

Application News

No. L539

高效液相色谱法

使用光电二极管阵列检测器 SPD-M40 的紫外截止滤光片提高定量性能

布洛芬是非类固醇性抗炎药物 (NSAIDs) 的一种, 广泛用于退烧和镇痛药, 但有报道称, 在储藏时的稳定性试验当中, 因温度、氧化和光照等会产生分解物。特别是 4- 异丁基苯乙酮, 加速试验之前面积百分比在 10 % 以下, 而经过 72 小时的光照射加速试验后, 增加至约 40 %¹⁾。

超高效液相色谱分析仪 Nexera™ 系列的光电二极管阵列检测器 SPD-M40 为更加准确地定量布洛芬等易出现光分解的化合物, 标配有去除紫外区域射线的紫外截止滤光片。这里将介绍利用 SPD-M40 的紫外截止滤光片功能在测定布洛芬时准确度提高的相关实例。

* 1 紫外线截止滤片并非对所有成分有效。

H. Terada, K. Matsumoto

关于紫外截止滤光片

光电二极管阵列检测器 (PDA) 向样品池照射含有紫外区域的白色光, 将入射光进行分光, 测定特定的波长吸光度。即能量较大的短波紫外线光也会照射。图 1 所示为未使用紫外截止滤光片时的流通池内示意图。具有布洛芬等光分解性的分析对象混合物经紫外线光照射, 会在检测时产生光分解物。

结果是被分析的目标化合物低于原本的含量, 同时检测出光吸收特性不同的分解物, 可能对定量结果产生影响。

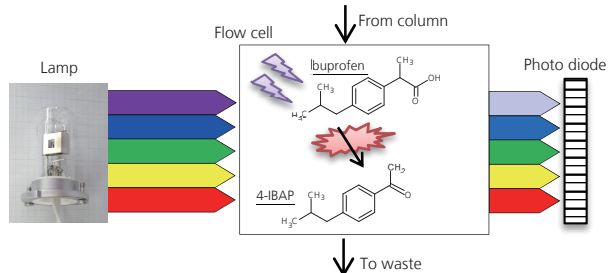


图 1 未使用紫外截止滤光片时的流通池

图 2 所示为使用紫外线截止滤片时的流通池内示意图。能量较大的短波长紫外线不会照射流通池, 因此可抑制检测时目标化合物的分解, 定量可不受分解物的影响。

SPD-M40 使用紫外截止滤光片使 240 nm 以下射线不会透过, 虽然射入流通池内的光量全波长有所减少, 但紫外区域的光射入量不会大幅降低。

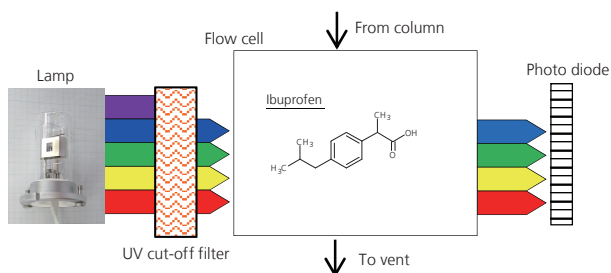


图 2 使用紫外线截止滤片时的流通池

是否使用紫外截止滤光片可在 LabSolutions™ 中设置 (图 3), 可按照分析方法设置是否使用, 因此可根据用途选择是否使用。

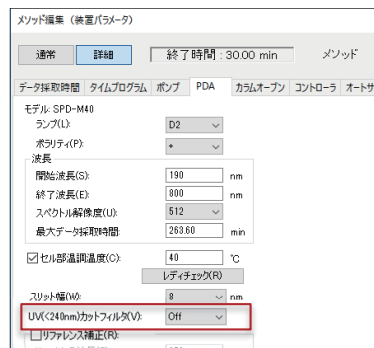


图 3 SPD-M40 的紫外截止滤光片功能设置界面

分析布洛芬标准样品时的紫外截止滤光片效果

在是否使用紫外截止滤光片的两种不同条件下分析相同的布洛芬标准溶液 (5~75 mg/L)。分析条件如表 1 所示。

表 1 分析条件

Column	: Shim-pack Velox™ C18 (3 mm×100 mm, 2.7 μm)
Mobile phase	: 0.1 % Formic acid aq./Acetonitrile =2/3 (v/v)
Flow rate	: 0.4 mL/min
Column temp.	: 40 °C
Injection vol.	: 10 μL
Detection	: SPD-M40 at 262 nm (190 - 400 nm)

未使用紫外截止滤光片所获得的标准样品色谱图和布洛芬的光谱图如图 4 所示，获得的校准曲线如图 5 所示，各校准点的误差率如表 2 所示。在低浓度区域内，受紫外光分解产物的影响，校准曲线的截距较高。结果导致低浓度区域的校准曲线误差率较大。

