

卡培他滨有关物质

GLS-LC-0006

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱：GL C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-3935)
- GL Filter针式过滤器 (GL0604 25mm $\times$ 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-1200 电动移液枪 (1065-43504)

1.2 新旧药典对比

检测项目：有关物质测定

【溶液配制】

溶剂：水-甲醇-乙腈 (60:35:5)

供试品溶液：取本品细粉适量，精密称定，加溶剂溶解并定量稀释制成每1mL中约含0.6mg的溶液。

对照溶液：精密量取供试品溶液适量，用溶剂定量稀释制成每1mL中约含3 μ g的溶液。

系统适用性溶液：取卡培他滨系统适用性对照品（含杂质I、杂质II、杂质III及卡培他滨）适量，加溶剂溶解并稀释制成每1mL中约含卡培他滨0.6 μ g的混合溶液。

灵敏度溶液：精密量取对照溶液适量，用溶剂定量稀释制成每1mL中约含0.18 μ g的溶液。

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。

【系统适用性要求】

系统适用性溶液色谱图中，卡培他滨峰的保留时间约为17.5分钟，按杂质I、杂质II、卡培他滨与杂质III顺序出峰（相对保留时间依次0.18、0.19、1.0与1.11），杂质I峰与杂质II峰之间的分离度应不小于1.0；卡培他滨峰与杂质III峰之间的分离度应符合要求；卡培他滨峰的拖尾因子应不大于1.5。灵敏度溶液色谱图中，主成分色谱峰峰高的信噪比应大于10。

1.3 色谱条件

色谱柱：GLC18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-3935)

流动相A：0.1%冰醋酸溶液-甲醇-乙腈 (60:35:5)

流动相 B：0.1%冰醋酸溶液-甲醇-乙腈 (15:80:5)

