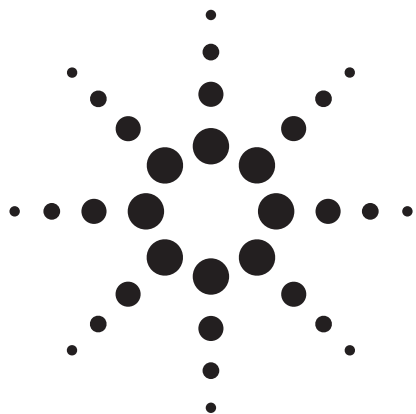
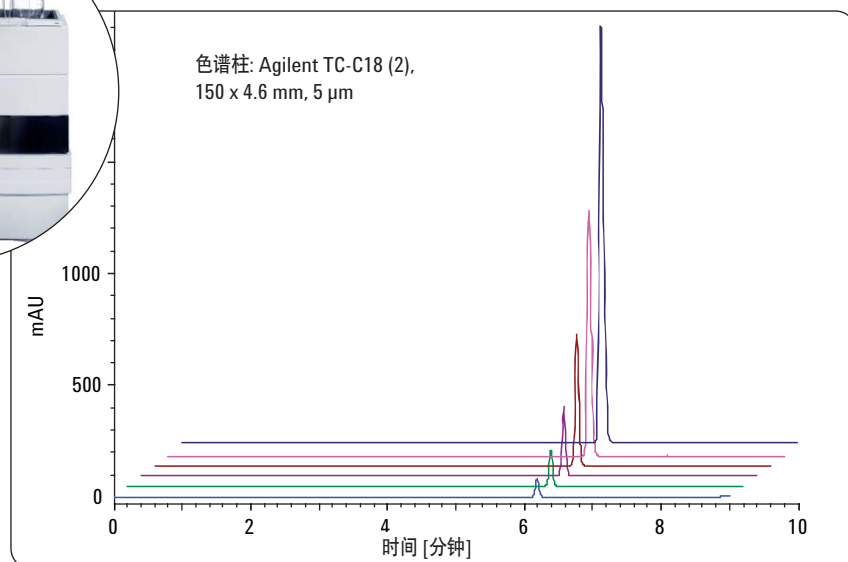
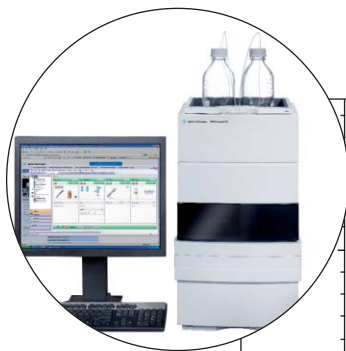




用Agilent 1120一体式液相色谱仪和 Agilent TC-C18(2)色谱柱进行阿立哌唑质 量控制的检测器线性测试

应用报告

Siji Joseph,
Patric Hörth



摘要

安捷伦仪器

- Agilent 1120 一体式液相色谱仪
- Agilent TC C18(2) 色谱柱

应用领域

- 制药行业: QA/QC

Agilent 1120一体式液相色谱仪是常规分析型液相色谱选择的系统。它是一款简单易用、高性能、高可靠性的一体式液相色谱仪。由于保留时间和峰面积的精密度极高,并具有良好的检测器线性,非常适用于药物分析。本应用报告表明:

- 良好的峰面积精密度,所有6个浓度水平的RSD < 0.25 %。
- 良好的线性,相关系数 > 0.9999。
- 本研究的线性范围为约150 ng至5000 ng。



Agilent Technologies

前言

建立HPLC分析方法时，检测器发挥着非常重要的作用，因为它决定了浓度限度，方法是否满意将正取决于此。

本应用报告的目的是以阿立哌唑（图2）作为测试化合物，评估Agilent 1120一体式液相色谱系统的检测器线性和峰面积与保留时间精密度。

实验

仪器

Agilent 1120一体式液相色谱系统包括以下组件：

- 低压混合梯度泵
- 含样品盘的自动进样器
- 柱温箱，最长可容纳250 mm的色谱柱
- 可变波长检测器（VWD）

所有分离采用Agilent TC（普通碳载量）C18柱，150 x 4.6 mm，5 μm 粒度。

仪器由安捷伦 EZChrom Elite Compact Compliance软件控制

色谱参数

色谱条件如下：

- 样品：阿立哌唑
- 色谱柱：Agilent TC-C18 (2)，150 x 4.6 mm，5 μm
- 流动相：
A = 水 + 0.2 % TFA
B = 乙腈 + 0.16 % TFA
- 流速：1.0 mL/min