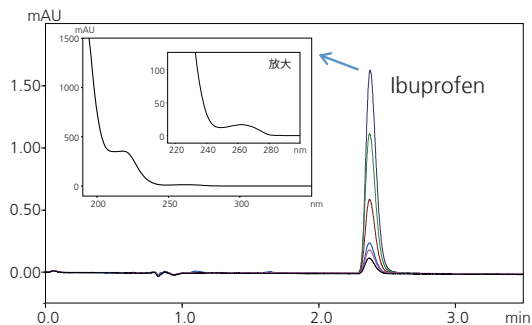


图 4 未使用紫外截止滤光片时的布洛芬标准样品 (5~75 mg/L) 色谱图和光谱 (75 mg/L)

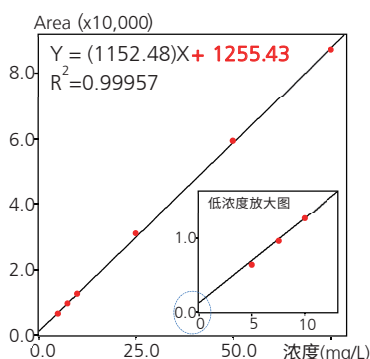


图 5 校准曲线 (未使用紫外截止滤光片)

针对未使用紫外线截止滤片时校准点最低浓度为 5 mg/L 的标准样品连续分析 6 次，通过上述校准曲线定量的结果如表 3 所示。定量值约小 10%，低浓度定量时会产生误差。

表 3 校准点最低浓度 (5 mg/L) 样品的定量值 (未使用紫外截止滤光片)

	保留时间	面积	浓度 (mg/L)
1	2.366	6,462	4.517
2	2.380	6,319	4.394
3	2.376	6,508	4.558
4	2.378	6,339	4.411
5	2.377	6,371	4.439
6	2.378	6,468	4.523
平均	2.376	6411	4.474
RSD(%)	0.21	1.22	1.51

使用紫外截止滤光片所获得的标准样品色谱图和布洛芬光谱图如图 6 所示，获得的校准曲线如图 7 所示，各校准点的误差率如表 4 所示。短波长紫外线未被流通池照射，不受紫外线分解物的影响，因此即使分析相同的样品，与未使用时相比，仍可获得良好的线性，校准曲线误差率也较小，低浓度实际样品也可准确定量。

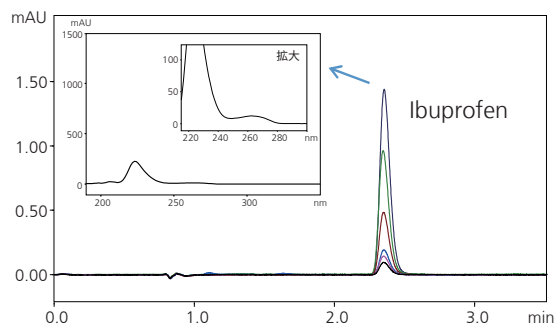


图 6 使用紫外截止滤光片时的布洛芬标准样品 (5~75 mg/L) 色谱图和光谱 (75 mg/L)

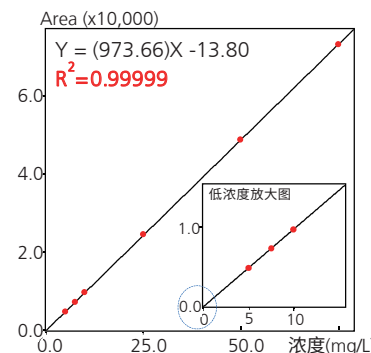


图 7 校准曲线 (使用紫外截止滤光片)

表 4 校准点误差率 (使用紫外截止滤光片)

浓度 (mg/L)	面积	误差 (%)
5	4,833	-0.44
7.5	7,290	0.02
10	9,657	-0.67
25	24,461	0.55
50	48,629	-0.08
75	73,003	-0.01

针对使用紫外截止滤光片时校准点最低浓度为 5 mg/L 的标准样品连续分析 6 次，通过上述校准曲线进行定量。

结果如表 5 所示。定量值准确，面积值重复性与未使用紫外截止滤光片时相比也有所改善。

紫外截止滤光片对于定量易在短波长紫外线下分解的成分十分有效。

表 5 校准点最低浓度 (5 mg/L) 样品的定量值 (使用紫外截止滤光片)

	保留时间	面积	浓度 (mg/L)
1	2.354	4,882	5.028
2	2.352	4,843	4.988
3	2.350	4,844	4.990
4	2.353	4,859	5.005
5	2.353	4,829	4.974
6	2.351	4,840	4.985
平均	2.351	4,849	4.995
RSD(%)	0.06	0.38	0.38

<参考文献>

1) S. Farmer et al., "Forced Degradation of Ibuprofen in Bulk Drug and Tablets and Determination of Specificity, Selectivity, and the Stability Indicating Nature of the USP Ibuprofen Assay Method" Pharmaceutical Technology North America, 26 (5), 28-42 (May 2002)

Nexera、LabSolutions 及 Shim-pack Velox 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



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: 2019 年 4 月