

双氯芬酸钠肠溶片含量测定

GLS-LC-0113

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

- 色谱柱:Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-87132)
- 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:含量测定

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(70:30)为流动相;检测波长为276nm;系统适用性溶液进样体积20μL,其他溶液进样体积10μL。

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4.0。

2.2 溶液配制:

供试品溶液的制备:取本品5片,置100mL量瓶中,加70%甲醇适量,超声使双氯芬酸钠溶解,放冷,用70%甲醇稀释至刻度,摇匀,离心,精密量取上清液适量,用70%甲醇定量稀释制成每1mL中约含0.25mg的溶液。

对照品溶液:取双氯芬酸钠对照品,精密称定,加70%甲醇溶解并定量稀释制成每1mL中约含0.25mg的溶液。

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:Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-87132)

流动相:甲醇-4%冰醋酸=70:30

流速:1.0mL/min

柱温:40°C

检测波长:276nm

进样量:系统适用性溶液20μL,其余10μL

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

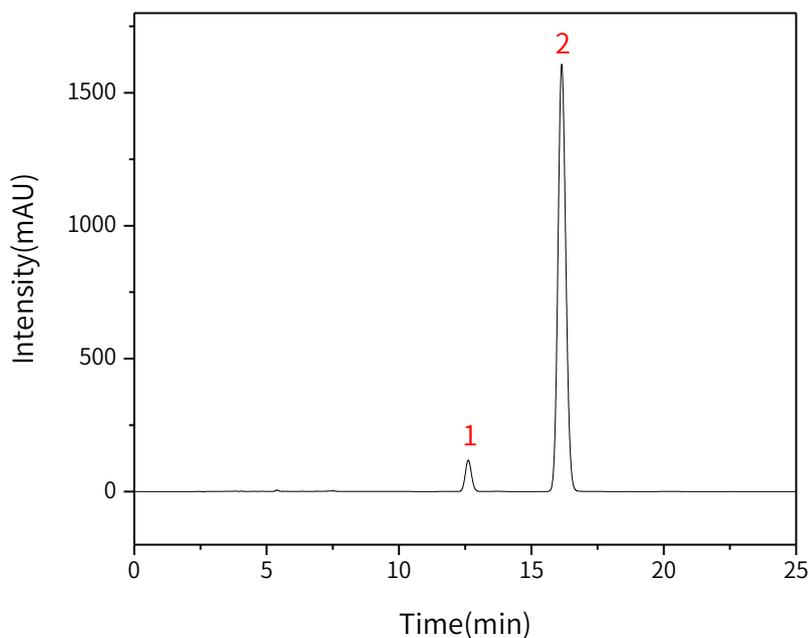
地址:成都市锦江区东御街18号
百扬大厦1707室
电话:028-85596177

柱压:10.4MPa

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	12.62	0.78	1930.37	118.05	13535	/
2	双氯芬酸	16.15	1.00	33287.51	1608.13	13847	7.19

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

● 上海总公司

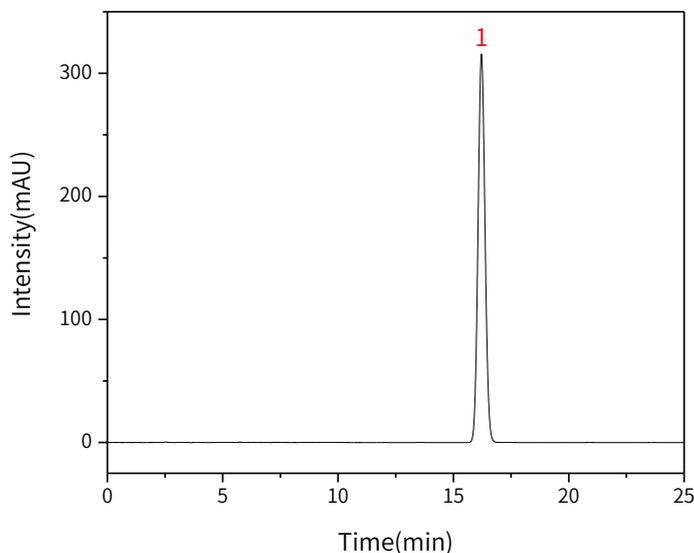
地址:上海市长宁区仙霞路319号
远东国际广场A座902-903室
电话:021-62782272

