

Application News

No. L520

高效液相色谱法

通过 Prominence-i 和 Nexera-i MT 进行的孟鲁司特钠分析

孟鲁司特钠作为支气管哮喘和过敏性鼻炎的治疗药物，被收载于第十七次修订日本药局方中。目前，日本药局方正在以实现与美国药典和欧洲药典的国际统一为目标，并且，孟鲁司特钠已经实现了与美国药典和欧洲药典之间的统一。日本药局方中收载的试验方法的内容遵循了上述事项，明确记载杂质的结构式和分析时的流速等，为今后的试验方法指明了方向。

本稿中使用“Prominence-i”和“Nexera-i MT”，对遵循了第十七次修订日本药局方的孟鲁司特钠进行了系统适用性试验。

K. Nakajima, Y. Osaka

通过“Prominence-i”进行的孟鲁司特钠的分析

基于日本药局方中记载的孟鲁司特钠（图 1）的定量法，进行了系统适用性的试验。

使用系统适用性试验用孟鲁司特标准品，制备了峰鉴别用溶液 A（1 mg/mL）。之后将峰鉴别用溶液 A 1 mL 转入透明容器中静置 20 分钟，由此制备了峰鉴别用溶液 B。峰鉴别用溶液 B 的分析条件如表 1 所示。通过“Prominence-i”进行分析时的色谱图如图 2 所示，实现了对日本药局方中记载的有关物质的鉴定。此外，系统适用性试验的结果如表 2 所示。

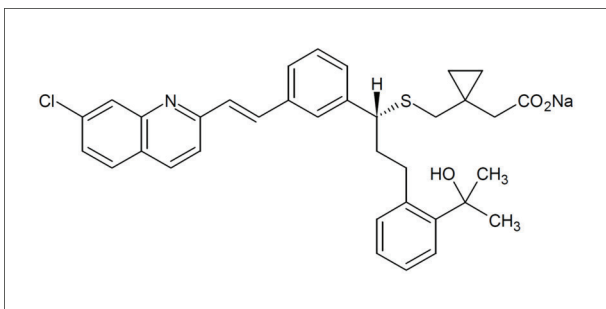


图 1 孟鲁司特钠的结构式

表 1 分析条件

Column	: Phenyl silyl silica gel column (50 mm L. × 4.6 mm I.D., 1.8 μm)
Flow rate	: 1.2 mL/min
Mobile phase	: A) Water/Trifluoroacetic acid = 2000/3 B) Acetonitrile/Trifluoroacetic acid = 2000/3
Time program	: B Conc. 40% (0 min) → 40% (3 min) → 51% (16 min)
Column temp.	: 30 °C
Detection	: UV 238 nm (Cell temp. 40 °C)
Injection vol.	: 10 μL

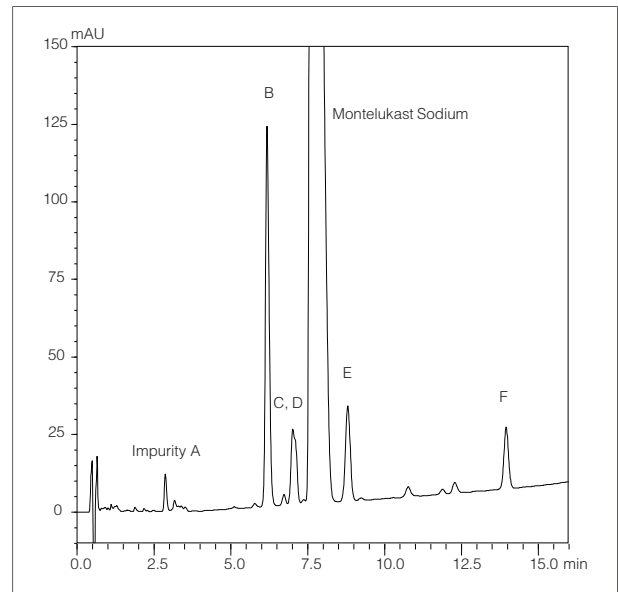


图 2 通过 Prominence-i 进行的系统适用性试验用孟鲁司特标准品的色谱图

表 2 系统适用性试验结果 (Prominence-i)

System Suitability Requirements		Results	Judgements
Resolution (Montelukast Sodium and impurity B)	≥ 2.5	3.8	PASS
Resolution (Montelukast Sodium and impurity E)	≥ 1.5	2.8	PASS
System Repeatability (% RSD Area)	≤ 0.73 %	0.27	PASS

