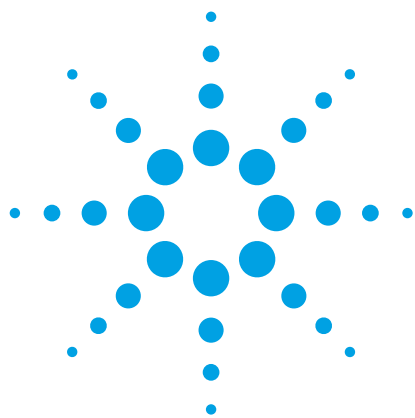




采用安捷伦 Poroshell 120 EC-CN 色谱柱对苯海拉明和伪麻黄碱进行 USP 方法分析

应用简报

药物

作者

Anne Mack
安捷伦科技公司

摘要

按照美国药典 (USP) 上的方法对苯海拉明和伪麻黄碱进行分析。我们在分析方法上做了改进，用表面多孔颗粒填料的安捷伦 Poroshell 120 色谱柱替代了 USP 建议的 5 μm 色谱柱。方法的调整符合 USP 第 621 章的规定，通过使用 Poroshell 120 色谱柱，可以节约分析时间和溶剂。该改良的色谱柱满足色谱系统的所有要求。

前言

采用表面多孔颗粒填料色谱柱的液相色谱方法代替较大的 5 μm 全多孔颗粒填料的色谱柱具有很大优势。表面多孔颗粒填料色谱柱的分离效率很高，与亚 2 μm 全多孔颗粒填料色谱柱的分离效率相当。这主要归因于其较短的传质距离和更窄的粒径分布。此外，较大粒径填料的色谱柱具有更低的反压，这使得色谱柱能够方便应用于任何 LC 系统的方法中。将填料的粒径改小后，能够大大节约分析时间和成本，因为表面多孔颗粒填料可使柱的最佳流速更快，并在更短的柱长内获得相似的分离度 [1,2]。

本应用简报描述了采用 USP 中苯海拉明和伪麻黄碱胶囊的分析方法，用较短的 2.7 μm 的表面多孔颗粒填料的安捷伦 Poroshell 120 色谱柱代替 USP 建议的 5 μm 色谱柱，对苯海拉明和伪麻黄碱进行分析。将该分析方法与 USP 色谱系统要求相比较，以确保色谱柱能够适用于色谱系统。对比结果表明，所有调整后的分析方法均符合 USP 第 621 章的规定。

材料与方法

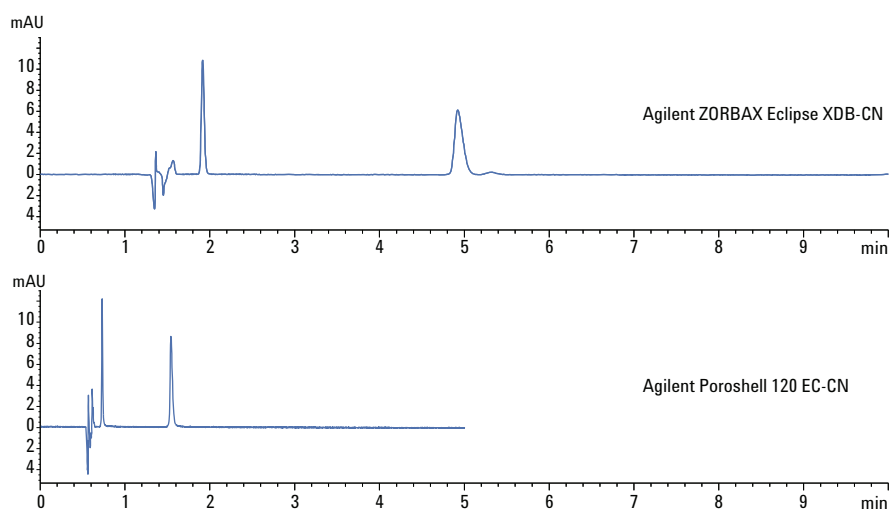
采用安捷伦超低扩散工具包（部件号 5067-5189）和安捷伦 LC 系统设备架（部件号 5001-3726）中 0.075 mm 内径短毛细管柱对该设备的设置进行优化，最大程度减小柱外体积 [3]。

苯海拉明、伪麻黄碱、1-庚烷磺酸盐、冰醋酸和三乙胺购自 Sigma-Aldrich 公司；乙腈和甲醇购自霍尼韦尔国际公司；实验用水由 18 Mohm.cm Milli-Q 制得。

