

双氯芬酸钠肠溶片有关物质测定

GLS-LC-0112

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱:InertSustainSwift C18 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-88027)
- GL Filter针式过滤器 (GLS0602 13mmx0.22μm Nylon)
- GL Vial样品瓶 (GLS0008 1.5mL透明瓶带刻度+GLS0143红膜白胶垫片)

2. 检测项目:有关物质

2.1 标准内容:参考2020版中国药典二部

色谱条件:用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂;以甲醇-4%冰醋酸溶液(65:35)为流动相;检测波长为254nm;进样体积20μL。

系统适用性要求:系统适用性溶液色谱图中,双氯芬酸峰与其相对保留时间约0.8处杂质峰之间的分离度应大于6.0。

限度:供试品溶液色谱图中如有杂质峰,除邻苯二甲酸二乙酯峰和其之前的色谱峰外,在相对双氯芬酸峰保留时间1.2~1.3处的杂质峰(杂质峰III),其峰面积乘以0.5后不得大于对照溶液中双氯芬酸峰面积(0.5%),其他单个杂质峰面积不得大于对照溶液中双氯芬酸峰面积(0.5%),各杂质峰面积的和(杂质III按校正后的峰面积计算)不得大于对照溶液双氯芬酸峰面积的2倍(1.0%)。

2.2 溶液配制:

供试品溶液的制备:取本品细粉适量(约相当于双氯芬酸钠50mg),精密称定,置50mL量瓶中,加甲醇适量,超声使双氯芬酸钠溶解,放冷,用甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,取上清液。

对照溶液:取邻苯二甲酸二乙酯5mg,置200mL量瓶中,精密加供试品溶液1mL,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀。

系统适用性溶液:取双氯芬酸钠适量,加水溶解并制成每1mL中约含1mg的溶液,将溶液暴露于紫外光灯(254nm)下照射15分钟。

2.3 实验条件

色谱柱:InertSustainSwift C18 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-88027)

流动相:甲醇-4%冰醋酸=65:35

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319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

流速:1.0mL/min

柱温:40°C

检测波长:254nm

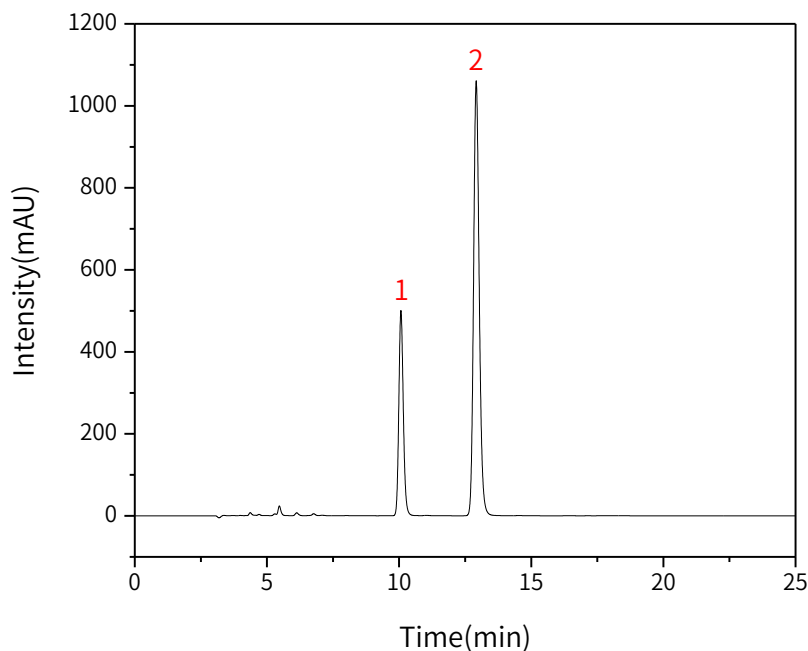
进样量:20 μ L

柱压:14.9MPa

检测器:UV

2.4 实验图谱

【分析结果】系统适用性溶液图谱:



No.	Name	Rt/min	RRT	Area	Height	N	Res
1	杂峰	10.07	0.78	5882.58	500.58	17523	/
2	双氯芬酸	12.92	1.00	15764.08	1060.83	18019	8.23

