

使用超高效合相色谱系统测定雌二醇(Estradiol)色谱纯度

目的

采用沃特世ACQUITY UPC²™系统对雌二醇进行杂质分析，能获得和美国药典(USP)方法相当或者更好的结果。

背景

目前，美国药典(USP)检测雌二醇(estradiol)色谱纯度的方法使用4.6 x 250 mm的硅胶柱和含有2,2,4-三甲基戊烷、正丁基氯、甲醇45:4:1的流动相，流速2 mL/min。由于许多实验室都想限制脂肪烃和氯化物溶剂的使用，所以必须对替代性的色谱方法，如超临界流体色谱(SFC)进行评估。沃特世ACQUITY UPC²系统被用于开发测定雌二醇色谱纯度的方法。Ultra Performance Convergence Chromatography™(UPC²™)得到的结果直接和由目前的美国药典检测雌二醇杂质的方法对比。两种方法检测的结果相似，与美国药典使用的正相HPLC方法相比，UPC²方法检测雌二醇杂质的灵敏度更高。此外，使用UPC²时，样品的运行时间大大缩短，每次分析的总成本也显著降低(基于溶剂用量和废液处理成本计算)。

使用UPC²方法测定雌二醇的色谱纯度，其速度是目前正相HPLC方法的3倍，而单次分析的成本降低100多倍。

解决方案

使用现行美国药典方法制备和分析雌二醇，如图1所示。HPLC分析的结果同ACQUITY UPC²系统分析的结果(使用相同的样品制备方法)进行对比，如图2所示。

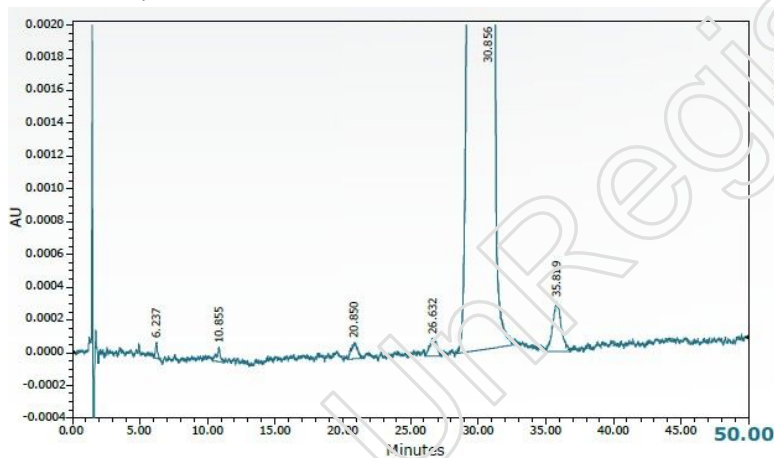


图1. 雌二醇和杂质的正相HPLC分离。

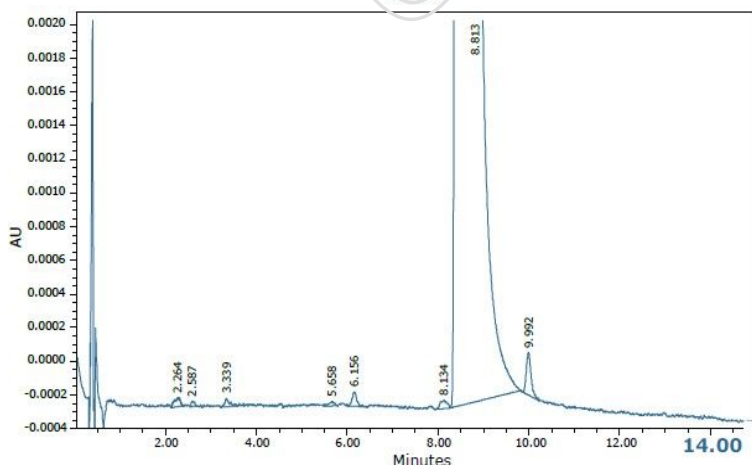


图2. 雌二醇和杂质的ACQUITY UPC²分离。

UPC²方法的条件如下：

色谱柱：ACQUITY UPC² BEH, 2.1 x 150 mm, 1.7 微米

沃特世科技(上海)有限公司

流动相：A=CO₂ B=1:1甲醇/异丙醇

上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋01室


北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层

广州：广州市荔湾区中山七路50号西门口广场1707-08室

免费售后服务热线：800(400) 820 2676


 www.waters.com


邮编：201203

 +86 21 6156 2666


 +86 21 6879 4588


邮编：100026

 +86 10 5209 3866

 +86 10 5293 2298

邮编：510170

 +86 20 2829 6555

 +86 20 2829 6556

背压：130 bar/1880 psi

柱温：45 °C

检测：UV /PDA , 280 nm

时间 (min)	流量 (mL/min)	%A	%B	曲线 类型
0.0	1.2	97	3	—
15.0	1.2	93	7	8
15.1	1.2	97	3	6
20.0	1.2	97	3	6

两种测试方法得到的结果对比见表1。正相HPLC方法和UPC²均检出至少5种含量小于0.1%(按面积计算)杂质。两种方法在0.01%范围内峰的信噪比约为3:1，UPC²结果得到的值稍高。UPC²方法测得的最大杂质(以面积计约0.05%)的信噪比为16:1，正相HPLC方法测得的为9:1。这些实验结果清晰地表明，ACQUITY UPC²系统可成功地用于分析雌二醇中的微量杂质。UPC²方法的运行时间明显短于正相HPLC方法所用的时间(20min对比60min)，从而提高了实验室的生产率。