



Аналитические возможности жидкостного хроматографа Маэстро ВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения примесей в салициловой кислоте согласно ФС.2.1.0033.15

Яшин А. Я. к. х. н., ведущий инженер отдела исследований и разработок, ООО Интерлаб, Россия, Москва

Ключевые слова

Жидкостная хроматография, салициловая кислота, примеси, лекарственный препарат, детектор на диодной матрице

Резюме

Показаны аналитические возможности Маэстро ВЭЖХ на примере определения родственных примесей в салициловой кислоте. Определено содержание примесей в лекарственном средстве салициловая кислота согласно ФС.2.1.0033.15

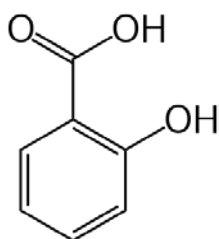
Введение

Салициловая кислота – лекарственное средство для наружного применения. Салициловая кислота оказывает антисептическое, кератолитическое, местнораздражающее и противовоспалительное действие.

Показания к применению: Воспалительные и инфекционные поражения кожи; ожоги, мозоли, омозолелость, бородавки, гиперкератоз, повышенное потоотделение стоп, выпадение волос, псориаз, обыкновенные угри, жирная себорея, экзема, отрубевидный лишай, дискератоз, ихтиоз, отит (входит в состав комбинированных ЛС).

В Государственной Фармакопее РФ XIII издания имеется фармакопейная статья ФС.2.1.0033.15, в которой прописано определение родственных примесей в лекарственном средстве салициловая кислота методом ВЭЖХ с УФ детектированием.

В этой работе предлагается использовать жидкостный хроматограф МаэстроВЭЖХ с детектором на диодной матрице.



Салициловая кислота

Экспериментальная часть

Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:

Вода бидистиллированная;

Кислота уксусная, ч.д.а.

Метанол для ВЭЖХ;

Препарат салициловая кислота куплен в розничной аптечной сети.

Инструменты:

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Хроматографические условия согласно ФС.2.1.0033.15:

Колонка Phenomenex C18 5 мкм 150 x 4.6 мм

Скорость потока 0,5 мл/мин

Длина волны 270 нм

Подвижная фаза: ледяная уксусная кислота – метанол – вода (1:40:60)

