

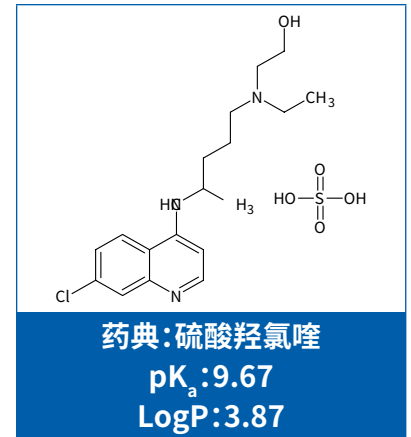
APPLICATION

使用Kinetex® 5 μm C18对硫酸羟氯喹片中的羟氯喹和氯喹实现可靠分离

Zeshan Aqeel, J Preston, Ryan Splitstone, 和 Phil Koerner
Phenomenex, Inc., 411 Madrid Ave., Torrance, CA 90501 USA

概述

本应用针对USP药典条件下对硫酸羟氯喹片内的硫酸羟氯喹及相关杂质氯喹进行分析时，分离中类似L1 (C18) 固定相的两种颗粒形态进行了对比。本应用介绍了根据USP通则第<621>章中规定的允许调整范围，相对于药典中的初始色谱柱和条件所可以实现的方法改进。



USP药典:硫酸羟氯喹片分析

标准储备溶液	将1.0 mg/mL USP硫酸羟氯喹RS溶于稀释剂
标准溶液	将取自标准储备溶液的0.05 mg/mL的USP硫酸羟氯喹RS溶于流动相
系统适用性	将1.0mg/mL的磷酸氯喹溶于甲醇
储备溶液	将5.0mL的系统适用性储备溶液转移至100-mL量瓶中,添加5.0mL的标准储备溶液,然后用流动相稀释至刻度。
系统适用性	甲醇:水混合物 (1:1)

溶液

规格	方法1:250 x 4.6 mm, 方法2:250 x 4.6 mm
固定相	方法1:全多孔5 μm C18, 方法2:Kinetex 5 μm C18
温度	26°C
流动相(预混)	A=甲醇、乙腈、水和磷酸(100:100:800:2)。混合并加入96mg戊烷磺酸钠至合成溶液,然后过滤流动相
等度	等度:(100:100:800:2, 甲醇:乙腈:水:磷酸)
流速	总运行时间:20min
检测器	1.0mL/min
进样量	UV@254nm

相对于布洛芬的保留度*

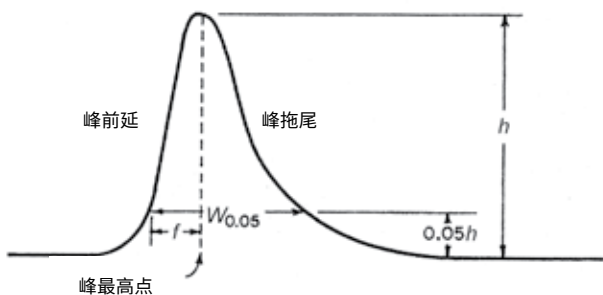
戊内苯酮	约 0.8
------	-------

系统适用性 - 系统适用性溶液和标准溶液

样品:标准溶液和系统适用性溶液

- 分离度(R_s):系统适用性溶液的氯喹和羟氯喹之间为NLT 1.8
- 相对标准差:标准溶液为NMT 1.5%(5次重复进样)

