



Аналитические возможности жидкостного хроматографа Маэстро ВЭЖХ с детектором на диодной матрице на примере определения примесей в ацетилсалициловой кислоте согласно ФС.2.1.0006.15

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

Ключевые слова

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

Резюме

Показаны аналитические возможности МаэстроВЭЖХ на примере определения родственных примесей в ацетилсалициловой кислоте. Определено содержание примесей в лекарственном средстве ацетилсалициловая кислота согласно ФС.2.1.0006.15

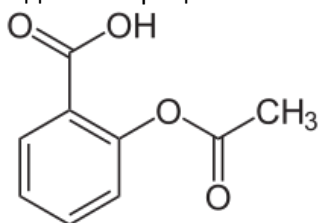
Введение

Ацетилсалициловая кислота – лекарственное средство, представляющее собой салициловый эфир уксусной кислоты, относится к группе нестероидных противовоспалительных препаратов. Оказывает противовоспалительное, анальгезирующее и жаропонижающее действие, а также угнетает агрегацию тромбоцитов. Снижает летальность и риск развития инфаркта миокарда при нестабильной стенокардии. Эффективно при первичной профилактике заболеваний сердечно-сосудистой системы и при вторичной профилактике инфаркта миокарда.

Показания к применению: Умеренно или слабо выраженный болевой синдром у взрослых различного происхождения (головная боль, зубная боль, мигрень, невралгия, артралгия, мышечная боль и т.д.). Повышенная температура тела при простудных и других инфекционно-воспалительных заболеваниях (у взрослых и детей старше 15 лет).

В Государственной Фармакопее РФ XIII издания имеется фармакопейная статья ФС.2.1.0006.15, в которой прописано определение родственных примесей в лекарственном средстве ацетилсалициловая кислота методом ВЭЖХ с УФ детектирование.

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



Ацетилсалициловая кислота

Экспериментальная часть

Для анализа использовали чистые вещества фирмы Fluka:

Салициловая кислота (стандарт, не менее 99%);

Вода бидистиллированная;

Ортофосфорная кислота, ч.д.а.

Препарат ацетилсалициловая кислота куплен в розничной аптечной сети.

Инструменты:

Жидкостный хроматограф «МаэстроВЭЖХ» с детектором на диодной матрице

Хроматографические условия согласно ФС.2.1.0006.15:

Колонка Phenomenex C18 5 мкм 150 x 4.6 мм

Скорость потока 1 мл/мин

Длина волны 237 нм

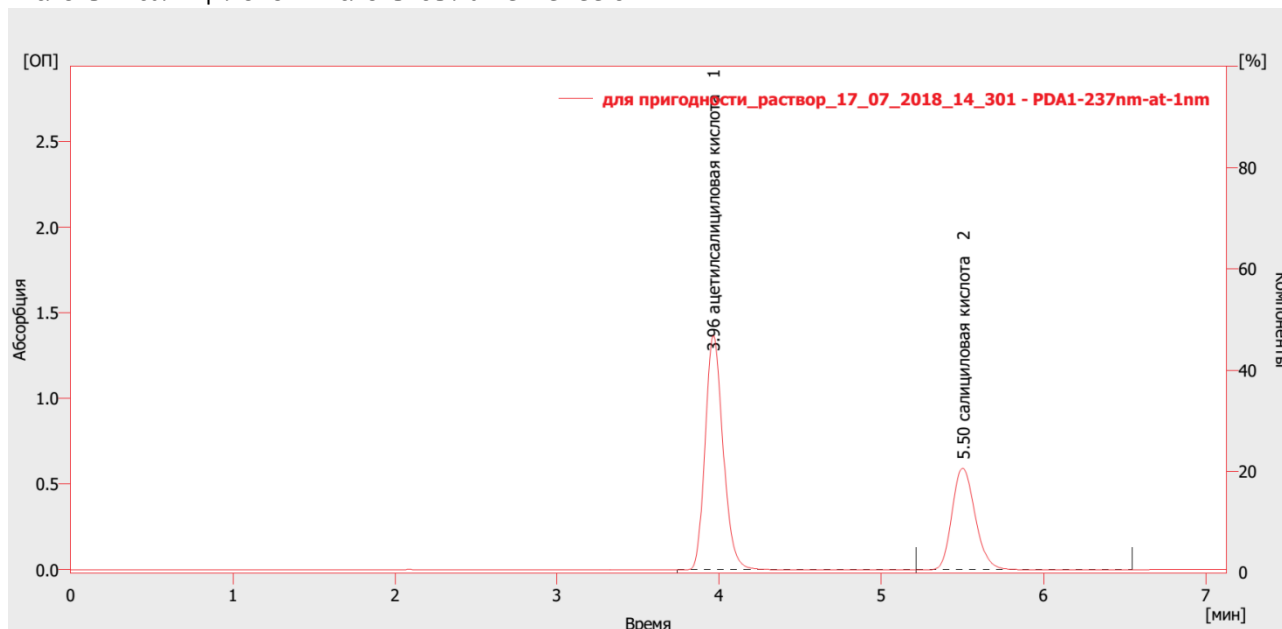
Подвижная фаза: ортофосфорная кислота – ацетонитрил – вода (1:200:300)

