

尼莫地平原料药终产品有关物质（9 个杂质）

SGLC-LC-152

摘要：本文建立了尼莫地平原料药终产品有关物质的 HPLC 方法。采用岛津色谱柱 Shim-pack Velox PFPP，对尼莫地平原料药有关物质（9 个杂质）系统适用性溶液进行分析，结果显示主峰与各杂质峰峰形良好，且主峰与杂质、杂质于杂质直接的分离度良好，满足日常检测要求，此方法可为尼莫地平原料药有关物质研究提供参考。

关键词：尼莫地平 有关物质 Shim-pack Velox PFPP HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD_{XR} 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack Velox PFPP (5 μ m, 4.6 \times 250mm; P/N: 227-32024-04; S/N: 19050813)

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 系统适用性溶液的制备*

分别精密称取尼莫地平原料药终产品供试品、各杂质适量，用流动相溶解并稀释至供试品浓度为 0.2 mg/mL、杂质 3 和杂质 6 浓度未知、其它杂质 1.0 μ g/mL 的混合溶液，摇匀，即得。

说明*：上述条件下，杂质 6 不稳定，溶液稳定性有待继续考察。

1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack Velox PFPP (5 μ m, 4.6 \times 250mm; P/N: 227-32024-04; S/N: 19050813)

柱温：40 $^{\circ}$ C

检测波长：235 nm

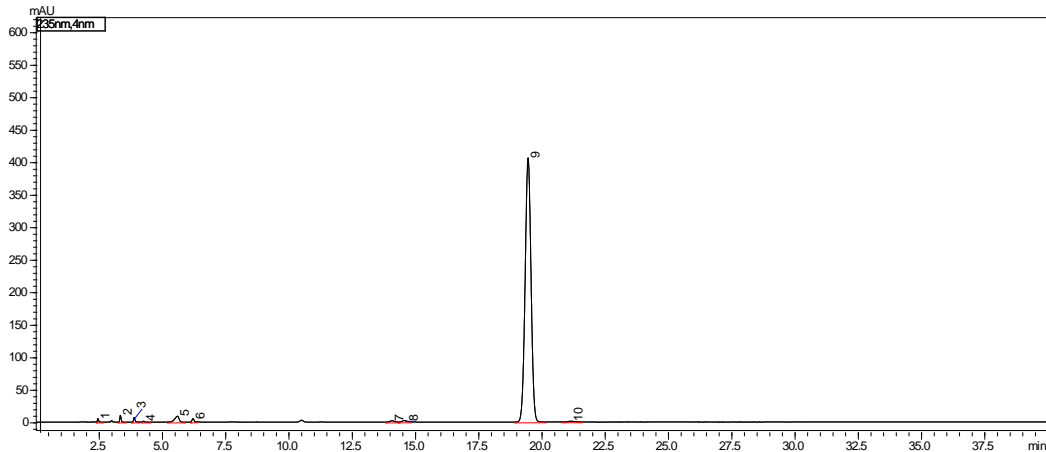
流速：1.0 mL/min

进样量：20 μ L

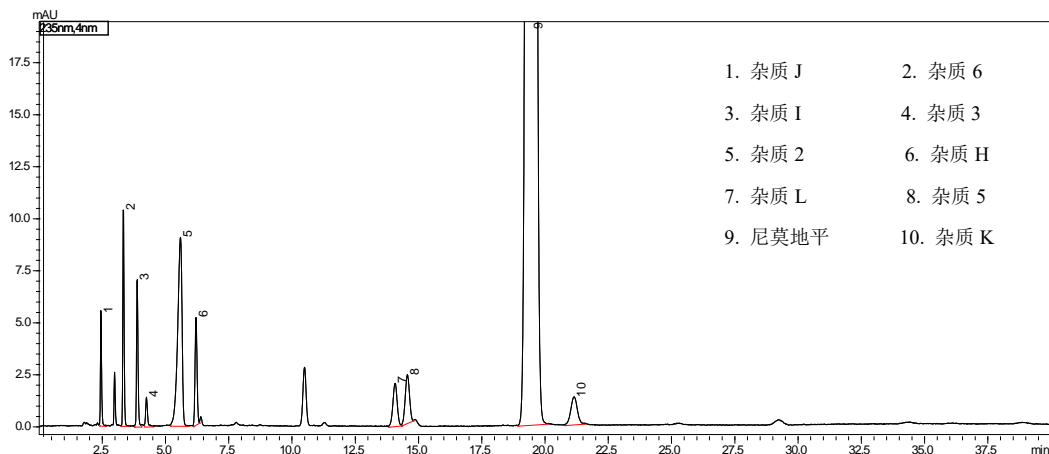
流动相：乙腈-0.02mol 磷酸二氢钾溶液（氢氧化钾调 pH 至 6.0）= 40:60

