

硝酸异山梨酯含量

GLS-LC-0009

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-88027)
- 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

1.2 溶液配制

供试品溶液: 取本品20片, 精密称定, 研细, 精密称取适量 (约相当于硝酸异山梨酯5mg), 置50mL容量瓶中, 加流动相适量, 振摇15min, 使硝酸异山梨酯溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 滤过, 取续滤液。

对照品溶液: 取硝酸异山梨酯对照品约25mg, 精密称定, 置50mL容量瓶中, 加甲醇适量使溶解, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 精密量取5mL, 置25mL容量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀。

测定法: 精密量取供试品溶液和对照品溶液, 分别注入液相色谱仪, 记录色谱图。按外标法以峰面积计算。

【系统适用性要求】

理论踏板数按硝酸异山梨酯峰计算不低于5000, 硝酸异山梨酯峰与相邻杂质峰之间的分离度应符合要求。

1.3 色谱条件

色谱柱: InertSustainSwift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-88027)

流动相: 甲醇-水 (54:46)

检测波长: 230nm

流速: 1mL/min

进样量: 20 μ L

柱压: 16.4MPa

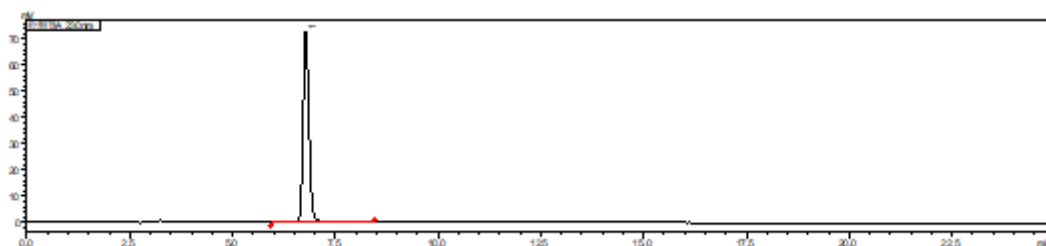
柱温: 45摄氏度

仪器型号: 岛津LC-16

检测器: UV

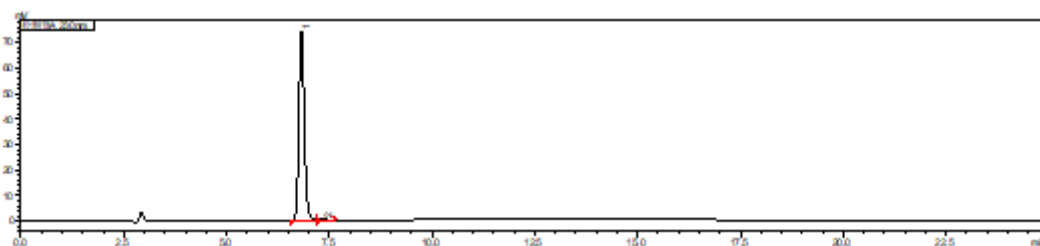
2. 实验结果与讨论

对照品溶液图谱:



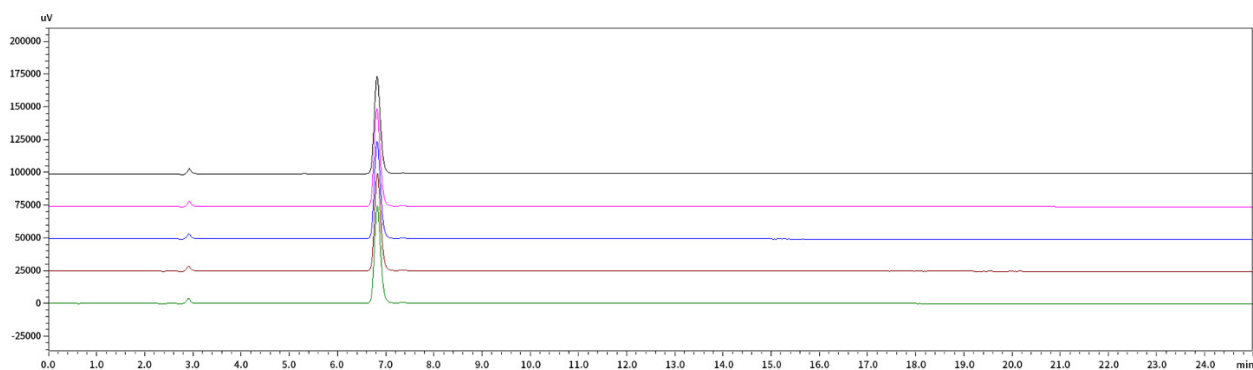
序号	名称	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	硝酸异山梨酯	6.781	735187	73282	10592	1.186	n.a.

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
硝酸异山梨酯	6.820	677548	74469	12334	1.172	-
相邻杂质	7.348	5844	575	10788	-	2.001

重复性数据：



硝酸异山梨酯

进样针数	t/min	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	6.820	677548	74469	12334	1.172	n.a.
2	6.816	677699	74659	12327	1.177	n.a.
3	6.821	677861	74244	12282	1.175	n.a.
4	6.827	677861	74364	12273	1.176	n.a.
5	6.824	677706	74344	12258	1.177	n.a.

3. 结论

按照2020药典测试要求，使用InertSustain Swift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-88027) 分析硝酸异山梨酯含量，硝酸异山梨酯峰理论踏板数满足药典大于5000的要求。5次数据重复性良好,故InertSustain Swift C18 5 μ m 250 $\times$ 4.6mm (PN:5020-88027) 适合用于2020版药典对硝酸异山梨酯含量的测定。