

凡德他尼(vandetanib)抗肺癌药高效液相色谱分析

委托人:

研究负责人:

研究目的: 找出凡德他尼高效液相色谱 (HPLC) 特征吸收峰, 为定性、定量分析凡德他尼提供实验依据。

研究方案:

一、凡德他尼紫外分光光度计全波长扫描

1、目的: 找出凡德他尼特征吸收波长, 为 HPLC 分析做前期准备

2、方法:

2.1 凡德他尼配制: 20mg+2000ul 甲醇溶解, 3000r/min 离心 5min, 取 50ul, 加甲醇 1950ul, 紫外扫描。

2.2 结果: 在 250nm、330nm 处有吸收, 其中 250nm 为其特征吸收波长, 见图 1-1, 1-2。

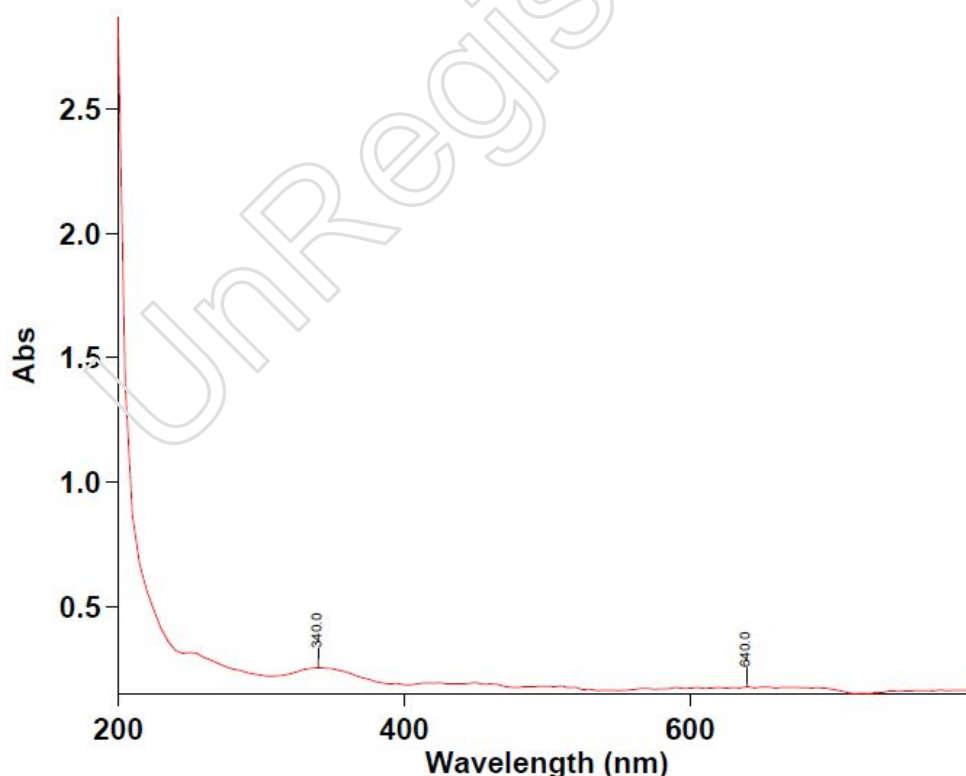


图 1-1 甲醇 (阴性实验性对照)

