

卡培他滨有关物质

GLS-LC-0007

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertsilODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132)
- 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-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: InertsilODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132)

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: 250 nm

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

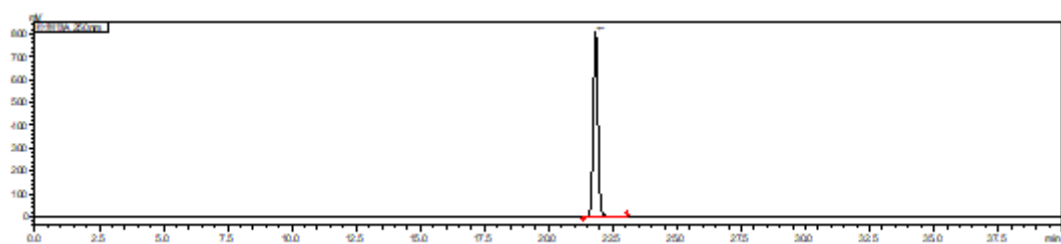
柱温：40℃

仪器型号：岛津LC-16

检测器：UV

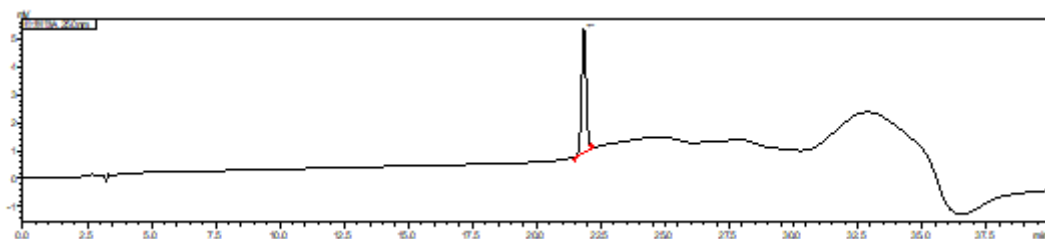
2. 实验结果与讨论

供试品溶液图谱：



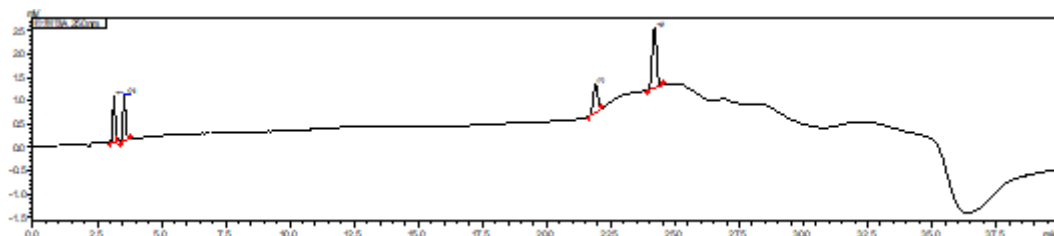
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
卡培他滨	21.827	10027953	807908	68695	1.028

对照溶液图谱：



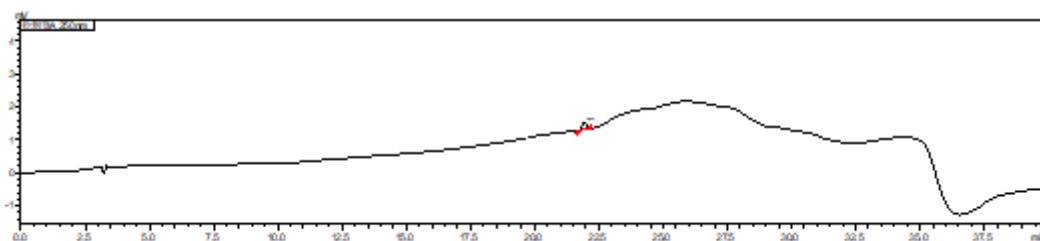
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子
卡培他滨	21.843	53520	4414	70819	1.012

系统适用性溶液图谱：



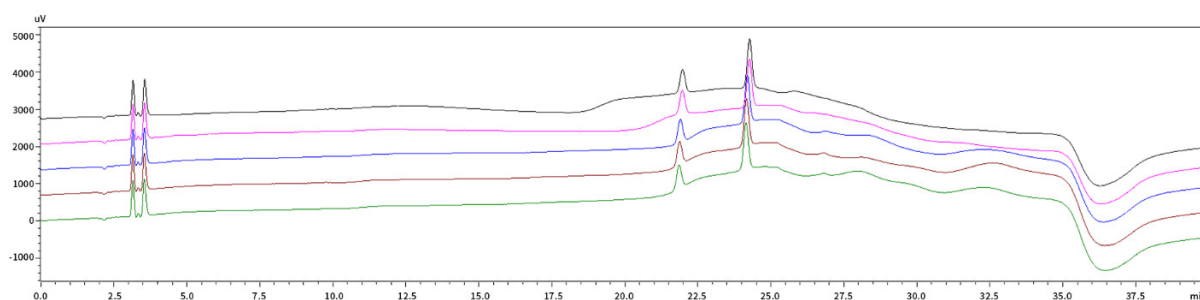
名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
杂质 I	3.155	5641	973	5695	0.968	
杂质 II	3.549	7029	986	5095	1.211	2.152
卡培他滨	21.902	7280	618	74412	0.977	70.587
杂质 III	24.193	14824	1279	95837	1.026	7.229

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	21.937	2818	236	74474	0.990	14.84

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	21.978	7831	633	69869	1.001	n.a.
2	21.970	8422	655	66375	0.984	n.a.
3	21.902	7280	618	74412	0.977	n.a.
4	21.880	7340	621	74523	0.975	n.a.
5	21.861	7516	629	72768	0.988	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求,使用InertsilODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132) 分析卡培他滨片有关物质,杂质I峰与杂质II峰分离度2.152,满足系统适用性不小于1.0的要求,卡培他滨峰拖尾因子0.977,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InertsilODS-HL 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-87132) 适合用于2020版药典对卡培他滨片有关物质的分析。