USP拖尾系数, <621>色谱分析**

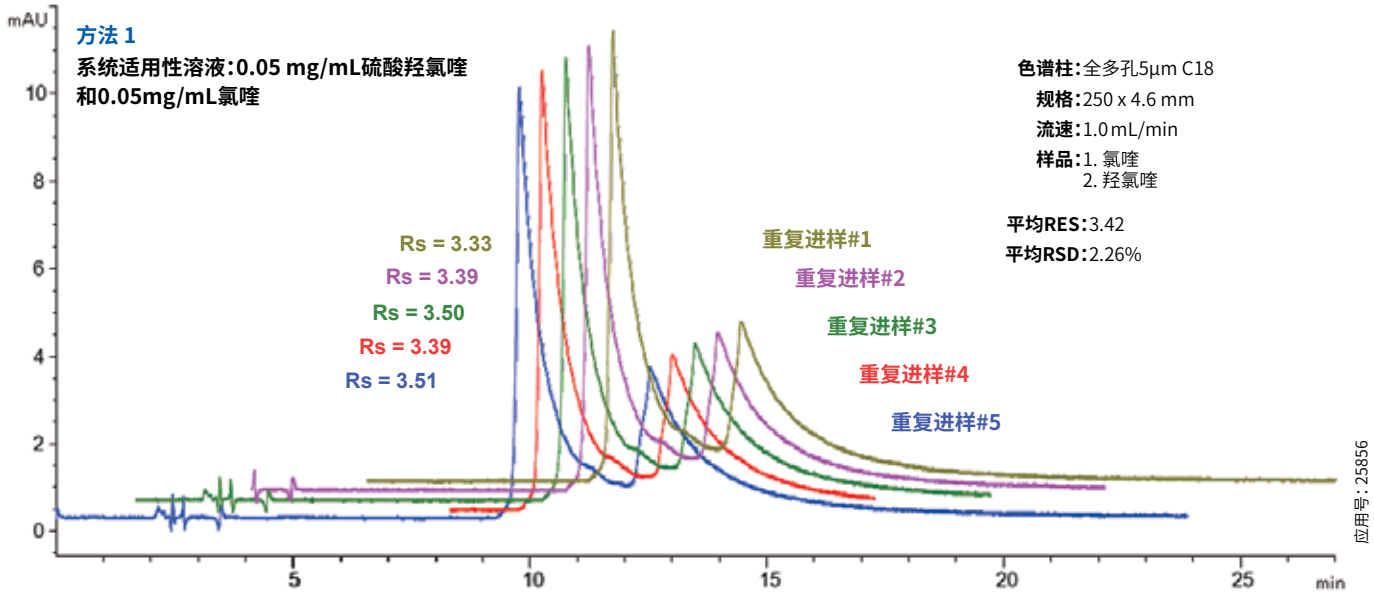
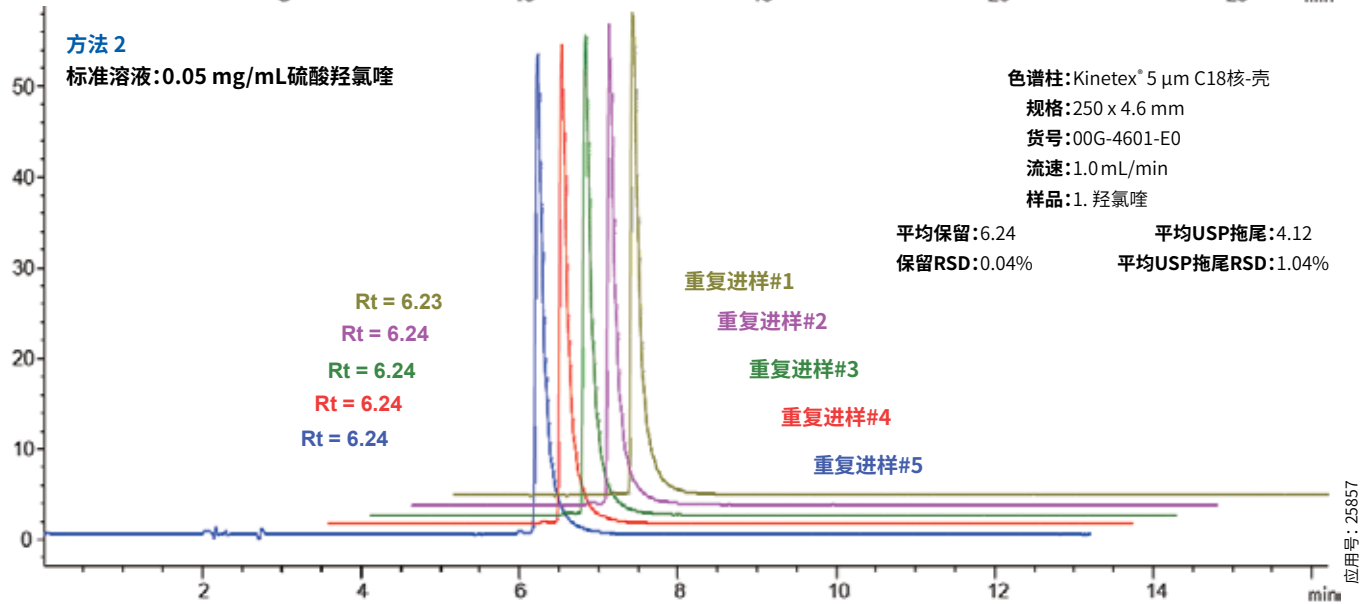
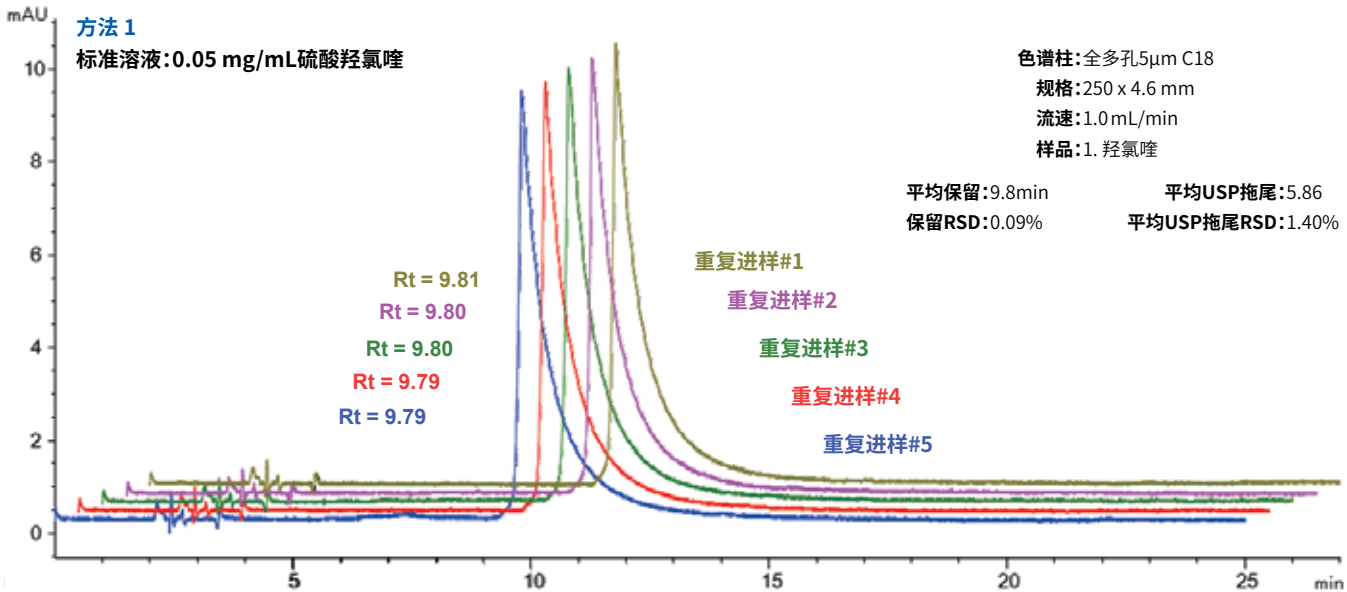