图1
Agilent 1120 一体式液相色谱仪

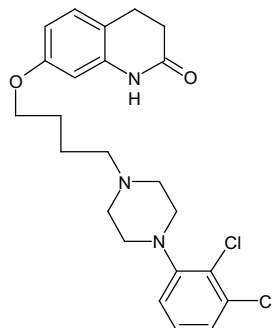


图2
阿立哌唑的结构

序号 #	重量或体积	稀释到	预期浓度	溶液名称
1	20.00 mg 阿立哌唑	10 mL	2.000 mg/mL 或 2,000 ng/μL	A (贮备液)
2	500 μL A	1 mL	1.000 mg/mL 或 1,000 ng/μL	B, 浓度-6
3	500 μL B	1 mL	0.500 mg/mL 或 500 ng/μL	C, 浓度-5
4	250 μL B	1 mL	0.250 mg/mL 或 250 ng/μL	D, 浓度-4
5	125 μL B	1 mL	0.125 mg/mL 或 125 ng/μL	E, 浓度-3
6	62.5 μL B	1 mL	0.0625 mg/mL 或 62.5 ng/μL	F, 浓度-2
7	31.25 μL B	1 mL	0.03125 mg/mL 或 31.25 ng/μL	G, 浓度-1

注：制备贮备液，先将阿立哌唑溶于甲醇（总体积的 20 %），然后加稀释液至刻度

表1
样品配制

- 梯度：0 分钟 30 %B，7 分钟 70 %B，并保持该比例 2 分钟以上
- 进样体积：5 μL
- 带清洗瓶（用乙腈）的自动进样器编程，清洗针头外部
- 分析时间：9 分钟
- 运行后时间：5 分钟
- 柱温：40 °C
- VWD: 254 nm, 峰宽(PW) > 0.05 分钟
- 稀释液/空白：60:40 乙腈：水

样品制备

线性测试的样品配置方法见表1。

序列表

表2显示了用安捷伦 EZChrom Elite Compact Compliance软件建立的序列表。

行	位置	样品名	进样次数	进样体积 (μL)
1	1号瓶	空白	2	5
2	2号瓶	线性浓度-1	6	5
3	3号瓶	空白	2	5
4	4号瓶	线性浓度-2	6	5
5	5号瓶	空白	2	5
6	6号瓶	线性浓度-3	6	5
7	7号瓶	空白	2	5
8	8号瓶	线性浓度-4	6	5
9	9号瓶	空白	2	5
10	10号瓶	线性浓度-5	6	5
11	11号瓶	空白	2	5
12	12号瓶	线性浓度-6	6	5

