

醋酸泼尼松有关物质

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-07346)
- 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 溶液配制

供试品溶液: 取本品细粉适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每1mL中约0.5mg的溶液。

对照溶液: 取泼尼松对照品与醋酸可的松对照品各适量, 精密称定, 加流动相溶解并定量稀释制成每1mL中各含0.5mg的混合溶液, 精密量取1mL与供试品溶液1mL, 置同一100mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

系统适用性溶液: 对照溶液

测定法: 精密量取供试品溶液和对照溶液, 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: 泼尼松, 醋酸泼尼松, 醋酸可的松, 醋酸泼尼松峰与醋酸可的松峰之间的分离度应大于2.5。

1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustain C18 5 μ m, 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-07346)

流动相: 乙腈-水 (33 : 67)

检测波长: 240 nm

流速: 1.0mL/min

进样量: 20 μ L

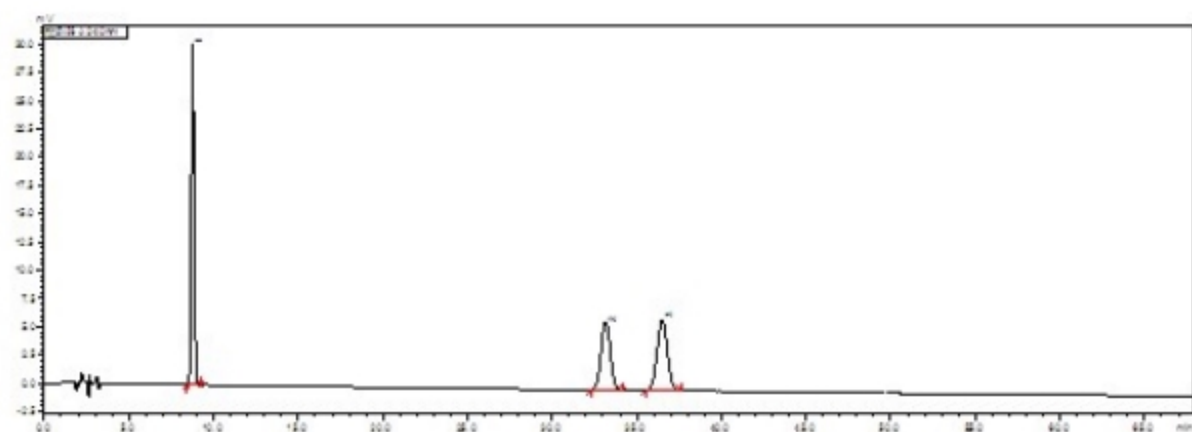
柱压: 8.0MPa

仪器型号: 岛津LC-16

检测器: UV

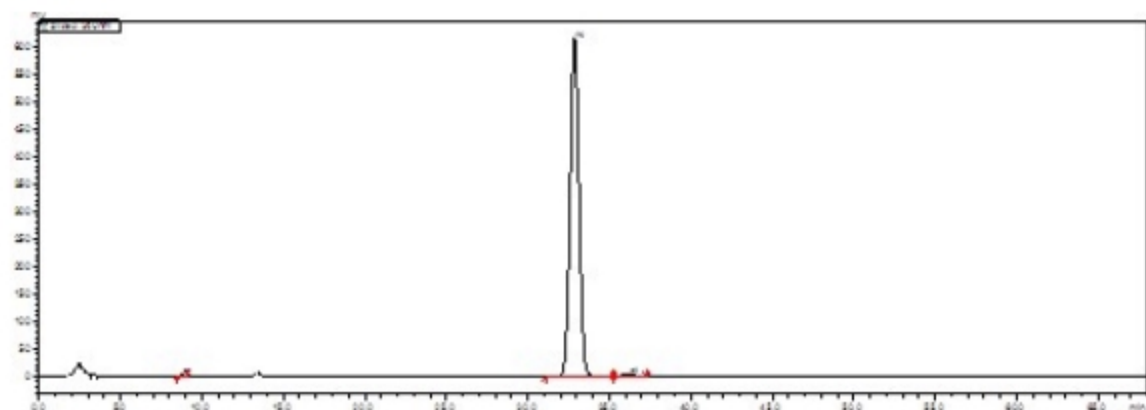
2. 实验结果与讨论

对照溶液图谱:



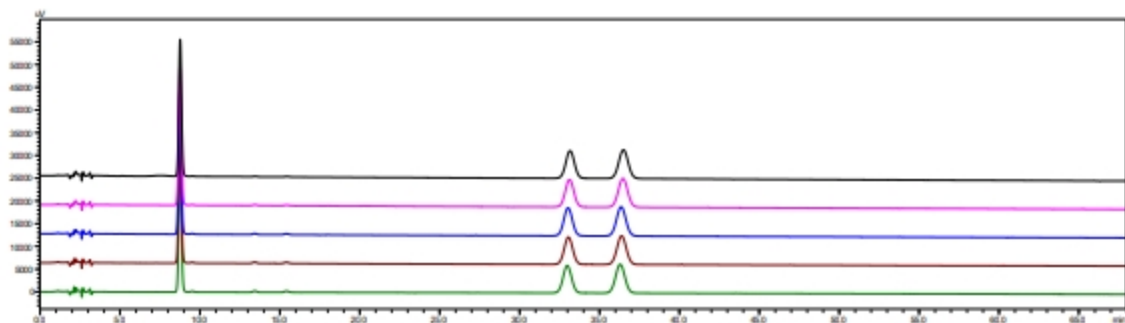
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
1	泼尼松	8.764	363133	30114	11602	1.057
2	醋酸泼尼松	33.162	229860	6028	17105	1.014
3	醋酸可的松	36.500	262532	6299	17371	1.015

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
泼尼松	8.766	50543	4260	11966	1.053	
醋酸泼尼松	32.865	23409972	614971	16990	1.024	36.264
醋酸可的松	36.169	196949	4594	16702	--	3.105

重复性数据:



醋酸泼尼松:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	33.162	229860	6028	17105	1.014	n.a.
2	33.127	229143	6004	16955	1.017	n.a.
3	33.037	233456	6152	17075	1.012	n.a.
4	33.060	227337	5982	17193	1.013	n.a.
5	32.989	227018	6017	17140	1.010	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求,使用InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-07346) 分析醋酸泼尼松有关物质,醋酸泼尼松峰与醋酸可的松峰分离度满足药典大于2.5的要求。5 次数据重复性良好。故InertSustain C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-07346) 适合用于2020版药典对醋酸泼尼松有关物质的分析。