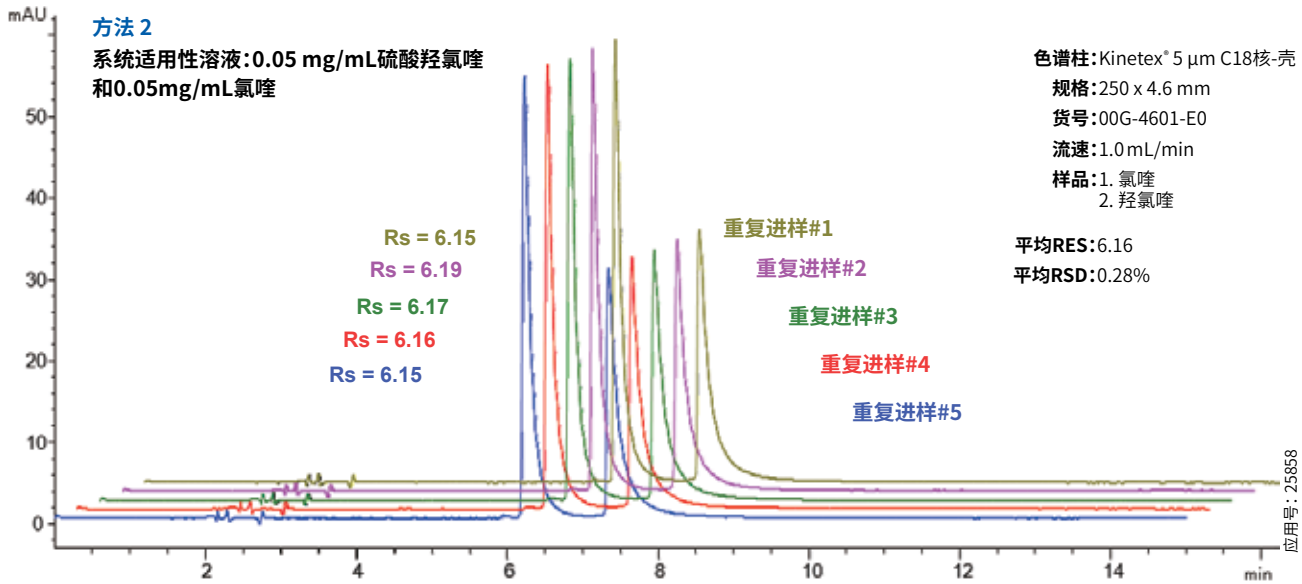
对称系数(A_s):也称为拖尾系数,计算公式:

