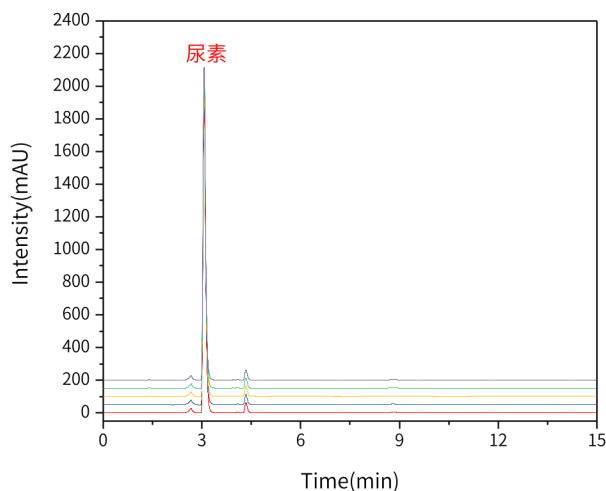
地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889



技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号

【分析结果】重现性图谱


No.	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	3.08	10882.12	1916.65	6947	0.93
2	3.08	10883.84	1916.81	6946	0.93
3	3.08	10882.82	1916.96	6943	0.93
4	3.08	10883.07	1916.09	6940	0.93
5	3.08	10881.38	1916.64	6948	0.93

※此实验符合《中华人民共和国药典》第一增补本

3. 结论

缩二脲、缩三脲含量测定项目按照《中华人民共和国药典》第一增补本规定检测方法检测。在含量测定项目中，各组峰的分离度，且五次实验重复性良好。因此 InertSustain AQ-C18 250×4.6mm,5μm(P/N: 5020-89731)可以满足缩二脲、缩三脲含量测定的检测需求。

※该项目使用 100%的水相作为流动相，常规 C18 柱长期做该项目可能存在柱效下降、疏水塌陷的。InertSustain AQ-C18 采用聚合物包被技术进行封端，惰性高、耐用性好，通常能获得更对称的峰形；使用键合距离优化技术，严格控制硅胶表面键合碳链之间的距离，可用于纯水相分析。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话:021-62782272

●技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话:021-64260228

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889



技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号