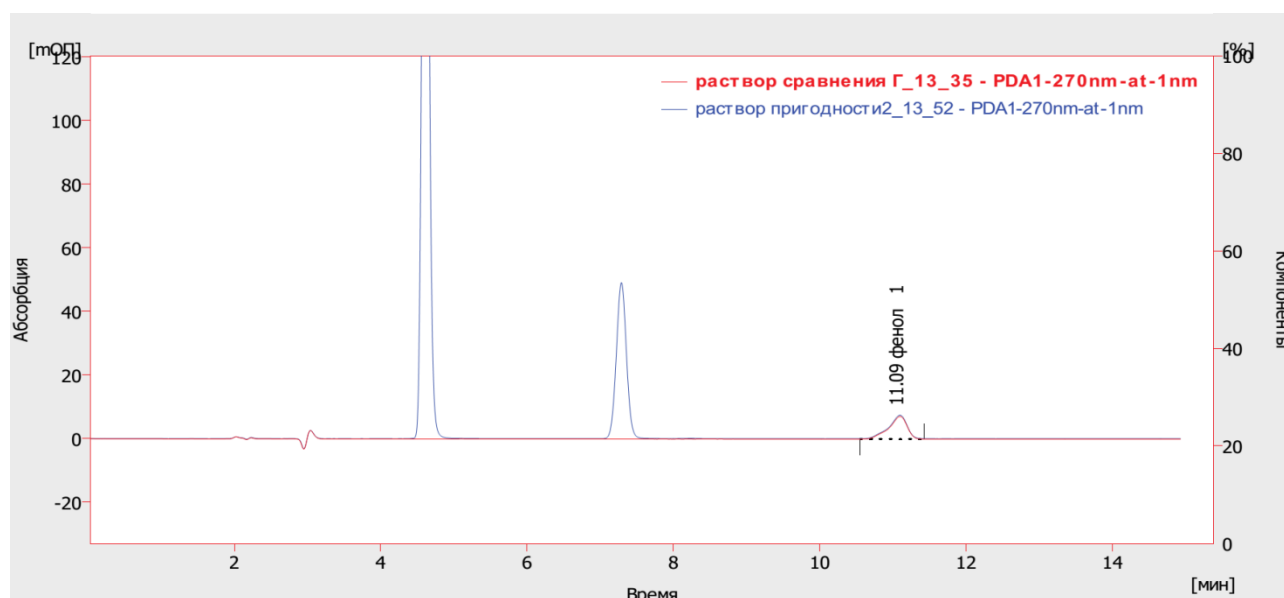
Вводимый объем пробы 10 мкл

Результаты и обсуждения

Согласно ФС.2.1.0033.15 необходимо приготовить ряд растворов сравнения и испытуемый раствор. Испытуемый раствор (раствор лекарственного средства салициловая кислота), раствор сравнения Г (раствор 10 мг/л фенола в подвижной фазе), раствор для проверки пригодности хроматографической системы (смесь, состоящая из 50 мг/л 4-гидроксидензойной кислоты, 25 мг/л 4-гидроксибензол-1,3-дикарбоновой кислоты и 10 мг/л фенола в подвижной фазе), раствор сравнения Д (раствор для проверки пригодности хроматографической системы, разбавленный в 10 раз подвижной фазой).

Ниже приведено наложение хроматограммы раствора сравнения Г и хроматограммы раствора для проверки пригодности хроматографической системы. Согласно ФС.2.1.0033.15 хроматографическая система считается пригодной, если выполняются следующие условия:

- время удерживания третьего пика на хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы соответствует времени удерживания пика фенола, полученного на хроматограмме раствора сравнения Г.
- на хроматограмме раствора для проверки пригодности хроматографической системы разрешение (R) между пиками 4-гидроксибензол-1,3-дикарбоновой кислоты и фенола не менее 1,0.

