

Application News

No. L550

高效液相色谱法

使用 Nexera™ XR 依据美国药典对美洛昔康进行分析

美洛昔康具有可阻断前列腺素合成的活性的作用，用于关节炎等的消炎、镇痛。美国药典（USP）中将使用紫外可见光检测器的 HPLC 法定为美洛昔康的试验方法。

本文使用 exera XR 依据 USP 对美洛昔康进行分析，并使用 ACTO（分析条件转移与优化）功能对 Prominence™ 系列仪器进行了分析方法兼容性试验。

T. Yoshioka

系统适用性试验

美洛昔康含量测定的分析条件如表 1 所示，系统适用性试验的溶液配制方法如表 2 所示，系统适用性溶液（含量测定）色谱图见图 1。美洛昔康杂质 A¹⁾ 对美洛昔康的相对保留时间为 0.6，接近参考值 0.7。系统适用性试验（含量测定）结果如表 3 所示。结果表明，所有项目均满足系统适用性要求。

表 1 分析条件（含量测定）

Column	: Shim-pack™ GIST C18 (USP code : L1)
	: (150 mmL × 4.6 mmI.D., 5 μm)
Mode	: Isocratic
Mobile phase	: Methanol/solution A = 21/29
Flow rate	: 1 mL/min
Column temp.	: 45°C
Injection volume	: 10 μL
Detection	: PDA detector (360 nm)

表 2 溶液配制方法（含量测定）

Solution A:	Mixture of a 0.1% (w/v) solution of ammonium acetate adjusted with 10% ammonia solution to a pH of 9.1
Diluent:	Methanol and 1 N sodium hydroxide (250:1)
System suitability solution:	0.08 mg/mL each of meloxicam and meloxicam related compound A. Prepared by dissolving in 50% of the flask volume of diluent and diluting with water to volume.
Standard solution:	0.2 mg/mL of meloxicam. Prepared by dissolving in 50% of the flask volume of diluent and diluting with water to volume.

表 3 系统适用性试验结果（含量测定）

Test items	Criteria	Result	Judgement
Resolution between meloxicam related compound A and meloxicam	≥ 3.0	9.37	Passed
Tailing factor (meloxicam)	≤ 2.0	1.14	Passed
Relative standard deviation of peak area (n=6)	≤ 2.0%	0.046%	Passed

- 1) Isopropyl-4-hydroxyl-2-methyl-2H-1, 2-benzothiazine-3-carboxylate-1, 1-dioxide
- 2) 2-Amino-5-methyl-thiazole

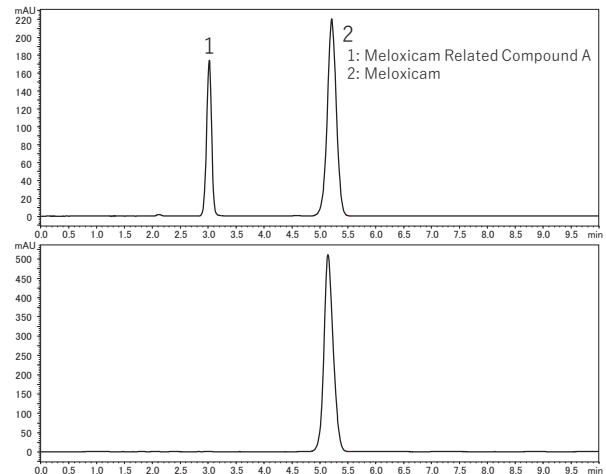


图 1 系统适用性（含量测定）色谱图
上段：系统适用性试验溶液 下段：标准溶液

美洛昔康有关物质的分析条件如表 4 所示，系统适用性试验的溶液配制方法如表 5 所示，系统适用性溶液（有关物质）色谱图见图 2。美洛昔康杂质 B²⁾ 与美洛昔康杂质 A 对美洛昔康的相对保留时间分别为 0.5、1.3，接近参考值 0.4、1.4。系统适用性试验（有关物质）结果如表 6 所示，结果表明，所有项目均满足系统适用性要求。

表 4 分析条件（有关物质）

Column	: Shim-pack GIST C18 (USP code : L1)
	: (150 mmL × 4.6 mmI.D., 5 μm)
Mode	: High pressure gradient
Mobile phase	: A) Solution A B) Methanol
Time program	: 40%B (0 min) => 40%B (2min) => 70%B (10min) => 70%B (15 min) => 40%B (15.01 min) => 40%B (18 min)
Flow rate	: 1 mL/min
Column temp.	: 45°C
Injection volume	: 5 μL
Detection	: PDA detector (350 nm, 260 nm)

表 5 溶液配制方法（有关物质）

Solution A:	0.1% (w/v) solution of monobasic potassium phosphate adjusted with 1 N sodium hydroxide to a pH of 6.0
Diluent:	Methanol and 1 N sodium hydroxide (50:3)
System suitability solution:	0.08 mg/mL each of meloxicam, meloxicam related compound A, and meloxicam B. Prepared by dissolving in 10% of the flask volume of diluent and diluting with methanol to volume.
Standard stock solution:	0.6 mg/mL of meloxicam. Prepared by dissolving in 25% of the flask volume of diluent and diluting with methanol to volume.
Standard solution:	0.012 mg/mL of meloxicam in methanol from standard stock solution.

