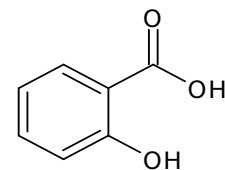


APPLICATION

在美国药典允许调整范围内使用 Kinetex® 5µm C18 对阿司匹林片中的游离水杨酸进行限量分析

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



专论: 乙酰水杨酸
pK_a: 3.5
LogP: 1.2

概述

本应用介绍了在 USP 条件下对阿司匹林 (乙酰水杨酸) 及其相关杂质进行可靠分离的方法。本应用根据 USP 通则第<621>章中规定的允许调整范围, 提供了相对于药典中的初始色谱柱和条件所可以实现的潜在方法改进。

USP 药典: 阿司匹林片, 游离水杨酸限量分析

标准储备溶液	0.015 mg/mL 的 USP 水杨酸标样溶于稀释液
标准溶液	0.015 mg/mL 的 USP 水杨酸标样和 0.5 mg/mL 的 USP 阿司匹林标样溶于稀释液
稀释液	乙腈和甲酸混合物 (99:1)

色谱柱

规格	方法1: 300 x 3.9 mm, 方法2: 150 x 4.6 mm
固定相	方法1: 品牌 A 10 µm C18, 方法2: Kinetex 5 µm C18
温度	30°C
流动相	2 g/L 庚烷磺酸钠溶于乙腈和水 (15:85)。使用冰醋酸调整至 pH 3.4。
等度	预混
流速	2.0 mL/min
检测器	UV@280 nm
进样量	10 µL 系统适用性溶液和标准溶液

系统适用性 - 系统适用性溶液和标准溶液

样品: 系统适用性溶液

- 分离度 (Rs): 系统适用性溶液的水杨酸和阿司匹林之间为 NLT 2.0
- 相对标准差: 标准溶液为 NMT 4.0% (5次重复进样)