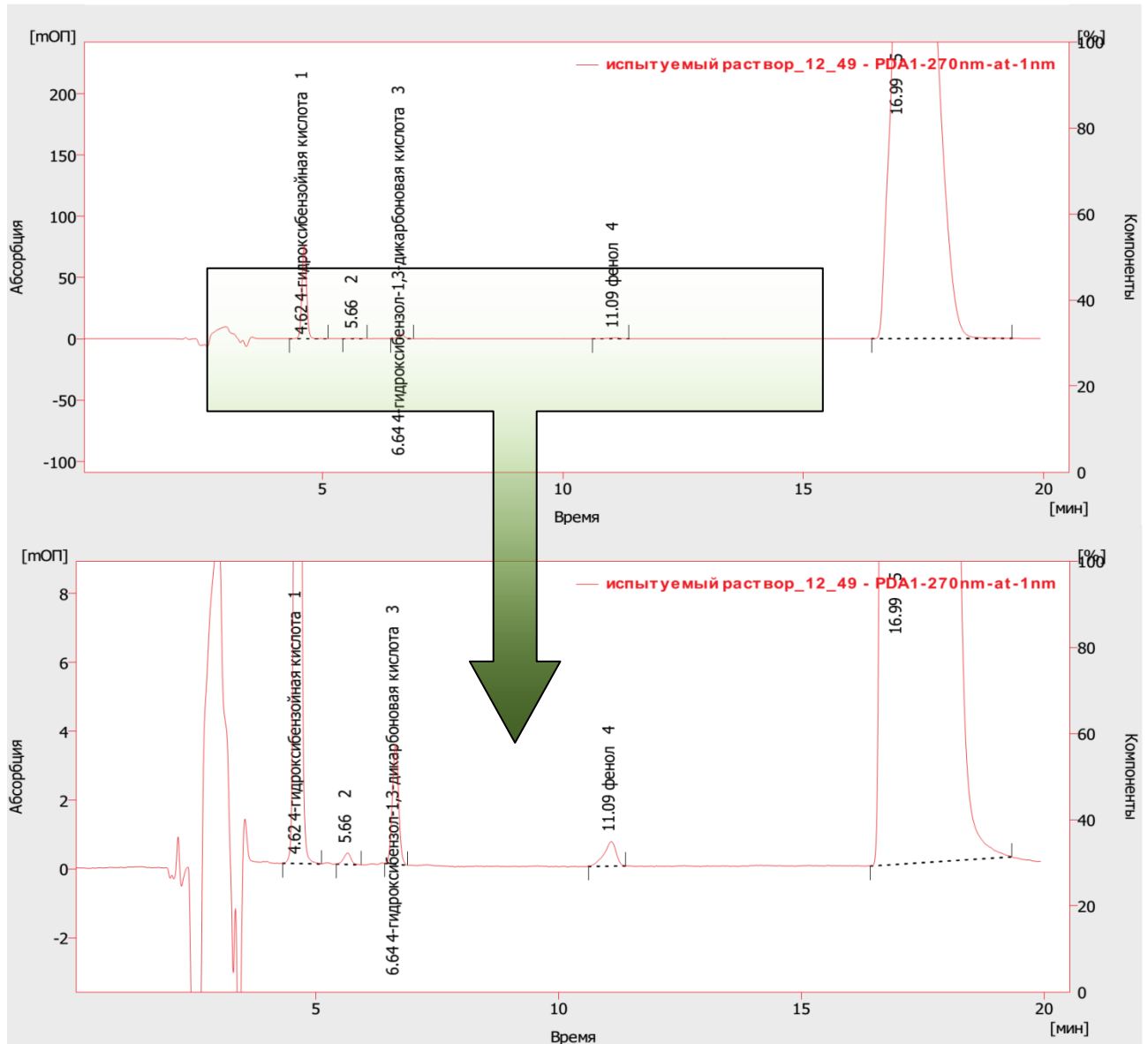


	Время уд. [мин]	Разрешающая способность [R]	Название вещества
1	4.607		4-гидроксибензойная кислота
2	7.287	12.163	4-гидроксибензол-1,3-дикарбоновая кислота
3	11.093	10.867	фенол

В нашем примере все требования к пригодности хроматографической системы выполняются.

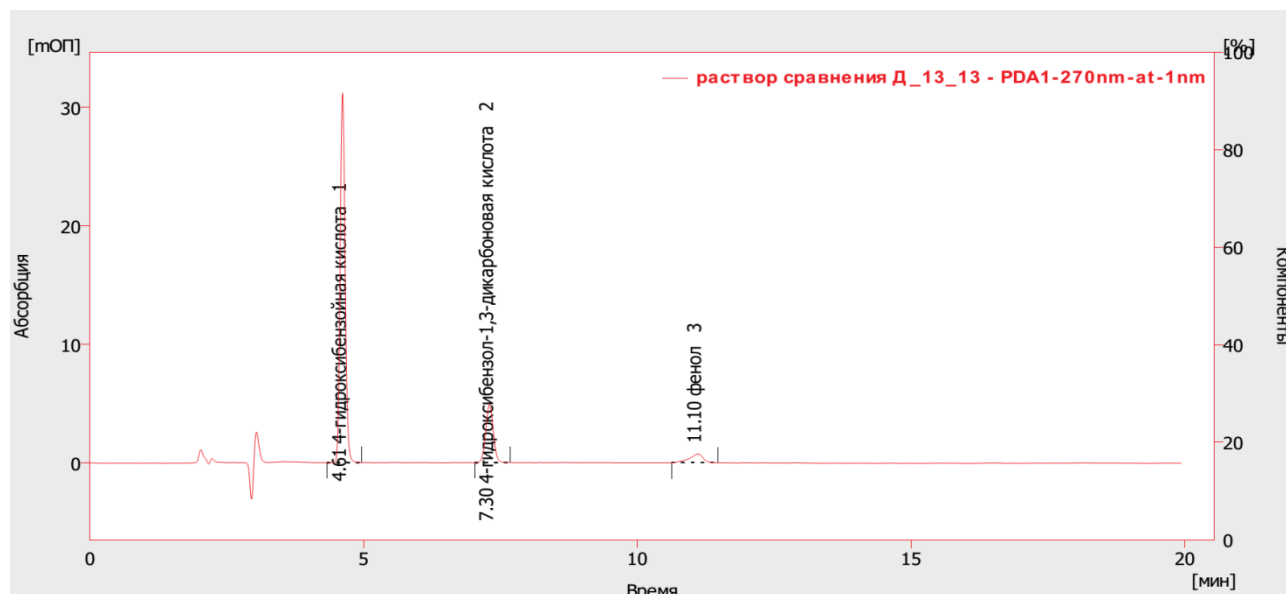
Далее были сняты хроматограммы испытуемого раствора и раствор сравнения Д.

