

# 使用ACQUITY UPC<sup>2</sup>系统， 测定氨苯砒片(Dapsone) 的色谱含量

## 目的

使用沃特世 (Waters®) ACQUITY UPC<sup>2</sup>™ 系统将药典中氨苯砒含量的正相HPLC测定方法转换为超临界流体色谱(SFC)方法。

## 背景

目前，美国药典(USP)规定了含有氨苯砒(4,4'-二氨基二苯砒，CAS #80-08-0)药物片剂的正相HPLC分析方法。使用4.0 x 300 mm, 10 µm的硅胶柱(L3)进行等度分离，流动相为正己烷、异丙醇、乙腈和乙酸乙酯(7:1:1:1)的混合溶液。该方法的运行时间约为12.5min (最后一个主峰出峰时间的2倍，流速1.5mL/min)。如大多数药典中的方法一样，本方法经过验证且可靠。但是，该方法使用了正己烷和乙酸乙酯溶剂。出于健康、安全和环保的原因，许多实验室都想减少这些溶剂的使用。超临界流体色谱(SFC)是一种正相色谱分离技术，其使用CO<sub>2</sub>作为主流动相，以极性溶剂(如甲醇)作为改性剂。由于SFC的原理与HPLC的原理相似，因此，目前的方法应该能够转换成SFC方法，减少溶剂的消耗和处理，降低每次分析的成本，同时增强了健康、安全和环境方面的保护。转换成SFC的色谱方法必须保持数据质量，而且必须得到与目前正相色谱方法一致的实验结果。

对寻求更高效、更低成本的氨苯砒片分析方法的实验室而言，ACQUITY UPC<sup>2</sup>系统不愧为理想之选，该方法同时加强了健康、安全和环境方面的保护。

## 解决方案

使用目前美国药典(USP)方法，制备和分析氨苯砒标准品和片剂样品，如图1所示(该样品也用于SFC分析)。

使用目前USP方法的分析结果与使用ACQUITY UPC<sup>2</sup>方法得到的结果进行对比，如图2所示。

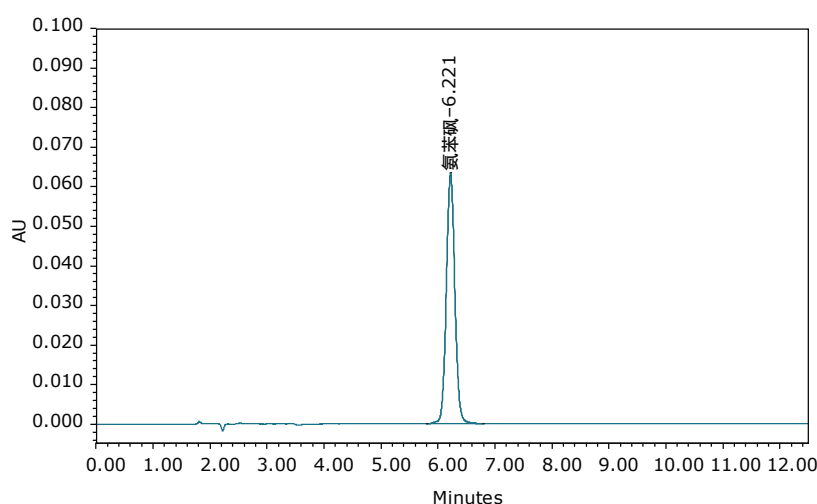


图1. 氨苯砒的正相HPLC色谱分析。

SFC方法的条件如下:

色谱柱: ACQUITY UPC<sup>2</sup> BEH,  
3.0 x 50 mm, 1.7 µm  
柱温: 45 °C  
流动相: 85% CO<sub>2</sub>:15% MeOH  
流速: 3.0 mL/min,  
背压: 130 bar/1885 psi  
检测器: UV/PDA, 254 nm