* 保留时间仅供参考, 不是强制性的。水杨酸和阿司匹林的相对保留时间分别约为 0.7 和 1.0。



方法 1

原始方法:用于阿司匹林的系统适用性溶液

色谱柱:品牌 A 10 μm C18 全多孔

规格:300 x 3.9 mm

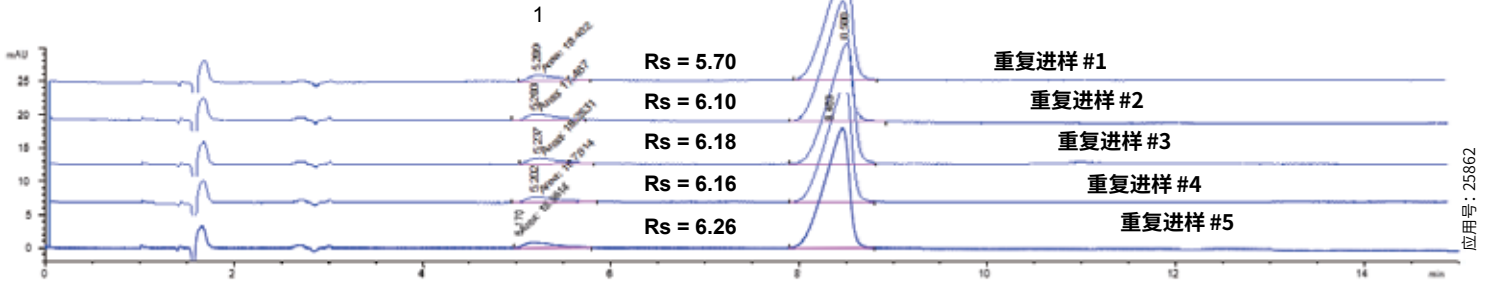
流速:2.0 mL/min

样品:1.水杨酸
2.阿司匹林

平均保留:6.08min

压力:276bar

Rs RSD:3.62%



应用号: 25862

方法 2

备选方法:用于阿司匹林的系统适用性溶液

色谱柱:Kinetex® 5 μm C18核-壳

规格:150 x 4.6 mm

货号:00G-4601-E0

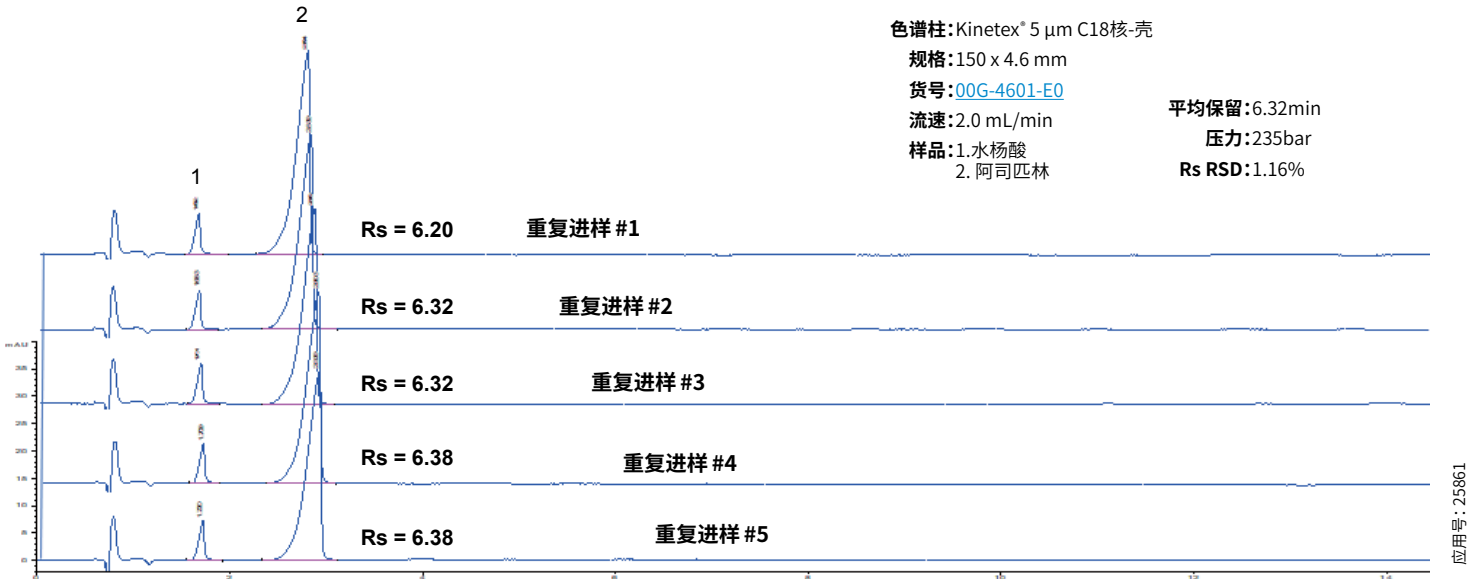
流速:2.0 mL/min

样品:1.水杨酸
2.阿司匹林

平均保留:6.32min

压力:235bar

Rs RSD:1.16%



应用号: 25861

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	不得出现偏差	280 nm (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	10 µL (如规定)	10 µL (允许)
色谱柱温度	±10°C	30°C (允许)	30°C (允许)
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*	300 mm (如规定)	150 mm (允许)
色谱柱内径	只要保持线性速度即可	4.0 mm (如规定)	4.6 mm (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*	10 µm (如规定)	5 µm (允许)
流速	±50% (在既定ID条件下)	2.0 mL/min (如规定)	2.0 mL/min**

* 可选(针对表面多孔颗粒的颗粒尺寸调整),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。

** 为了在 4.6 mm ID 色谱柱中保持同等的线性速度,流速应当调整至2.64mL/min;2.0mL/min的流速在±50%的允许范围内。

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
原始	300	4.0	10	30,000	22,500 – 45,000
备选	150	4.6	5	30,000	允许

方法小结和对比

色谱柱	方法1	方法2
色谱柱	品牌 A 10 µm C18	Kinetex® 5 µm C18
阿司匹林平均Rt (min)	8.5 min	5.5 min
水杨酸和阿司匹林平均Rs	6.08	10.05
系统适用性溶液Rs RSD (n=5)	3.24 %	0.89 %
背压(Bar)	276	235



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
eirinfo@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。

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。