2. 结果及讨论

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，系统适用性溶液色谱图*如下：



系统适用性溶液扩大图

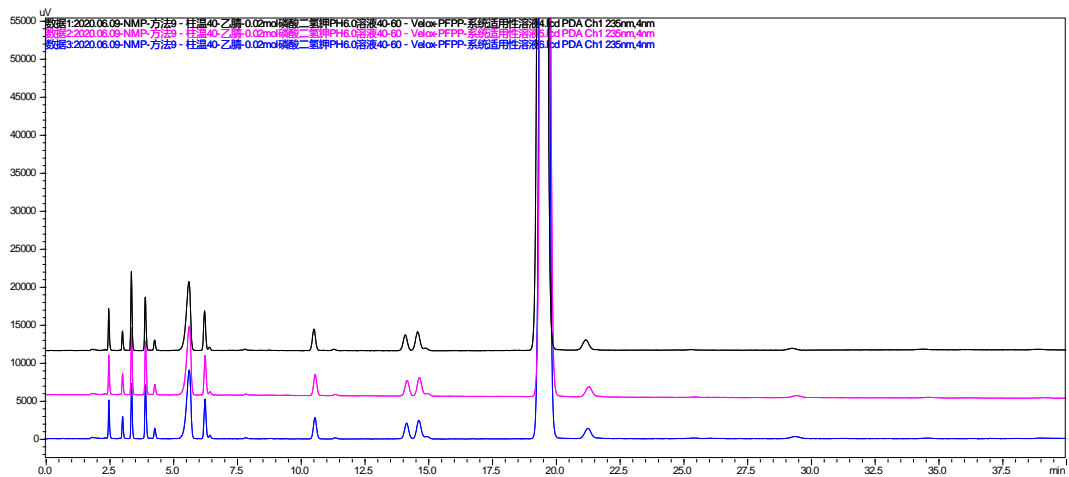


说明*：以上杂质 H 和杂质 5 后面没有分开的小峰是由于对照品纯度不够产生的未知杂质，并非峰形不佳。

序号	目标物名称	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	杂质 J	2.477	17310	5519	10575	1.274	--
2	杂质 6	3.365	36580	10360	15529	1.226	8.687
3	杂质 I	3.910	28682	7050	16379	1.209	4.735
4	杂质 3	4.278	6816	1400	14349	1.050	2.774
5	杂质 2	5.621	108312	9049	4856	0.747	5.770

6	杂质 H	6.235	28411	5133	22784	1.059	2.516
7	杂质 L	14.104	23867	2045	31120	0.961	32.449
8	杂质 5	14.589	26627	2304	32221	0.970	1.505
9	尼莫地平	19.479	6588261	406422	31651	1.003	12.816
10	杂质 K	21.182	22980	1314	32943	0.952	3.766

重现性 (n=3):



3. 结论

本文建立了尼莫地平原原料药终产品有关物质的 HPLC 方法。采用岛津色谱柱 Shim-pack Velox PFPP，对尼莫地平原原料药有关物质（9 个杂质）系统适用性溶液进行分析，结果显示主峰与各杂质峰峰形良好，且主峰与杂质、杂质于杂质直接的分离度良好，满足日常检测要求，此方法可为尼莫地平原原料药有关物质研究提供参考。