药典方法所列出的适应性条件是最低要求(相对标准偏差不得大于2%)。标准品6次重复进样, 目前正相HPLC方法得到的保留时间和峰面积的相对标准偏差(%)分别为<0.1%, <1.1%。超高效合相色谱方法UltraPerformance Convergence Chromatography™ (UPC<sup>2</sup>) 重复6次进样得到的实验结果符合USP药典系统适应性要求(保留时间RSD值0.8%, 峰面积RSD值0.9%), 且运行速度(1.75 min)大大加快。两种方法测定片剂样品的分析结果高度一致。本例中, 每次正相HPLC分析使用正己烷13.1mL, 异丙醇、乙腈和乙酸乙酯各1.9mL。相比之下, UPC<sup>2</sup>方法仅消耗约0.50mL甲醇。这说明了通过将正相色谱方法转换为UPC<sup>2</sup>方法可以大大地减少有机溶液的使用。根据目前的溶剂价格, 每次正相色谱HPLC分析成本大约为1.08美元; 相比之下, UPC<sup>2</sup>仅为0.01美元。

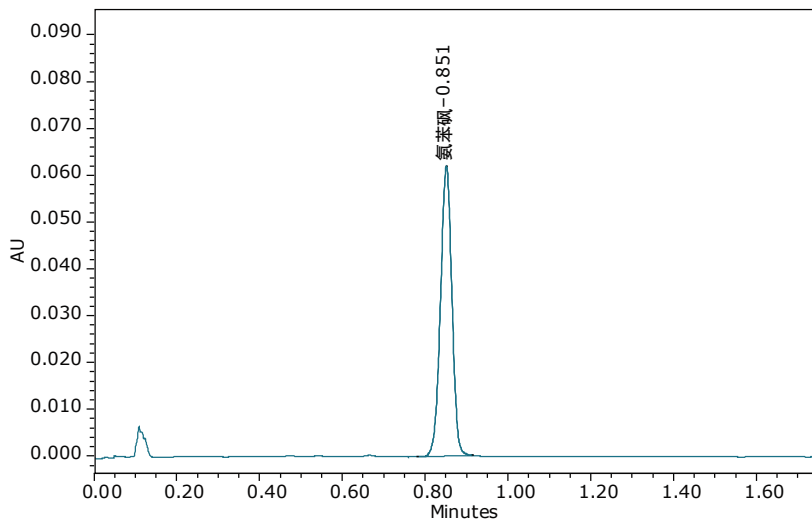


图2. 氨基磺ACQUITY UPC<sup>2</sup>分析。

## 总结

使用ACQUITY UPC<sup>2</sup>, 可以成功地将美国药典的HPLC方法转换为UPC<sup>2</sup>方法。这种新的UPC<sup>2</sup>方法得到的数据与目前的HPLC方法相当, 甚至更好; 速度是目前的HPLC方法的7倍, 并且消耗的溶剂更少。我们以更快的速度得到高品质的分析数据, 则实验室生产率提高, 每个样本的分析成本降低。ACQUITY UPC<sup>2</sup>系统是实验室将目前的正相HPLC方法转换为更高效、更省钱的UPC<sup>2</sup>的方法的一种理想的解决方案, 同时也增强了健康、安全和环境方面的保护。

# Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters 是沃特世公司的注册商标。ACQUITY UPC<sup>2</sup>, UPC<sup>2</sup>, UltraPerformance Convergence Chromatography, 和 The Science of What's Possible 是沃特世公司的商标。所有其他商标属于各自的所有者。

©2012 沃特世公司 中国印刷  
2012年3月 720004241ZH LL-PDF

沃特斯中国有限公司  
沃特世科技(上海)有限公司

北京: 010 - 5209 3866  
上海: 021 - 6156 2666  
广州: 020 - 2829 6555  
成都: 028 - 6554 5999  
香港: 852 - 2964 1800

免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676  
www.waters.com

