

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 (GLS0604 25mm \times 0.22 μ m Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

1.2 新旧药典对比

检测项目: 有关物质测定

药典对比: 新增

1.3 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。

1.4 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均应符合规定。灵敏度溶液色谱图中, 拉西地平峰高的信噪比应大于 10。

2. 实验条件

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

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

检测波长: 239nm

流速: 1mL/min

进样量: 10 μ L

柱压: 134bar

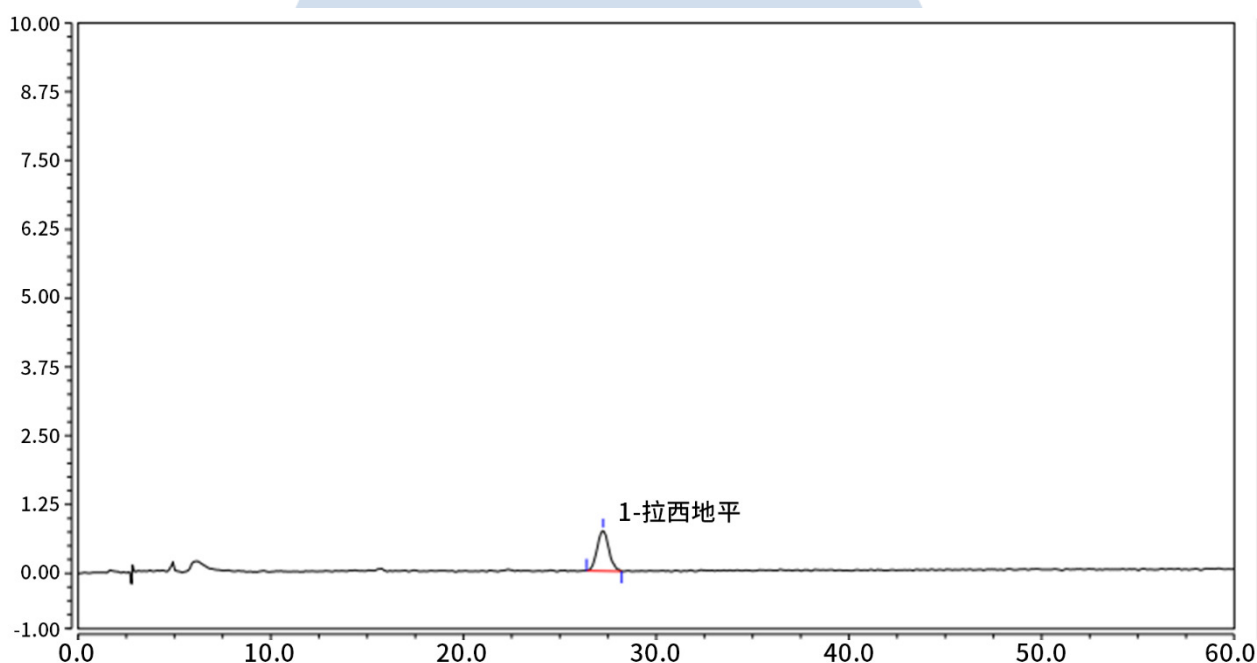
仪器型号: Thermo Ultimate 3000

检测器: DAD

※ 此实验根据2020年中国药典进行, 无改动。

3. 实验图谱

【分析结果】灵敏度溶液图谱:



