

根据 USP 和 EP 专论测定葡聚糖的 分子量

作者

Wolfgang Radke*,
Daniela Held*, Huub Bock* 和
Peter Kilz

* 安捷伦科技有限公司

摘要

本应用简报介绍了根据 USP/EP 专论使用 GPC/SEC 对葡聚糖 40/60/70 进行分析。Agilent WinGPC 中特定的电子工作流程允许按照美国药典 (USP) 和欧洲药典 (EP) 所述的方法进行校准并测定葡聚糖 40、60 和 70 的摩尔质量。

前言

葡聚糖是由葡萄糖单元组成的水溶性支链化多糖。葡聚糖常用作血浆体积扩充剂或血流改善剂。葡聚糖摩尔质量是确保相关治疗获得成功的关键。如果摩尔质量太高，可能存在干扰正常凝血过程的风险。摩尔质量太低的葡聚糖则达不到治疗效果。在制药葡聚糖应用中，只能使用具有特定摩尔质量和分散性的葡聚糖^[1]。

USP 和 EP 推荐使用基于特定葡聚糖校准的水相体积排阻色谱 (SEC) 法测定摩尔质量信息。

使用分子量已知的五种葡聚糖标准品 (4000–250000 g/mol)、葡萄糖 (180 g/mol, 总色谱柱体积 Vt) 和 V0 值 (色谱柱死体积) 构建 GPC/SEC 校准曲线。此外，还需要特殊的拟合函数来描述摩尔质量与洗脱体积之间的关系。

葡聚糖样品的具体结果包括全葡聚糖以及 10% 和 90% 洗脱质量的重均摩尔质量 (Mw)。USP 还要求测定数均摩尔质量 (Mn) 和分散度 (Đ)。

实验部分

表 1. 仪器条件

	条件
泵	等度泵
进样系统	自动进样器 上样: 如 EP/USP 中所述
色谱柱	如 EP/USP 中所述
检测器	示差折光 (RI) 检测器
软件	Agilent WinGPC

结果与讨论

校准

按照相应标准中推荐的方法准备葡聚糖校准标准物质并记录数据。使用交互式积分或 WinGPC 快速分析工具为每个校准品设置基线限值和积分限值。将五种校准标样、葡萄糖样品和测定 V0 (死体积标记物) 的峰的曲线添加到 WinGPC 叠加图中。

通过文件路径 Options > Dextran Monograph > Calibration (选项 > 葡聚糖专论 > 校准) 打开 Dextran Monograph Calibration (葡聚糖专论校准) 对话框，开始迭代非线性回归。由于各专论的要求略有不同，用户可以在 EP 和 USP 方法之间进行选择 (图 1)。

WinGPC 报告数据能否按要求成功拟合。如果校准成功，保存 WinGPC 校准文件，并打印报告。

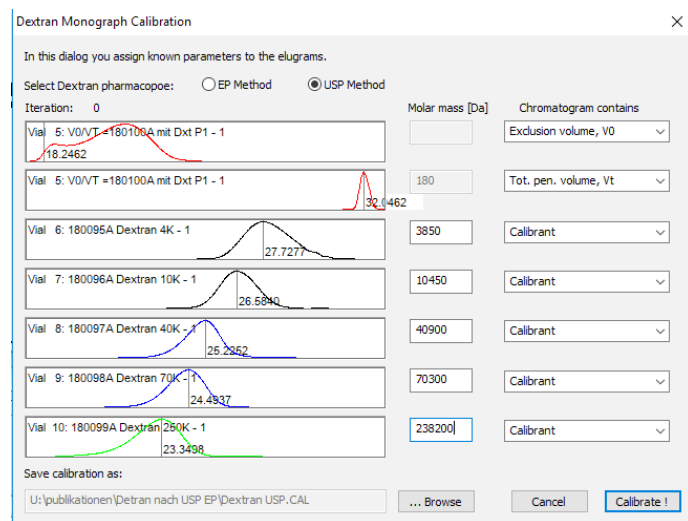


图 1. Agilent WinGPC 葡聚糖专论校准窗口

验证样品和未知物分析

使用校准曲线和菜单项 Options > Dextran Monograph > Evaluate (选项 > 葡聚糖专论 > 评估) 可以评估验证样品 (系统适用性和性能) 和未知葡聚糖的记录数据。

WinGPC 将自动确定三个不同的区域, 即全葡聚糖、10% 洗脱质量和 90% 洗脱质量。

结果

测定三个区域的摩尔质量结果, 并且可以打印预配置的 WinGPC 葡聚糖报告。结果报告可以直接打印、预览, 或者以 PDF、Excel 文件等形式打开。自动将结果与可接受限值进行比较, 并为每个结果分配失败或通过状态。

结论

GPC/SEC 是不同药典 (例如 USP、欧洲药典以及英国、中国和日本专论) 中用于葡聚糖药物测试中分子量和分子量分布 (MWDs) 测定的标准技术。安捷伦 GPC/SEC 系统可用于开展这些实验。

Agilent WinGPC 软件拥有特定的电子工作流程, 包括数据采集、特定葡聚糖校准、数据分析和合规报告。为法规监管实验室提供 FDA 21CFR11 支持, 包括审计追踪和电子签名。

参考文献

1. Isbister, J. P.; Fisher, M. Adverse Effects of Plasma Volume Expanders. *Anaesth. Intens. Care*, **1980**, 8, 145

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

仅供科研使用。不用于临床诊断用途。

RA44964.6081481481

本文中的信息、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, 2020, 2023
2023 年 3 月 2 日, 中国出版
5994-5763ZH-CN