结果与讨论

图 1 显示了采用 USP 中苯海拉明和伪麻黄碱胶囊分析方法进行分析的色谱图。上方的色谱图是使用 USP 中规定的 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$ 的 L10 分析柱（在本实验中即 ZORBAX Eclipse XDB-CN 色谱柱）进行分析的结果。两种化合物大约在 5.5 min 内得到分离。

用 3.0×100 mm, $2.7 \mu\text{m}$ 安捷伦 Poroshell 120 EC-CN 色谱柱代替 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$ 色谱柱，可符合 USP 第 621 章的要求，所得结果为图 1 中下方的色谱图，两种化合物在 1.5 min 左右实现理想分离。



洗脱顺序

1. 伪麻黄碱 (50 $\mu\text{g/mL}$)
2. 苯海拉明 (50 $\mu\text{g/mL}$)

色谱条件

色谱柱: Agilent Poroshell 120 EC-CN, 3.0×100 mm, $2.7 \mu\text{m}$ (部件号 695975-305)
Agilent ZORBAX Eclipse XDB-CN, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$ (部件号 990967-905)

样品: 苯海拉明、伪麻黄碱

流动相: A = 10 mM $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NaO}_3\text{S}$, 13 mM $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$, pH 3.3
B = 乙腈:甲醇 (26:10)

进样体积: 20 μL (4.6×250 mm 色谱柱), 3.5 μL (3.0×100 mm 色谱柱)

流速: 2 mL/min (4.6×250 mm 色谱柱), 0.85 mL/min (3.0×100 mm 色谱柱)

等度条件: 36% B

柱温: 25 $^\circ\text{C}$

检测波长: 254 nm

仪器: Agilent 1290 Infinity LC

图 1. 采用 Agilent ZORBAX Eclipse XDB-CN 和 Agilent Poroshell 120 EC-CN 色谱柱按照 USP 中苯海拉明和伪麻黄碱的分析方法进行分析所得结果

表 1. USP 色谱系统要求与苯海拉明和伪麻黄碱胶囊的分析测量结果（P 表示伪麻黄碱的测定值，D 表示苯海拉明的测定值）。

USP 色谱系统要求	5 μm (2 mL/min)	2.7 μm (0.85 mL/min)
苯海拉明和伪麻黄碱色谱峰之间的分离度不低于 3.0	Rs (P,D): 24.3	Rs (P,D): 21.2
各个分析物色谱峰的拖尾因子不超过 2.0	P: 1.2 D: 1.4	P: 1.3 D: 1.5
重复进样的相对标准偏差不得超过 2.0%	P: 0.10% D: 0.82%	P: 0.10% D: 1.9%
伪麻黄碱的相对保留时间大约为 1.0，苯海拉明的相对保留时间大约为 3.0	P: 1.0 D: 2.6	P: 1.0 D: 2.1

表 1 列出了 USP 对色谱系统的要求和图 1 中两个色谱的分析结果。结果表明，5 μm 色谱柱与 2.7 μm Poroshell 120 色谱柱均适用于该分析。此外，与原方法相比，使用 Poroshell 120 色谱柱可显著减少分析时间和溶剂，不仅可提高工作效率，而且能够持续节省分析成本。

结论

表面多孔填料的安捷伦 Poroshell 120 色谱柱能成功地代替传统的 5 μm 色谱柱来进行苯海拉明和伪麻黄碱胶囊的 USP 方法分析。与较大尺寸的 5 μm 色谱柱相比，较小尺寸的 Poroshell 120 色谱柱能在满足 USP 色谱系统要求的同时，提高工作效率、节省分析时间和成本。

参考文献

1. A. Gratzfeld-Hüsken, E. Naegel. "Maximizing efficiency using Agilent Poroshell 120 columns"（使用安捷伦 Poroshell 120 色谱柱最大限度提高效率），应用简报，安捷伦科技有限公司，出版号 5990-5602EN (2010)。
2. V. R. Meyer. *Practical High Performance Liquid Chromatography*（高效液相色谱法应用），第四版，34 页，Wiley (2004)。
3. A. Mack. "Optimizing Performance of an Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 Column by Enhancing an Agilent 1290 Infinity LC System for Ultra-Low Dispersion"（通过使用超低扩散工具包增强 Agilent 1290 Infinity 液相色谱系统性能来优化安捷伦 ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱性能），应用简报，安捷伦科技有限公司，出版号 5990-9502EN (2011)。

更多信息

文中数据仅代表典型分析结果。如需了解关于我们产品的服务的更多信息，请访问我们的网站 www.agilent.com/chem/cn。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013
中国印刷
2013 年 1 月 7 日
5991-1687CHCN



Agilent Technologies