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

● 上海总公司

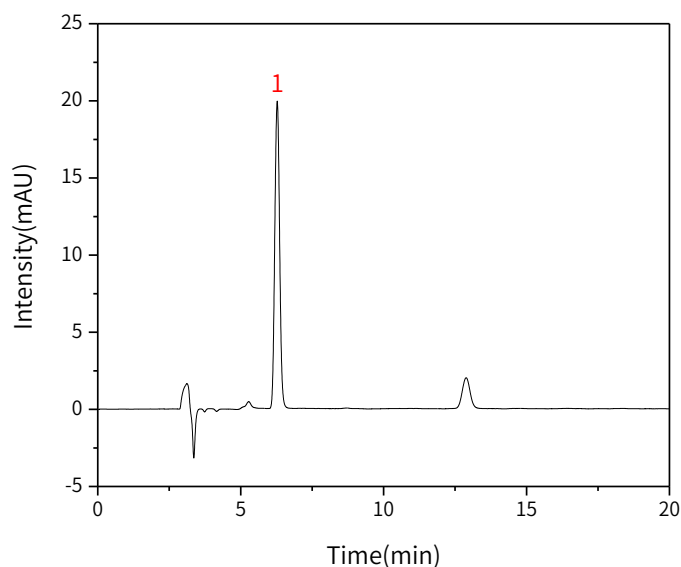
地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

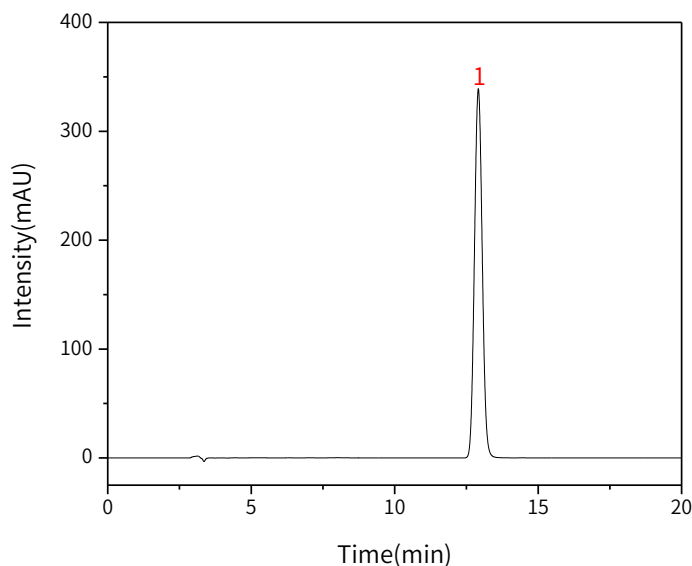
地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

● 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】对照溶液图谱:

No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	邻苯二甲酸二乙酯	6.28	233.01	19.90	6394	1.05

【分析结果】供试品溶液图谱:

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319号
远东国际广场A座902-903室
电话: 021-62782272

● 技尔应用技术中心

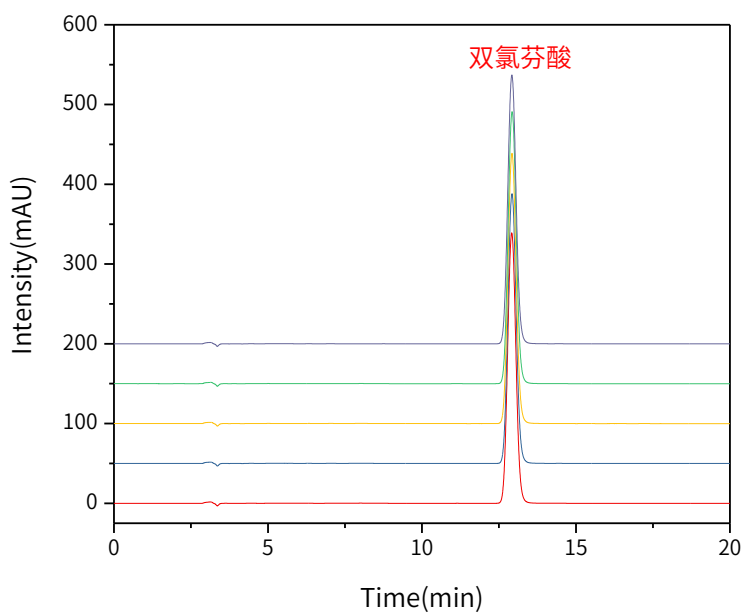
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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

No.	Name	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
1	双氯芬酸	12.92	6382.33	339.00	10590	1.05

【分析结果】 重现性:



以双氯芬酸峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	12.92	6382.33	339.00	10590	1.05
2	12.92	6386.03	338.08	10528	1.06
3	12.92	6387.82	338.79	10575	1.05
4	12.93	6394.96	340.99	10698	1.06
5	12.92	6378.96	337.01	10492	1.06

※此实验完全符合2020版中国药典要求。

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319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

3. 结论

双氯芬酸钠肠溶片按照 2020 版中国药典标准规定检测方法检测。在有关物质项目的系统适用性溶液色谱图中，双氯芬酸峰与其相对保留时间约 0.8 处的杂质峰间的分离度为 8.23，大于标准要求的 6.0；供试品溶液中，双氯芬酸的理論塔板数皆大于 10000，且 5 次实验重复性良好。故 InertSustainSwift C18 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-88027) 可以满足双氯芬酸钠肠溶片有关物质的检测需求。

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319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