表2
序列表

结果与讨论

图3显示了阿立哌唑的色谱图。流动相含三氟乙酸，用于增加保留和改善峰形。

图4是所有6个线性浓度的重叠色谱图。线性结果见表3，线性曲线见图5。测得的线性相关系数为 $r^2 > 0.9999$ 。

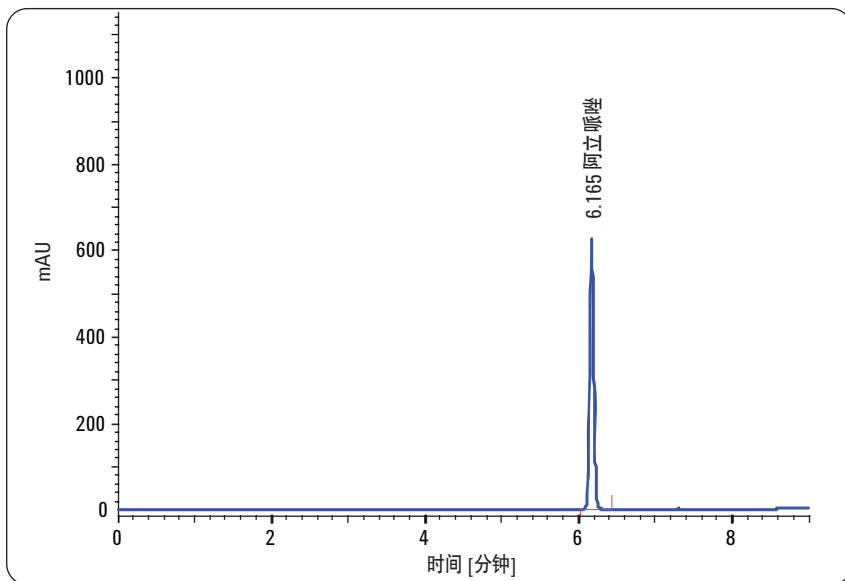


图3
阿立哌唑的色谱图

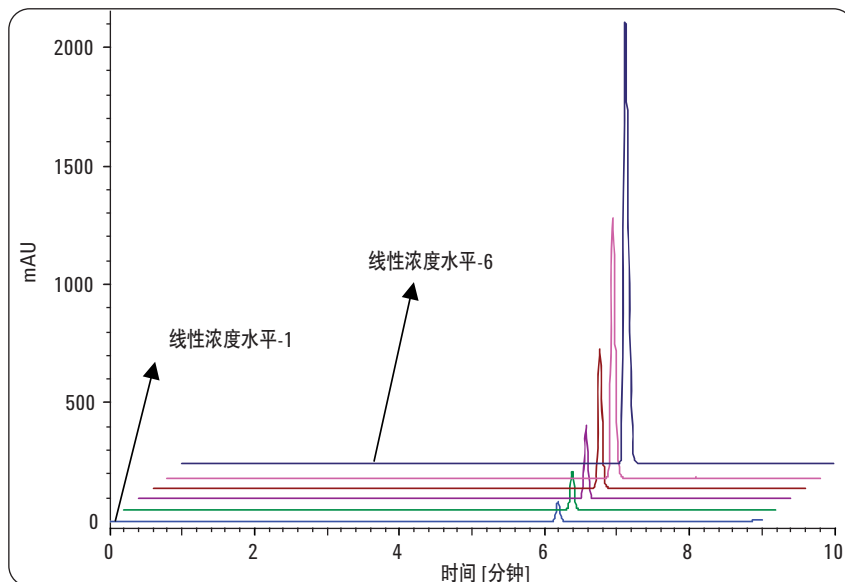


图4
6个浓度水平的重叠色谱图（时间和吸光度偏移）

结论

Agilent 1120 一体式液相色谱仪的可变波长检测器在很宽的浓度范围内具有良好线性。该仪器能以高保留时间和峰面积精密度分析阿立哌唑。在本研究中，保留时间精密度 < 0.07 %RSD，基线分离峰的面积精密度 < 0.25 % RSD。

Agilent 1120 一体式液相色谱系统非常适合此类应用，可提供所需的数据质量，具有可靠的耐用性。本应用报告还表明 Agilent 1120 一体式液相色谱系统符合制药 QA/QC 实验室要求的检测器线性。

结果	浓度-1	浓度-2	浓度-3	浓度-4	浓度-5	浓度-6
面积 RSD	0.163 %	0.139 %	0.141 %	0.145 %	0.230 %	0.244 %
保留时间 RSD	0.041 %	0.067 %	0.020 %	0.015 %	0.011 %	0.007 %

表3
线性结果

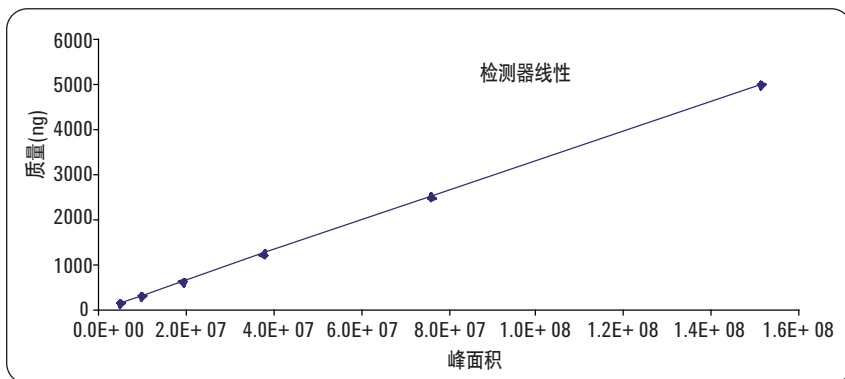


图5
阿立哌唑线性曲线，进样浓度从 ~ 150 到 5000 ng

Siji Joseph 是印度班加罗尔安捷伦生命科学中心的应用科学家。

Patric Hörth 是德国

Waldbronn 安捷伦科技公司的研究与开发化学家。

www.agilent.com/chem/1120:cn

© 安捷伦科技，2008

2008年4月1日印刷
出版号 5989-8331CHCN



Agilent Technologies