Вводимый объем пробы 10 мкл

Результаты и обсуждения

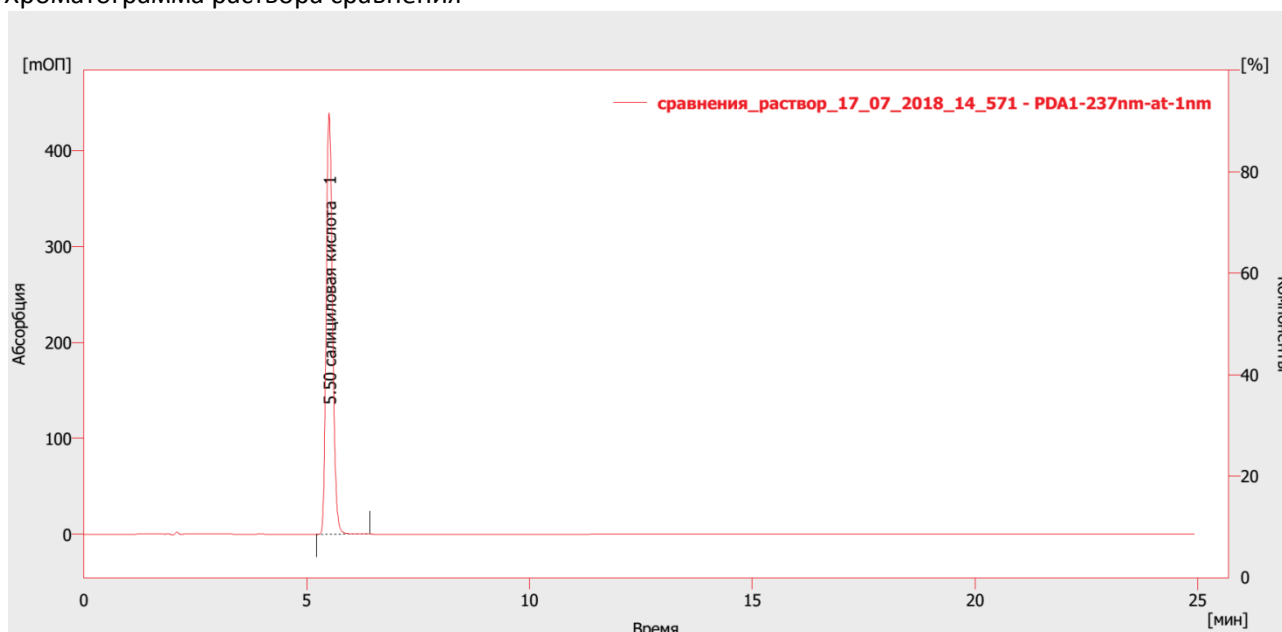
Согласно ФС.2.1.0006.15 было приготовлено три раствора: испытуемый раствор (раствор лекарственного средства ацетилсалициловая кислота), раствор сравнения (раствор стандартного образца салициловой кислоты), раствор для пригодности хроматографической системы (смесь ацетилсалициловой и салициловой кислот).

