

拉西地平有关物质

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: Inertsil ODS-3 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-01732)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm x 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GL0008 2mL透明瓶带刻度+GL0143 红膜白胶垫片)
- MPA-200 电动移液枪 (1065-43503)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测

定 药典对比: 新增

【溶液配制】

供试品溶液 取本品细粉适量, 加流动相溶解并稀释制成每1mL中约1mg的溶液。**对照溶液** 精密量取供试品溶液适量, 用流动相稀释制成每1mL中约含2 μ g量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

杂质对照品贮备液 取杂质 I 对照品与杂质 II 对照品各适量, 加流动相溶解并稀释制成每1mL中各约含1mg的溶液。

系统适用性溶液 取拉西地平约10mg, 置100mL量瓶中, 加甲醇10mL使溶解, 摇匀, 光照 48小时后, 加杂质对照品贮备液1mL, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

灵敏度溶液 精密量取对照溶液适量, 用流动相定量稀释制成每1mL中约含1 μ g的溶液。

测定法 精密量取供试品溶液和对照溶液10 μ L, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图至主成分峰保留时间的2倍。

【系统适用性要求】

系统适用性溶液色谱图中, 出峰顺序为: 杂质 II 峰、杂质 I 峰、杂质 III 峰与拉西地平峰, 理论板数按拉西地平峰计算不低于2000, 拉西地平峰与各峰之间的分离度应符合规定。
。灵

敏度溶液色谱图中，拉西地平峰高的信噪比应大于10。

1.3 色谱条件

色谱柱：Inertsil ODS-3 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-01732)

流动相：甲醇-水 (75 : 25)