$$A_s = W_{0.05} / 2f$$

其中W_{0.05}为峰在5%高度处的宽度,而f是峰最高点距离峰前沿的距离,在离基线5%的峰高度处测量该距离。

** 美国药典40国家处方集35 (USP 40-NF 35, United States Pharmacopeial Convention, Rockville, Maryland, 2017) 中的通则第<621>章“色谱柱分析”,第6页。





为了满足系统适用性进行的调整

方法参数	允许的挑战 (等度洗脱)	方法1	方法2
流动相pH	±0.2单位	如规定	如规定
缓冲液中的盐浓度	±10%	如规定	如规定
流动相组成	±30%相对; 不得超过±10%绝对调整; 不得降至零	如规定	如规定
检测器波长	不得有偏差	254nm (如规定)	如规定
进样量	可根据需要进行调整; 必须符合线性、准确性和检测要求	20μL (如规定)	10μL (允许)
色谱柱温度	±10°C	室温 (如规定)	26°C (如规定)
固定相	不得改变取代基 (例如, 不得使用C8来替代C18)	L1 (如规定)	如规定
色谱柱长度	色谱柱长度 (L) 与颗粒直径 (dp) 的比率可在-25%到+50%的范围内调整*	250mm (如规定)	250mm (允许)
色谱柱内径	只要保持线性速度即可	4.6mm (如规定)	4.6mm (允许)
粒径	色谱柱长度 (L) 与颗粒直径 (dp) 的比率可在-25%到+50%的范围内调整*	5μm (如规定)	5μm (允许)
流速	±50% (在既定ID条件下)	1.0mL/min (如规定)	1.0mL/min**