Ниже приведена хроматограмма раствора для пригодности хроматографической системы. Согласно ФС.2.1.0006.15 необходимо, чтобы разрешающая способность (R) между пиками ацетилсалициловой кислоты и салициловой кислоты была не менее 6.



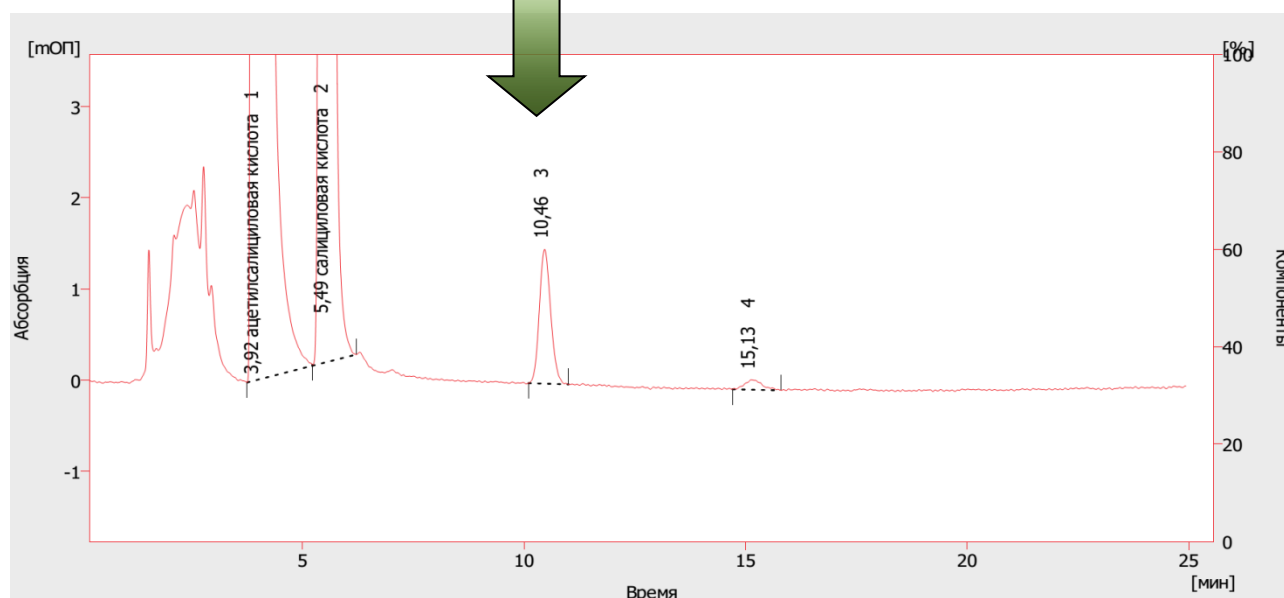
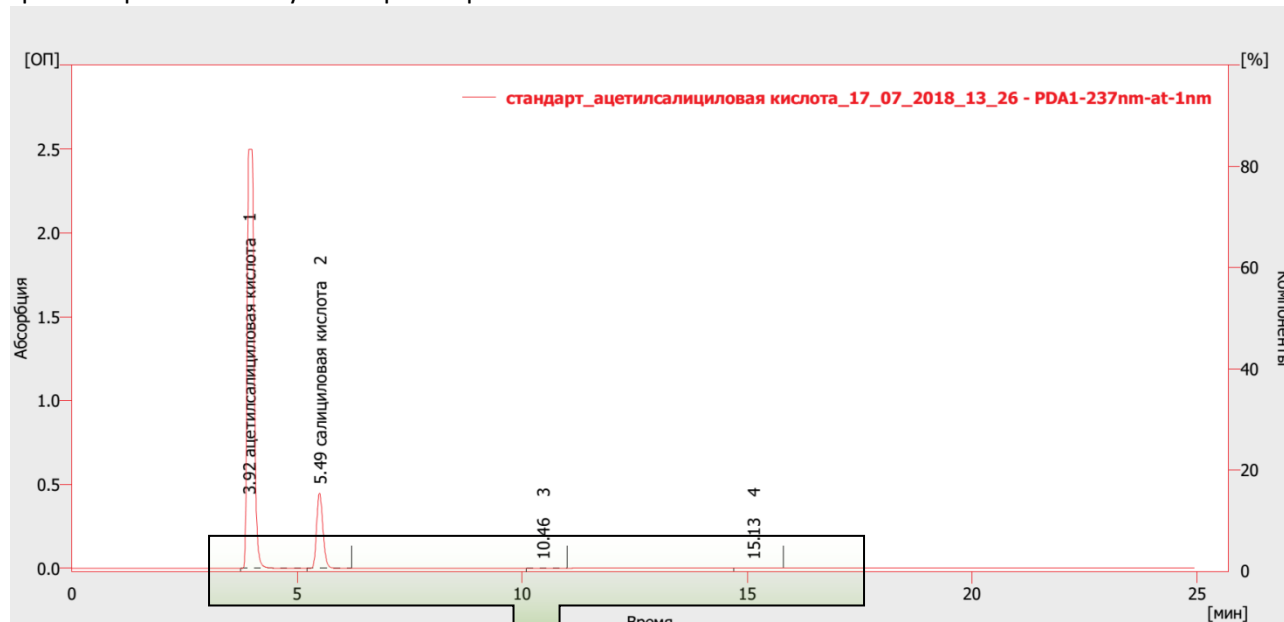
	Время уд. [мин]	Разрешающая способность [R]	Название вещества
1	3.960		ацетилсалициловая кислота
2	5.500	6.490	салициловая кислота