柱温：25 $^{\circ}$ C

检测波长：239 nm

流速：1mL/min

进样量：10 μ L

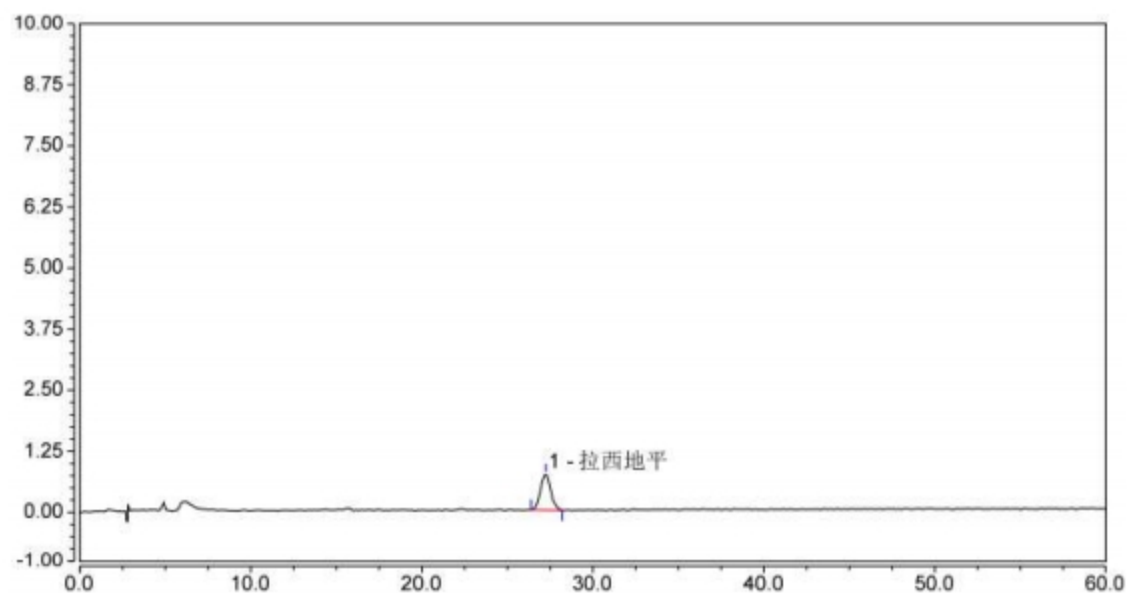
柱压：134bar

仪器型号：Thermo Ultimate 3000

检测器：DAD

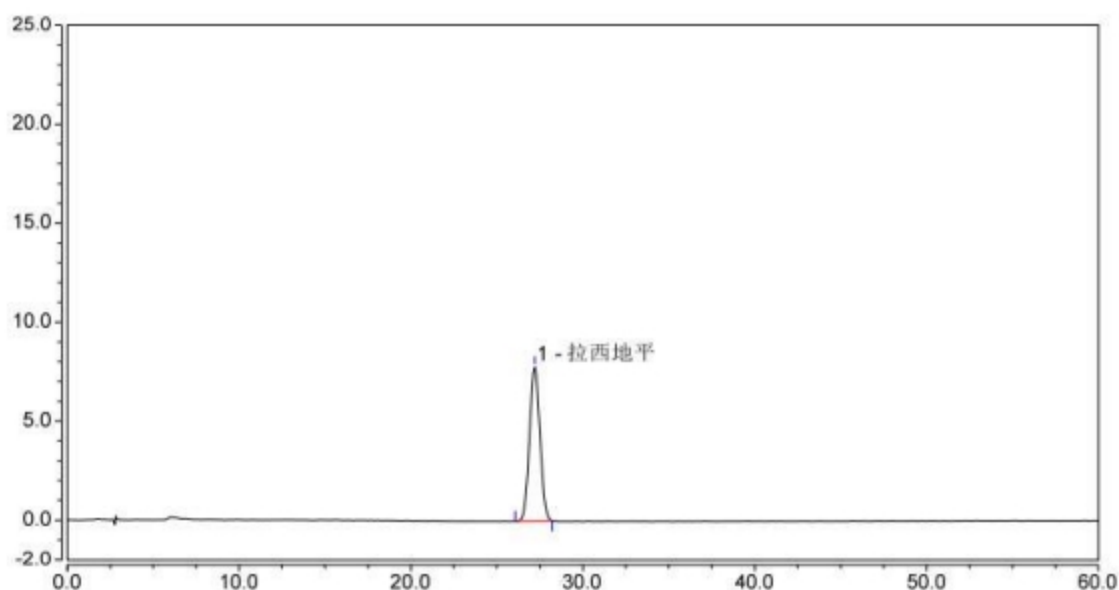
2. 实验结果与讨论

灵敏度图谱：



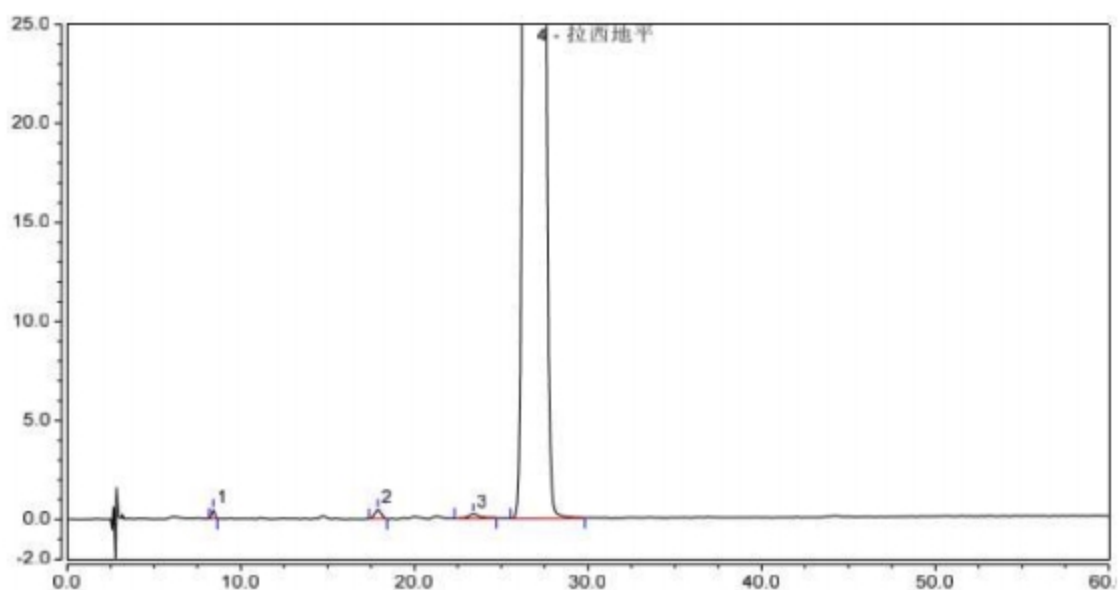
序号	名称	t/min	峰面积	信噪比	理论塔板数	拖尾因子
1	拉西地平	26.857	0.518	28.4	6818	1.04