检测波长：250nm

流速：1mL/min

进样量：10 μ L

梯度程序：

时间（分钟）	流动相A(%)	流动相B(%)
0	100	0
5	100	0
20	49	51
30	49	51
31	100	0
40	100	0

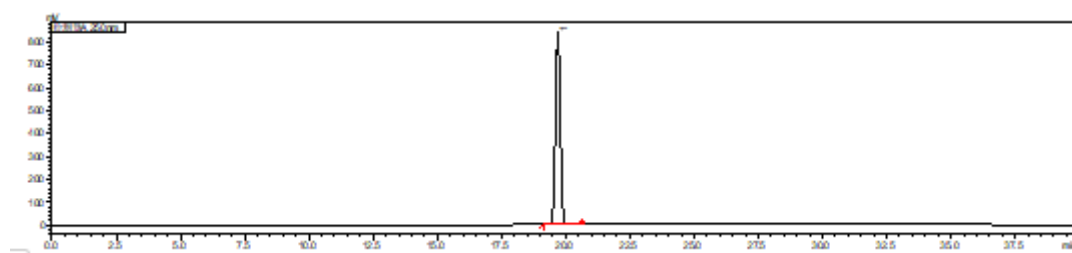
柱温：40℃

仪器型号：岛津LC-16

检测器：UV

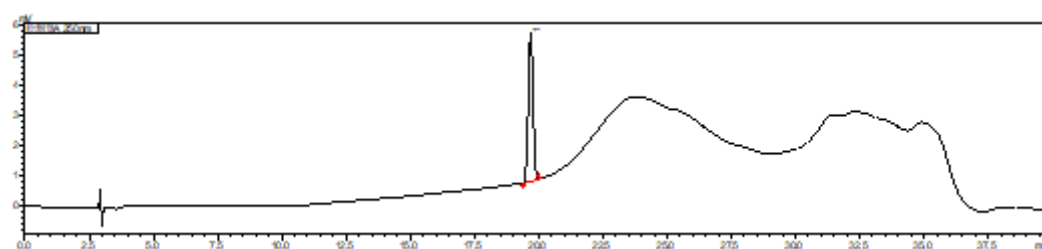
2. 实验结果与讨论

供试品溶液图谱：



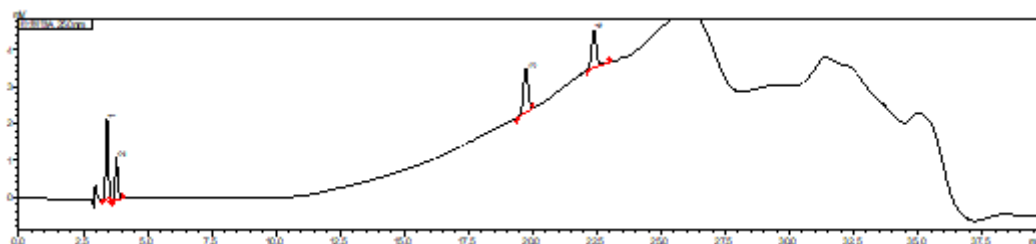
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
卡培他滨	19.698	11064047	840008	49607	1.023

对照溶液图谱：



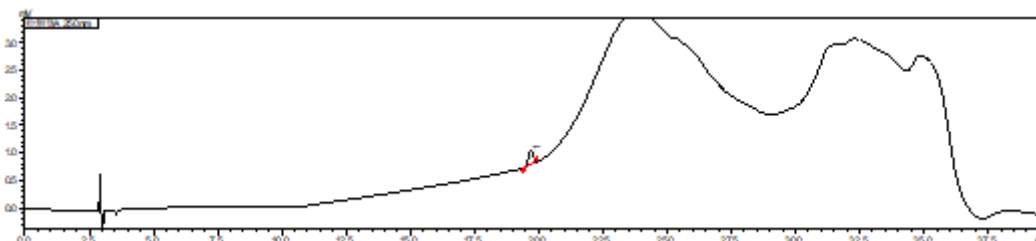
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
卡培他滨	19.692	63040	4878	50792	1.012

系统适用性溶液图谱：



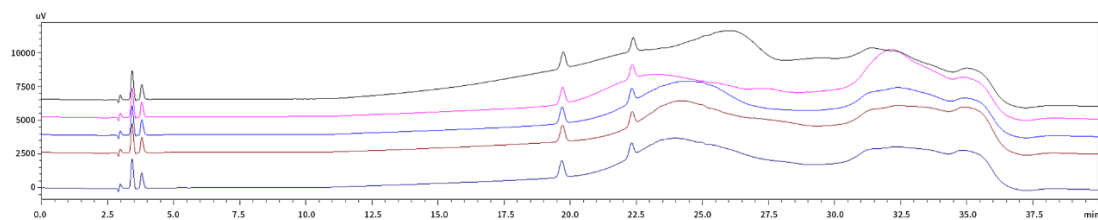
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
杂质 I	3.423	15096	2201	4824	1.100	
杂质 II	3.790	8705	1161	5432	1.188	1.822
卡培他滨	19.737	15426	1197	51767	0.988	57.710
杂质 III	22.384	13054	1031	72264	1.080	7.785

灵敏度溶液图谱：



名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	S/N
卡培他滨	19.693	3311	263	52978	0.968	61.94

重复性数据:



卡培他滨:

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	19.737	15426	1197	51767	0.988	n.a.
2	19.711	15131	1186	52147	0.989	n.a.
3	19.692	15423	1205	50803	1.004	n.a.
4	19.708	15599	1207	50770	1.005	n.a.
5	19.681	15737	1219	50792	0.998	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求,使用GLC18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-39353) 分析卡培他滨片有关物质,杂质I峰与杂质II峰分离度1.822,满足系统适用性不小于1.0的要求,卡培他滨峰拖尾因子满足系统适用性不大于1.5的要求,灵敏度溶液,主成分色谱峰高信噪比满足系统适用性大于10的要求。故GLC18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-39353) 适合用于2020版药典对卡培他滨片有关物质的分析。