对每次运行的成本分析表明，正相HPLC的溶剂成本5.89美元，而使用UPC²，每次运行的成本仅为0.05美元。正相HPLC方法所产生需要处理的混合氯化物废液为108mL 2,2,4-三甲基戊烷、9.6mL正丁基氯和2.4mL甲醇。UPC²方法产生的需处理废液为甲醇和异丙醇各0.60mL。分离中使用的CO₂通过实验室排气管排出。使用UPC²方法，废液处理成本降低了150倍之多。2,2,4-三甲基戊烷、9.6mL正丁基氯和2.4mL甲醇。UPC²方法产生的需处理废液为甲醇和异丙醇各0.60mL。分离中使用的CO₂通过实验室排气管排出。使用UPC²方法，废液处理成本降低了150倍之多。

化合物	UPC ² 保留时间	%面积	信噪比	正相 HPLC 保留时间	%面积	信噪比
未知杂质	2.26	0.012	3.4	6.24	0.006	2.9
未知杂质	2.59	0.004	1.9	Not Found		
未知杂质	3.34	0.010	3.1	10.86	0.010	2.7
未知杂质	5.66	0.006	1.7	Not Found		
未知杂质	6.15	0.016	5.5	20.85	0.018	3.0
未知杂质	8.13	0.013	3.1	26.63	0.021	3.2
雌二醇	8.81	99.890	—	30.86	99.87	—
主要杂质	9.99	0.046	16.0	36.81	0.077	9.2

表1. 使用UPC²和正相HPLC检测雌二醇杂质的对比。

关于沃特世公司 (www.waters.com)

50多年来，沃特世公司(NYSE:WAT)通过提供实用和可持续的创新，使医疗服务、环境管理、食品安全和全球水质监测领域有了显著进步，从而为实验室相关机构创造了业务优势。

作为一系列分离科学、实验室信息管理、质谱分析和热分析技术的开创者，沃特世技术的重大突破和实验室解决方案为客户的成功创造了持久的平台。

沃特世科技(上海)有限公司


上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋01室

北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层

免费售后服务热线：800(400) 820 2676


 www.waters.com


邮编：201203

 +86 21 6156 2666

 +86 21 6879 4588

邮编：100026

 +86 10 5209 3866

 +86 10 5293 2298



2011 年沃特世公司拥有 18.5 亿美元的收入，它将继续带领全世界的客户探索科学并取得卓越成就。

###

联系方式：

叶晓晨

沃特世科技（上海）有限公司 市场服务部

xiao_chen_ye@waters.com

周瑞琳(GraceChow)

泰信策略(PMC)

020-83569288

13602845427

grace.chow@pmc.com.cn




UnRegistered

沃特世科技（上海）有限公司

上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋01室
北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层

免费售后服务热线：800(400) 820 2676

 www.waters.com

邮编：201203	 +86 21 6156 2666	 +86 21 6879 4588
邮编：100026	 +86 10 5209 3866	 +86 10 5293 2298