对照溶液图谱:



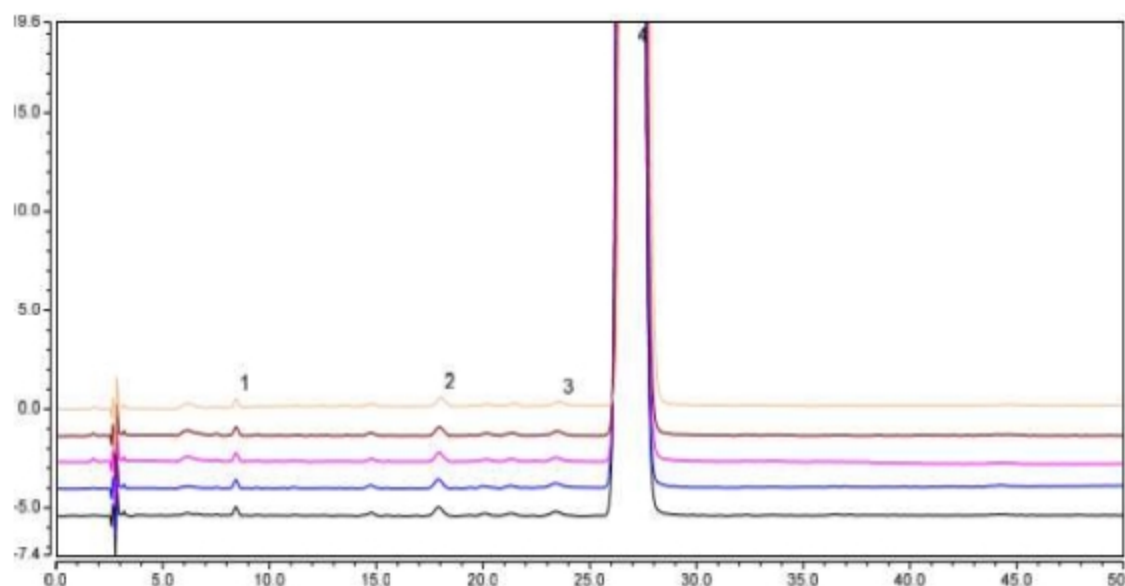
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	拉西地平	26.903	5.476	7.795	9441	1.03

供试品图谱:



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
杂质II	8.437	0.087	0.431	11128	1.00	19.64
杂质I	18.030	0.191	0.437	12051	1.00	6.86
杂质III	23.583	0.163	0.238	9601	1.17	3.39
拉西地平	27.063	482.472	705.065	9843	1.08	-

重复性数据:



拉西地平:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	27.063	482.472	705.065	9483	1.08	n.a.
2	26.860	501.201	739.470	9893	1.08	n.a.
3	26.850	499.073	741.128	9987	1.08	n.a.
4	26.903	487.933	720.351	9995	1.08	n.a.
5	26.930	485.525	716.984	9941	1.07	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求, 使用Inertsil ODS-3 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-01732) 分析拉西地平有关物质, 各杂质与拉西地平出峰顺序及分离度满足相关规定。以拉西地平计, 其理论塔板数远高于药典要求, 灵敏度测试也满足信噪比大于10的要求。5次数据重复性良好。故Inertsil ODS-3 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-01732) 适合用于2020版药典对拉西地平有关物质的分析。