Хроматограмма испытуемого раствора



	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Площадь [%]	Название вещества
1	510.503	76.092	1.2	4-гидроксibenзойная кислота
2	3.470	0.330	0.0	
3	31.462	3.484	0.1	4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновая кислота
4	12.540	0.715	0.0	фенол
5	41675.088	1063.978	98.7	

Хроматограмма раствора сравнения Д



	Площадь [mOP.сек]	Высота [mOP]	Площадь [%]	Название вещества
1	197.284	31.191	76.7	4-гидроксibenзойная кислота
2	47.098	4.912	18.3	4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновая кислота
3	12.972	0.741	5.0	фенол

Согласно ФС.2.1.0033.15 на хроматограмме испытуемого раствора площадь пика 4-гидроксibenзойной кислоты должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,1 %), площадь пика 4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновой кислоты должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,05 %), площадь пика фенола должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,02 %), площадь пика любой другой примеси должна быть не более пика 4-гидроксibenзоиновой кислоты на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,05 %). Сумма примесей должна быть не более 0,2 %. Не учитывают пики, площадь которых составляет менее 1,0 % от площади основного пика на хроматограмме раствора сравнения Д. (см. сводную таблицу).

Сводная таблица результатов

Требования ФС.2.1.0033.15	Полученные результаты
На хроматограмме испытуемого раствора площадь пика 4-гидроксibenзойной кислоты должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,1 %)	Площадь пика 4-гидроксibenзойной кислоты на 50% больше площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д
Площадь пика 4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновой кислоты должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,05 %)	Площадь пика 4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновой кислоты на 33% менее площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д
Площадь пика фенола должна быть не более площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,02 %)	Площадь пика фенола на 3,3% менее площади соответствующего пика на хроматограмме раствора сравнения Д
Площадь пика любой другой примеси должна быть не более пика 4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновой кислоты на хроматограмме раствора сравнения Д (не более 0,05 %)	Площадь пика другой примеси менее площади пика 4-гидроксibenзол-1,3-дикарбоновой кислоты на хроматограмме раствора сравнения Д

Выводы

Жидкостный хроматограф Маэстро ВЭЖХ с диодноматричным детектором пригоден для определения родственных примесей в лекарственном средстве салициловая кислота согласно ФС.2.1.0033.15.

Прибор можно рекомендовать фармацевтическим предприятиям, выпускающим данное лекарственное средство.

За дополнительной информацией обращайтесь в компанию Интерлаб

Московская обл., Красногорский р-н, д.
Гаврилково, ЭЖК Эдем, квартал 5, д.12
т. (495) 788-09-83, ф. (495) 755-77-61
www.interlab.ru
e-mail: interlab@interlab.ru

Екатеринбург:
т. (343) 379-57-33,
ф. (343) 379-57-34
e-mail: ural@interlab.ru

Новосибирск:
т. (913)783-12-31
e-mail: zverevav@interlab.ru

Санкт Петербург:
т/ф. (812)643-14-23
e-mail: spb@interlab.ru