Хроматограмма раствора сравнения



	Время уд. [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Название вещества
1	5.500	4359.170	439.693	салициловая кислота

Хроматограмма испытуемого раствора



	Время уд. [мин]	Площадь [мОП.сек]	Высота [мОП]	Содержание [%]	Название вещества
1	3.920	26177.804	2500.004	85.6	ацетилсалициловая кислота
2	5.493	4383.685	448.314	14.3	салициловая кислота
3	10.460	26.173	1.474	0.1	-
4	15.127	3.047	0.108	0.0	-

Согласно ФС.2.1.0006.15 на хроматограмме испытуемого раствора площадь пика любой примеси должна быть не более площади пика на хроматограмме сравнения (не более 0,1%) **(в данном примере 0,6% по салициловой кислоте)**; суммарная площадь пиков примесей должна не более чем в 2,5 раза превышать площадь пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,25%) **(в данном примере суммарная площадь пиков примесей превышает площадь пика на хроматограмме сравнения в 1,01 раза)** (см. сводную таблицу).

Сводная таблица результатов

Требования ФС.2.1.0006.15	Полученные результаты
На хроматограмме испытуемого раствора площадь пика любой примеси должна быть не более площади пика на хроматограмме сравнения (не более 0,1%)	Площадь пика салициловой кислоты на хроматограмме сравнения - 4359.170 Площадь пиков примесей в испытуемом растворе: 1 примесь (салициловая кислота) - 4383.685 2 примесь - 26.173 3 примесь - 3.047 Таким образом, площадь пика 1 примеси (салициловая кислота) превышает площадь пика салициловой кислоты в растворе сравнения на 0,6%
Суммарная площадь пиков примесей должна не более чем в 2,5 раза превышать площадь пика на хроматограмме раствора сравнения (не более 0,25%)	Площадь пика салициловой кислоты на хроматограмме сравнения - 4359.170 Сумма площадей пиков примесей на хроматограмме испытуемого раствора - 4412,905 Таким образом, суммарная площадь пиков примесей превышает площадь пика на хроматограмме сравнения в 1,01 раза

Выводы

Жидкостный хроматограф Маэстро ВЭЖХ с диодноматричным детектором пригоден для определения родственных примесей в лекарственном средстве ацетилсалициловая кислота согласно ФС.2.1.0006.15.

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