■通过“Nexera-i MT”进行的孟鲁司特钠的分析

“Nexera-i MT”具有 HPLC 和 UHPLC 两种流路，是一台可通过 1 台仪器实现从 HPLC 转移至 UHPLC 的装置。在此，使用“Nexera-i MT”的 HPLC 流路对孟鲁司特钠进行了分析。此时的色谱图如图 3 所示，实现了日本药局方中记载的有关物质的鉴定。此外，系统适用性试验的结果如表 3 所示。

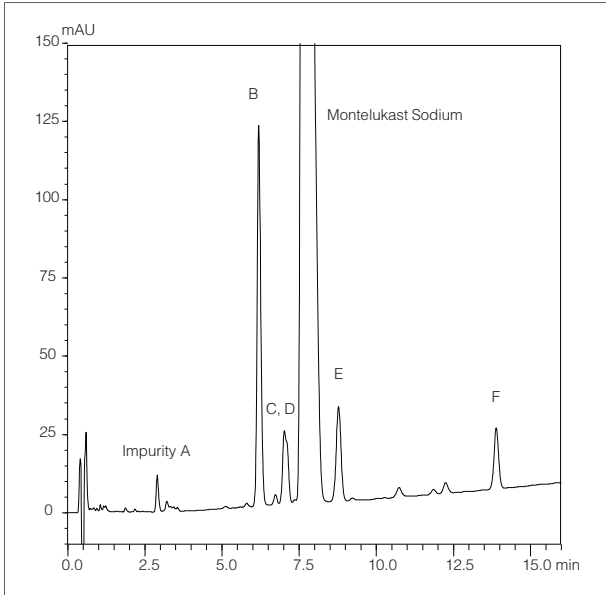


图 3 通过 Nexera-i MT 进行的系统适用性试验孟鲁司特钠标准的色谱图

表 3 系统适用性试验结果 (Nexera-i MT)

System Suitability Requirements		Results	Judgements
Resolution (Montelukast Sodium and impurity B)	≥ 2.5	3.8	PASS
Resolution (Montelukast Sodium and impurity E)	≥ 1.5	2.8	PASS
System Repeatability (% RSD Area)	$\leq 0.73 \%$	0.21	PASS

■通过 ACTO 功能进行的系统容量差的校正

“在此，我将对通过一体化液相色谱仪“i-Series”和工作站“LabSolutions”上标配的 ACTO (Analytical Condition Transfer and Optimization) 功能进行的 LC 系统的转移管理例进行介绍。

将现有 LC 系统上的分析方法转移到其他 LC 系统上时，根据系统容量和输液的性能差异等，保留时间可能不一致。

在此类情况下，通过 ACTO 功能之一的“梯度开始时间的调整”，能对指定系统容量的梯度的开始时机进行调节。

通过“Prominence-i”采集的色谱图如图 4 (a) 所示，通过“Nexera-i MT”的 HPLC 流路采集的色谱图如 (b) 所示。在“Nexera-i MT”分析中，梯度开始时间的调整功能有效，通过校正装置间的系统容量差，得到了与“Prominence-i”具有互换性的色谱图。(表 4)

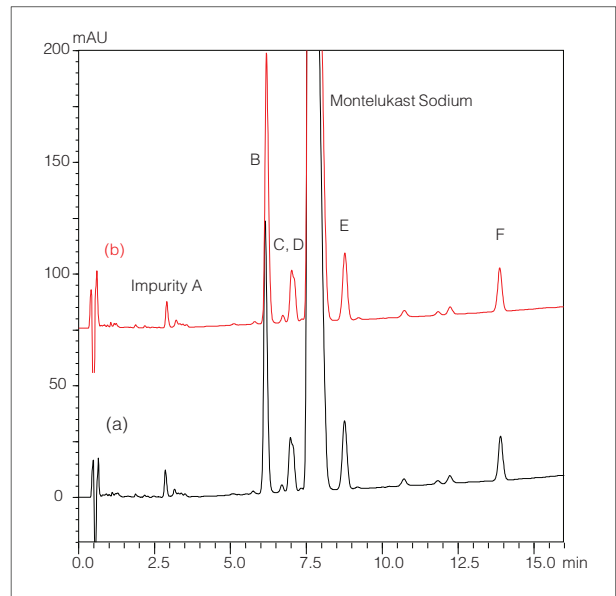


图 4 通过梯度开始时间的调整功能进行的方法转移 (a) Prominence-i (b) Nexera-i MT

表 4 “Prominence-i”和“Nexera-i MT”的保留时间差 (%)

Component	Before gradient adjustment	After gradient adjustment
impurity A	1.3	1.1
impurity B	2.7	0.3
impurity C, D	3.1	0.2
Montelukast Sodium	2.7	-0.1
impurity E	2.8	-0.1
impurity F	2.5	-0.3



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

*本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
*本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。
如有变动,恕不另行通知。

第一版发行日: 2017 年 4 月