* 可选 (针对全多孔颗粒的粒径调整), 可以使用其它L/dp比率, 前提是理论塔板 (N) 数量在-25%到+50%的范围内。

** 在既定色谱柱内径条件下保持体积流速。

允许的色谱柱调整: L/dp比率-25%到+50%

色谱柱	长度 (mm)	ID (mm)	dp (μm)	L/dp	允许的范围
全多孔	250	4.6	5	50,000	37,500 - 75,000
核-壳	250	4.6	5	50,000	允许

方法小结和对比

色谱柱	方法1	方法2
色谱柱	全多孔5 μm C18	Kinetex 5 μm C18
羟氯喹平均Rt	9.8 min	6.2 min
羟氯喹平均Rs	3.42	6.16
标准溶液羟氯喹峰面积	391.6	412.8
标准溶液羟氯喹峰面积RSD (n=5)	2.26 %	0.28 %
背压 (Bar)	176	190

APPLICATION

Australia 澳大利亚
电话: +61 (0)2-9428-6444
auinfo@phenomenex.com

Austria 奥地利
电话: +43 (0)1-319-1301
anfrage@phenomenex.com

Belgium 比利时
电话: +32 (0)2 503 4015 (法语)
电话: +32 (0)2 511 8666 (荷兰语)
beinfo@phenomenex.com

Canada 加拿大
电话: +1 (800) 543-3681
info@phenomenex.com

China 中国
电话: +86 400-606-8099
cninfo@phenomenex.com

Czech Republic 捷克共和国
电话: +420 272 017 077
cz-info@phenomenex.com

Denmark 丹麦
电话: +45 4824 8048
nordicinfo@phenomenex.com

Slovakia 斯洛伐克
电话: +420 272 017 077
sk-info@phenomenex.com

Finland 芬兰
电话: +358 (0)9 4789 0063
nordicinfo@phenomenex.com

France 法国
电话: +33 (0)1 30 09 21 10
franceinfo@phenomenex.com

Germany 德国
电话: +49 (0)6021-58830-0
anfrage@phenomenex.com

India 印度
电话: +91 (0)40-3012 2400
indiainfo@phenomenex.com

Ireland 爱尔兰
电话: +353 (0)1 247 5405
eireinfo@phenomenex.com

Italy 意大利
电话: +39 051 6327511
italiainfo@phenomenex.com

Luxembourg 卢森堡
电话: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

Mexico 墨西哥
电话: 01-800-844-5226
tecnicomx@phenomenex.com

The Netherlands 荷兰
电话: +31 (0)30-2418700
nlinfo@phenomenex.com

New Zealand 新西兰
电话: +64 (0)9-4780951
nzinfo@phenomenex.com

Norway 挪威
电话: +47 810 02 005
nordicinfo@phenomenex.com

Portugal 葡萄牙
电话: +351 221 450 488
ptinfo@phenomenex.com

Singapore 新加坡
电话: +65 800-852-3944
sginfo@phenomenex.com

Spain 西班牙
电话: +34 91-413-8613
espinfo@phenomenex.com

Sweden 瑞典
电话: +46 (0)8 611 6950
nordicinfo@phenomenex.com

Switzerland 瑞士
电话: +41 61 692 20 20
swissinfo@phenomenex.com

United Kingdom 英国
电话: +44 (0)1625-501367
ukinfo@phenomenex.com

USA 美国
电话: +1 (310) 212-0555
info@phenomenex.com

所有其他国家/地区
请联系美国总部 
电话: +1 (310) 212-0555
传真: +1 (310) 328-7768
info@phenomenex.com



www.phenomenex.com.cn

Phenomenex的产品正在全球发售。如需接洽贵国经销商,
请联系 Phenomenex 美国总部: international@phenomenex.com

条款和条件

本档受 Phenomenex 标准条款与条件的约束,具体详情请浏览
www.phenomenex.com.cn/TermsAndConditions.

商标

Kinetex 是 Phenomenex 的注册商标。

免责声明

对比分离不能代表所有应用。所有数据对比信息均来源于各厂商的公开资料,在此目录中仅用于参
考,无意用作不同品牌之间的比较。

仅用于研究目的。不用于临床诊断流程。

© 2020 Phenomenex, Inc. 保留所有权利。