表 6 系统适用性试验结果 (有关物质)

Test items	Criteria	Result	Judgement
Resolution between meloxicam and meloxicam related compound A at 350 nm (system suitability solution)	≥ 3.0	7.18	Passed
Resolution between meloxicam and meloxicam related compound B at 260 nm (system suitability solution)	≥ 3.0	17.6	Passed
Relative standard deviation of peak area (n=6) (Standard solution)	≤ 10%	0.30% (350 nm)	Passed

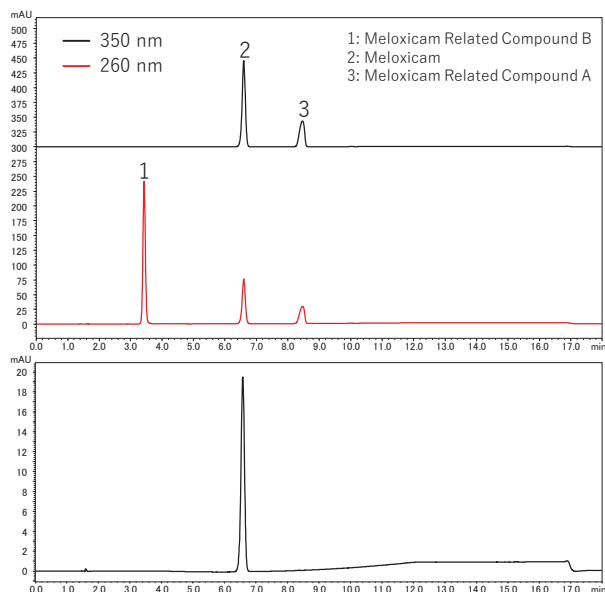


图 2 系统适用性 (有关物质) 色谱图

上段: 系统适用性试验溶液

下段: 标准溶液

■ 使用 ACTO 功能对 Prominence 系列的兼容性试验

在梯度分析中, 由于不同系列仪器间梯度延迟体积不同, 色谱图会出现差异。图 3 所示为使用 Nexera XR (混合器容量 180 μ L) 与 Prominence (混合器容量 0.5、1.6、2.7 mL) 进行系统适用性试验的色谱图 (260 nm) 对比。由于系统的不同, 目标物保留时间也会发生变化。使用 Labsolutions™ 的 ACTO (Analytical Condition Transfer and Optimization) 功能调节梯度开始时间点, 无需更换流路和混合器等部件就可以顺利地方法转换。图 4 所示为 Prominence 与使用 ACTO 功能的 Nexera XR 间兼容性试验结果。结果表明, 使用 ACTO 功能, 不同机型间兼容性良好。这里显示的浓度换算为酸奶原液的浓度。

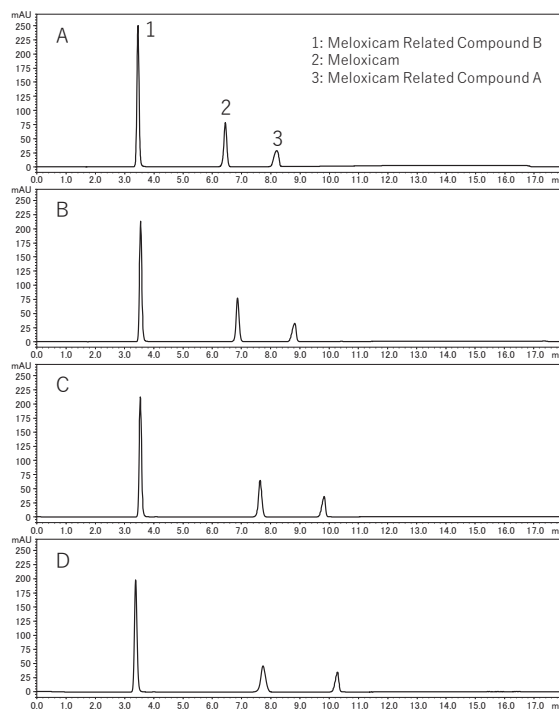


图 3 Nexera XR 与 Prominence 色谱图对比

A: Nexera XR (混合器容量 180 μ L)

B: Prominence (混合器容量 0.5 mL)

C: Prominence (混合器容量 1.7 mL)

D: Prominence (混合器容量 2.5 mL)

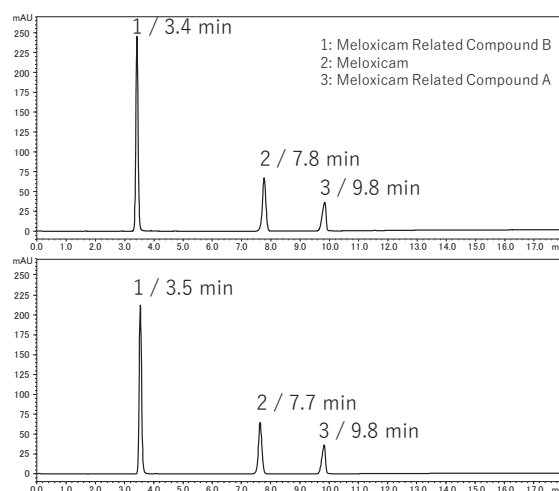


图 4 ACTO 功能对延迟体积的调节

上段: Nexera XR (梯度开始时间调节后)

下段: Prominence (混合器容量 1.7 mL)

■ 结论

本实验使用 Nexera XR 依据 USP 对美洛昔康进行了分析, 结果表明, 系统适用性试验结果符合要求。利用 ACTO 功能对梯度延迟体积较大的系统进行调节, 实现快速便捷的分析方法转换。

岛津应用云



< 参考文献 >

United States Pharmacopeia 40-NF 35, 2017

Nexera 和 Shim-pack 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。



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 9 月