

## 培哌普利吡达帕胺原料药有关物质

SGLC-LC-146

**摘要：** 本文建立了培哌普利吡达帕胺原料药有关物质的 HPLC 方法。参照 USP 培哌普利片有关物质色谱条件，采用岛津色谱柱 Shim-pack Scepter C8-120，对培哌普利吡达帕胺原料药有关物质系统适用性溶液进行分析，结果显示主峰与各杂质峰形对称，且主峰与杂质、杂质与杂质峰间的分离度大于 1.5。此方法可为培哌普利吡达帕胺原料药有关物质的方法学研究提供参考。

**关键词：** 培哌普利吡达帕胺有关物质 Shim-pack Scepter C8-120 HPLC

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-20AD<sub>XR</sub> 高效液相色谱仪；

色谱柱：Shim-pack Scepter C8-120 (5 $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250mm; P/N: 227-31041-06; S/N: 129HA90003)

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 各杂质溶液的制备

精密称取培哌普利叔丁胺、吡达帕胺、杂质 I、杂质 II、杂质 III、杂质 IV、杂质 V、杂质 VI、杂质 E 适量，加稀释剂（流动相 A：流动相 B = 80：20）配制成浓度为 1 mg/mL 的溶液。

##### 1.2.2 系统适用性溶液的制备

精密量取上述各对照品溶液适量，加稀释剂（流动相 A：流动相 B = 80：20）稀释至浓度为 0.03 mg/mL 的混合溶液，摇匀，即得。

#### 1.3 分析条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C8-120 (5 $\mu$ m, 4.6 $\times$ 250mm; P/N: 227-31041-06; S/N: 129HA90003)

柱温：60 °C

检测波长：210 nm

流速：1.0 mL/min

进样量：20 μL

流动相： A：将 0.92g 庚烷磺酸钠溶于 1000ml 水中，加入 1ml 三乙胺。用高氯酸和水（1：1）溶液调节至 PH2.0;

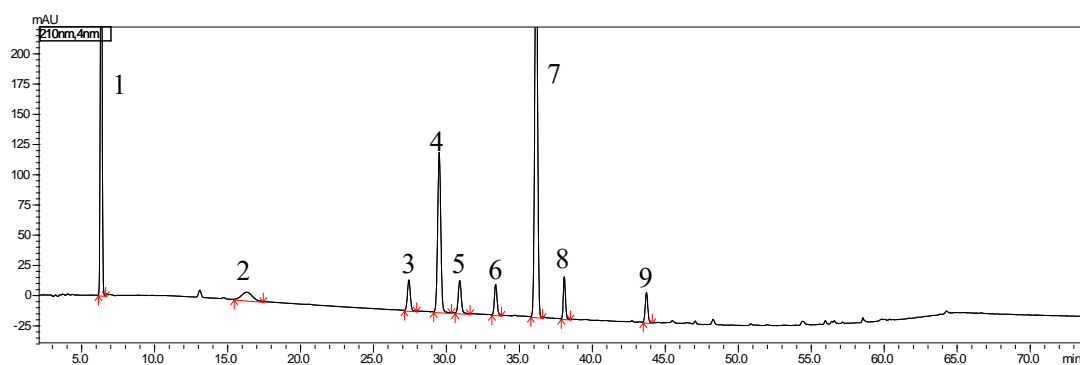
B：乙腈

梯度程序如下：

时间 (min)	0	5	27	45	60	70	71	80
A (%)	80	80	68	50	20	20	80	80
B (%)	20	20	32	50	80	80	20	20

## 2. 结果及讨论

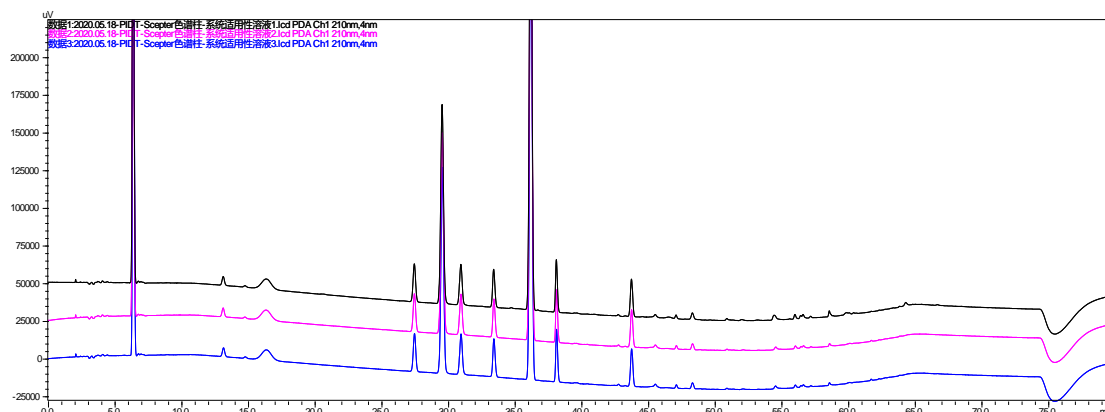
按照上述色谱条件（1.3）进行采集，系统适用性溶液色谱图如下：



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 I	6.409	3317270	406271	12225	1.060	--
2	杂质 III	16.372	342085	6732	2301	1.060	12.478
3	杂质 V	27.491	342958	25234	87965	1.007	12.811
4	呋达帕胺	29.573	2051271	136736	85535	1.010	5.370
5	杂质 VI	30.977	375867	26917	108279	1.025	3.595
6	培哚普利叔丁胺	33.441	315251	25262	152472	1.094	6.854
7	杂质 II	36.214	4617598	346530	158517	0.994	7.852

8	杂质 E	38.144	355025	34935	290197	1.137	5.966
9	杂质 IV	43.776	301400	24923	278062	1.010	18.305

重现性 (n=3):



### 3. 结论

建立了培哌普利吡嗪帕胺原料药有关物质的 HPLC 方法。参照 USP 培哌普利片有关物质色谱条件，采用岛津色谱柱 Shim-pack Scepter C8-120，对培哌普利吡嗪帕胺原料药有关物质系统适用性溶液进行分析，结果显示主峰与各杂质峰形对称，且主峰与杂质、杂质与杂质峰间的分离度大于 1.5。此方法可为培哌普利吡嗪帕胺原料药有关物质的方法学研究提供参考。