No.	Name	RT/min	Area	S/N	N	Symmetry
1	拉西地平	26.8	0.52	28.4	6818	1.04

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

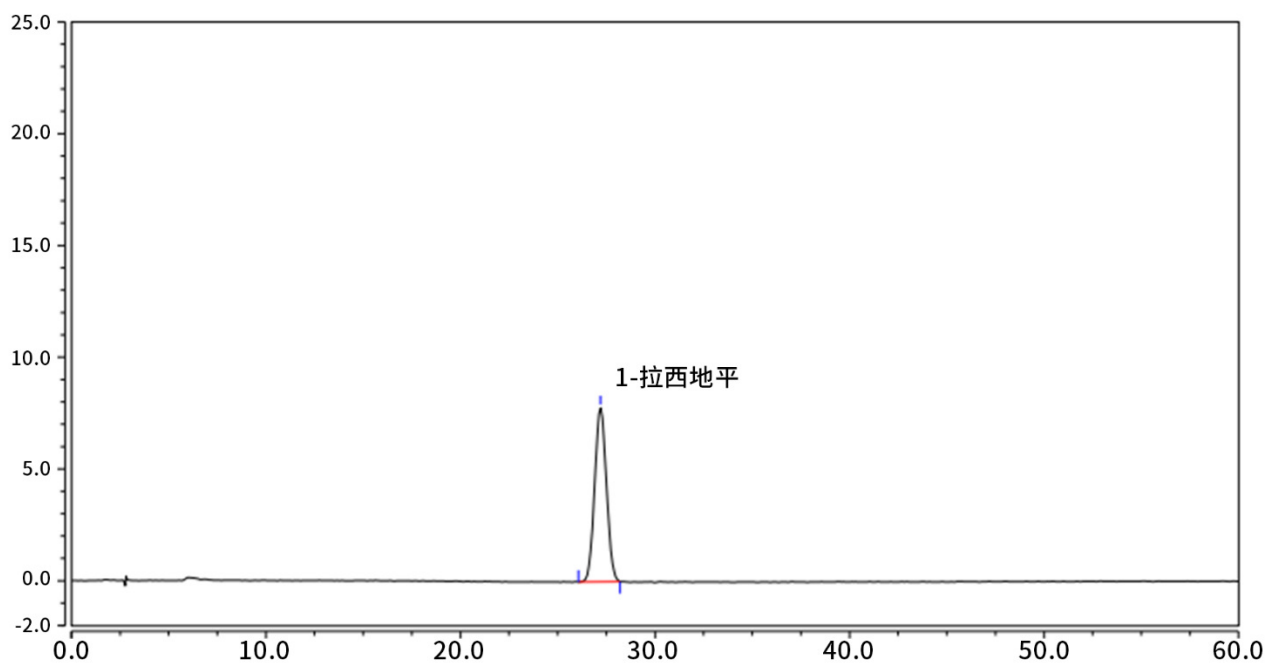
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】对照溶液谱图：

No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	拉西地平	26.90	5.48	7.80	9441	1.03

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司
GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

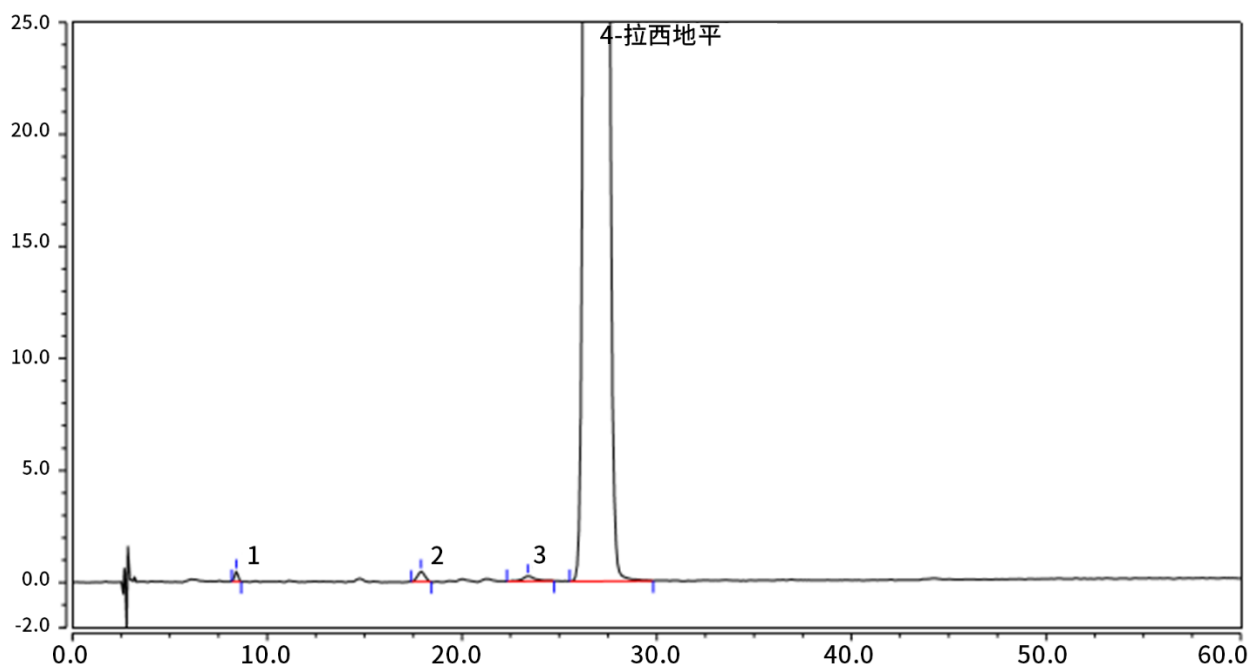
地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177

