

卡托普利片有关物质分析

SGLC-LC-110

摘要：本文建立了卡托普利片有关物质试验的 HPLC 测定方法。结果表明，参照《美国药典》中色谱分析条件，采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS，对卡托普利片有关物质系统适用性溶液和供试品溶液进行分析，卡托普利和卡托普利二硫化物的分离度为 7.676，远大于药典要求的 2.0，满足《美国药典》需求，此方法可为卡托普利片有关物质试验提供参考。

关键词：卡托普利片 Shim-pack VP-ODS HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 228-34937-92; S/N: 5052434)；

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 溶液的制备

1.2.1 系统适用性溶液

分别精密量取卡托普利及卡托普利二硫化物适量，用流动相溶解并稀释制成每 1 mL 含 1mg 卡托普利和 0.05mg 卡托普利二硫化物的溶液，作为系统适用性溶液。

1.2.2 供试品溶液

取本品 20 片（糖衣片除去包衣），研细，精密称取适量（约相当于卡托普利 25mg），置离心管中，加 25mL 流动相适量，超声 15min，离心，取上清液作为供试品溶液。

1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm; P/N: 228-34937-92; S/N: 5052434)

流动相：甲醇-水-磷酸=550：450：0.5

柱温：40℃

检测波长：220 nm

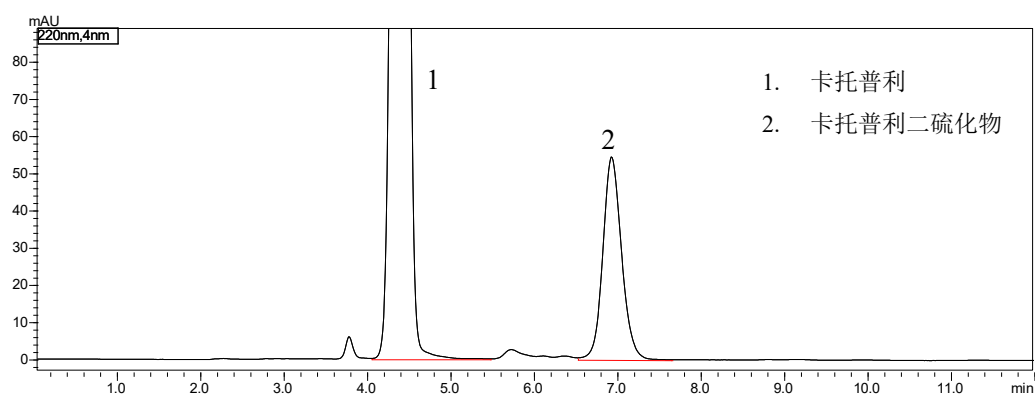
流速：1 mL/min

进样量：20 μL

2. 实验结果

按照上述色谱条件（1.3）进行采集，色谱图如下：

系统适用性溶液：

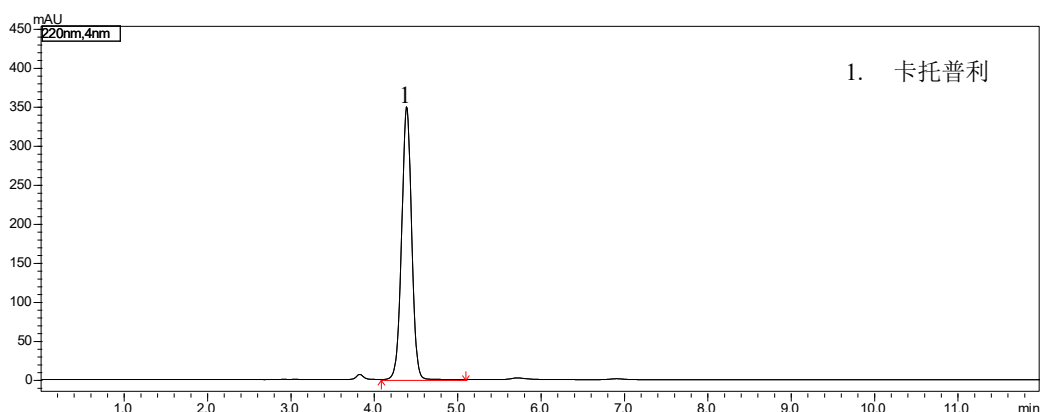


| 名称 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 理论板数 | 拖尾因子 | 分离度 |
|----------|-------|----------|---------|------|-------|-------|
| 卡托普利 | 4.389 | 11407020 | 1274763 | 5014 | 1.002 | -- |
| 卡托普利二硫化物 | 6.934 | 878650 | 54408 | 4527 | 1.122 | 7.676 |

重现性

| 目标物 | 保留时间 (min, n=3) | | | RSD (%) | 面积 (Area, n=3) | | | RSD (%) |
|------|-----------------|-------|-------|---------|----------------|----------|----------|---------|
| | 数据 1 | 数据 2 | 数据 3 | | 数据 1 | 数据 2 | 数据 3 | |
| 卡托普利 | 4.389 | 4.394 | 4.388 | 0.07 | 11407020 | 11407968 | 11410105 | 0.01 |
| 二硫化物 | 6.934 | 6.94 | 6.938 | 0.04 | 878650 | 878899 | 877420 | 0.09 |

供试品溶液:



| 名称 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 理论板数 | 拖尾因子 | 分离度 |
|------|-------|---------|--------|------|-------|-----|
| 卡托普利 | 4.399 | 2916750 | 349459 | 5685 | 0.996 | -- |

重现性

| 目标物 | 保留时间 (min, n=3) | | | | 面积 (Area, n=3) | | | |
|------|-----------------|-------|-------|---------|----------------|---------|---------|---------|
| | 数据 1 | 数据 2 | 数据 3 | RSD (%) | 数据 1 | 数据 2 | 数据 3 | RSD (%) |
| 卡托普利 | 4.399 | 4.392 | 4.402 | 0.12 | 2916750 | 2915622 | 2913985 | 0.05 |

3. 结论

本文建立了卡托普利片有关物质试验的 HPLC 测定方法。结果表明, 参照《美国药典》中色谱分析条件, 采用色谱柱 Shim-pack VP-ODS (4.6×250 mm, 5 μm), 对卡托普利片有关物质系统适用性溶液和供试品溶液进行分析, 卡托普利和卡托普利二硫化物分离度远大于 USP 要求的 2.0, 满足《美国药典》需求, 此方法可为卡托普利片有关物质试验提供参考。