● 技尔应用技术中心

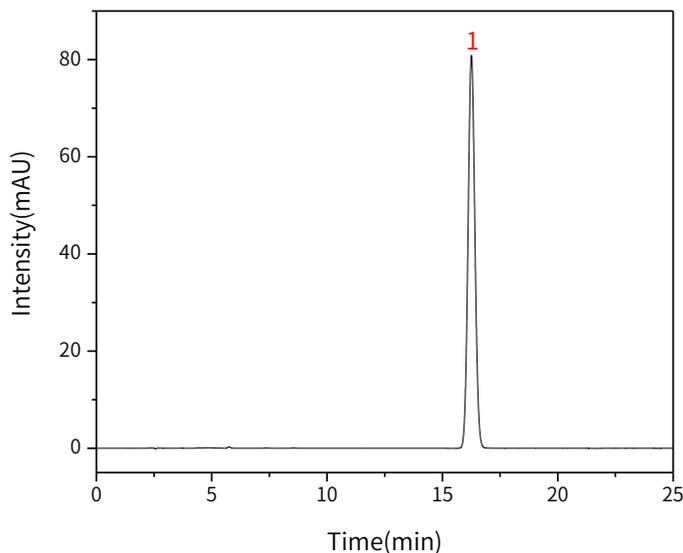
地址:上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话:021-64260228

● 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	双氯芬酸	16.21	6651.10	315.56	13480	1.06

【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

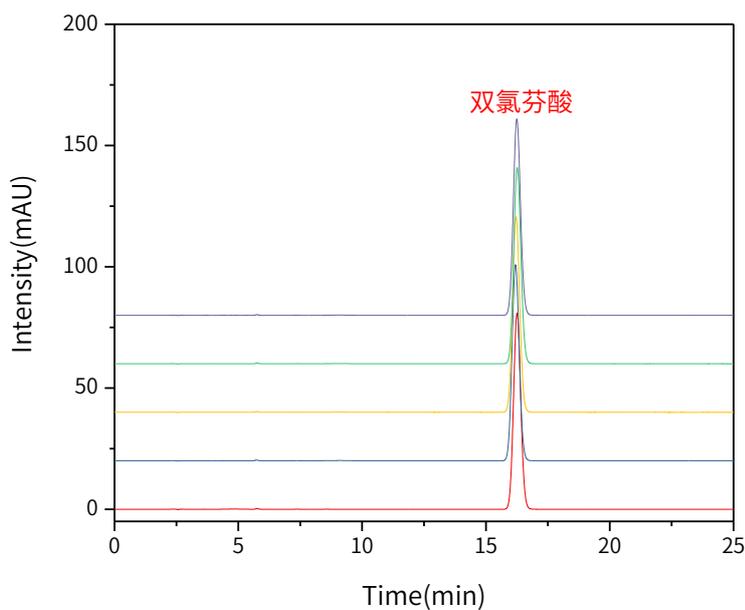
地址: 上海市徐汇区桂林路418号
1号楼701室
电话: 021-64260228

● 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	16.26	1670.13	80.89	14125	1.05

【分析结果】 重现性:



以双氯芬酸峰计:

No.	RT/min	Area	Height	N	Symmetry
1	16.26	1670.13	80.89	14125	1.05
2	16.19	1662.21	80.84	14120	1.06
3	16.21	1663.18	80.63	14070	1.06
4	16.26	1671.67	80.84	14099	1.05
5	16.25	1671.76	80.99	14115	1.05

※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。在含量测定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 7.19，大于标准要求的 4.0；供试品溶液中，双氯芬酸的理论塔板数皆大于 14000，且 5 次实验重复性良好。故 Inertsil ODS-HL 250×4.6mm,5μm (P/N:5020-87132) 可以满足双氯芬酸钠肠溶片含量测定的检测需求。

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