【分析结果】供试品溶液谱图：


No.	Name	RT/min	Area	Height	N	Symmetry	Res
1	杂质 II	8.44	0.09	0.43	11128	1.00	19.64
2	杂质 I	18.03	0.19	0.44	12051	1.00	6.86
3	杂质 III	23.58	0.16	0.24	9601	1.17	3.39
4	拉西地平	27.06	482.47	705.07	9843	1.08	/

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

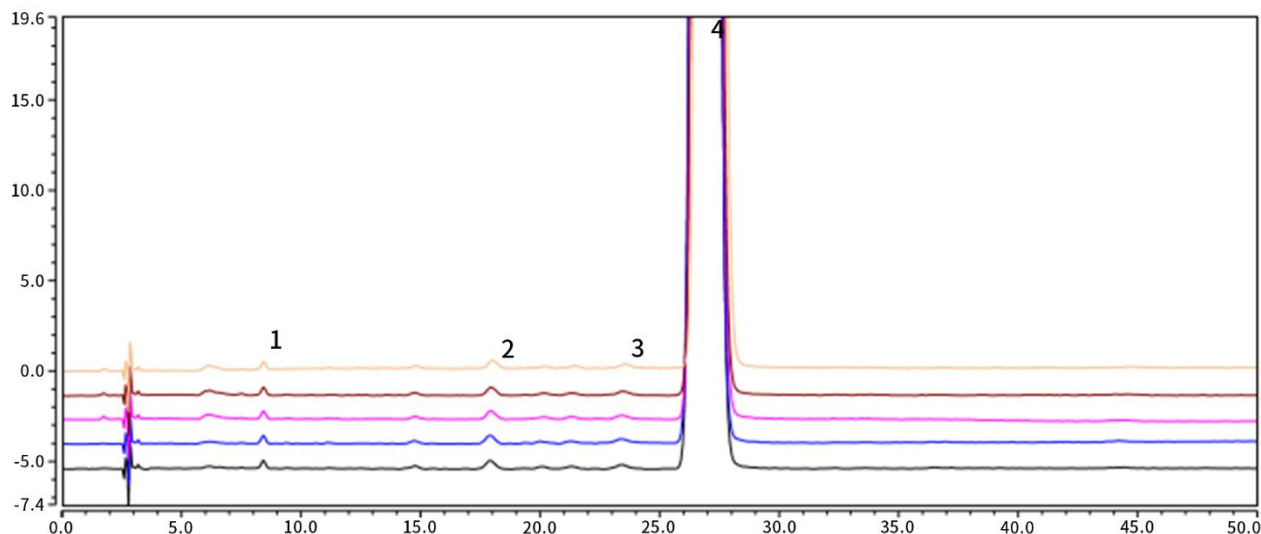
 地址: 上海市长宁区仙霞路317号
 远东国际广场A座902-903室
 电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

 地址: 上海市徐汇区桂林路418号
 1号楼701室
 电话: 021-64260228

● 成都分公司

 地址: 成都市锦江区东御街18号
 百扬大厦1707室
 电话: 028-85596177

【分析结果】重复性:

以拉西地平计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	27.06	482.47	705.07	9483	1.08
2	26.86	501.20	739.47	9893	1.08
3	26.85	499.07	741.13	9987	1.08
4	26.90	487.93	720.35	9995	1.08
5	26.93	485.53	716.98	9941	1.07

※ 此实验根据2020年中国药典进行, 无改动。

4. 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。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

● 上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路317号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话: 028-85596177