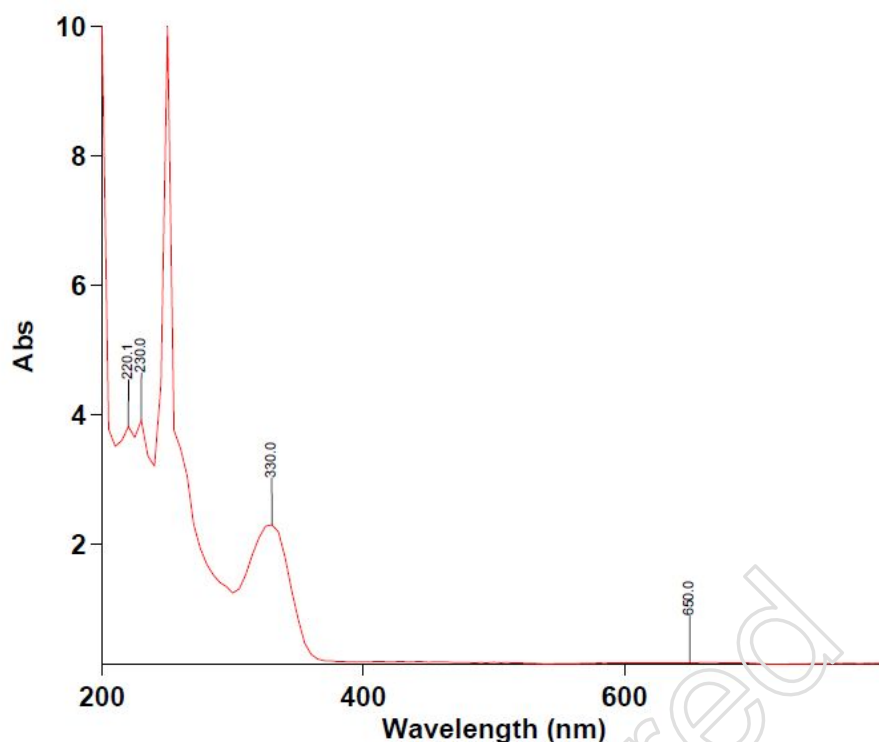


图 1-2 凡德他尼 UV 吸收峰（250nm 处有最大吸收峰）

二、HPLC 分析

1、目的：分析凡德他尼 HPLC 特异色谱，为凡德他尼定性、定量分析提供参考。

2、方法：

2.1 凡德他尼配制：10.7mg+4ml 甲醇溶解→3000r/min 离心 10min→取上清液 0.1ml+0.9ml 甲醇稀释（0.2675mg/ml）→稀释成 4 个浓度：0.6ml+0.4 甲醇（0.1605mg/ml）、0.4ml+0.6 甲醇（0.17mg/ml）、0.2ml+0.8 甲醇（0.0535mg/ml）、0.1ml+0.9 甲醇（0.02675mg/ml）。

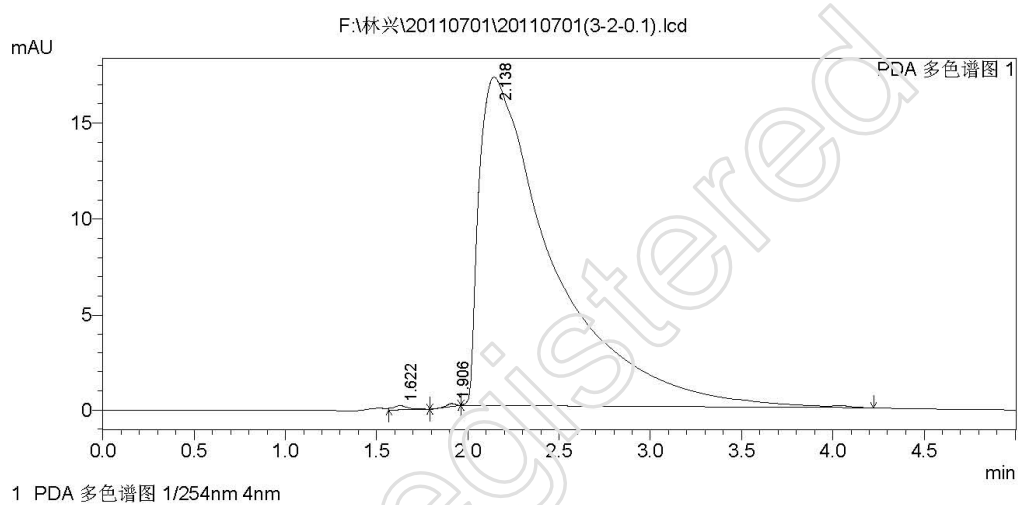
2.2 HPLC 条件：仪器岛津 LC-6AD，二元高压梯度，PAD 检测器（二极管阵列检测器），C18 柱，柱温为常温，流动相为甲醇（色谱纯，Fisher Scientific, lot101437）、流速 1ml/min，吸收波长 250nm，进样量：20ul。

2.3 结果：凡德他尼 RT=1.874min，标准曲线： $C=2.87 \times 10^{-8}A+3.82 \times 10^{-2}$ ，式中，C 为浓度，A 为吸收峰峰面积， $R^2=0.979$ ， $R=0.989$ 。

==== Shimadzu LCsolution 分析报告 ====

采集人 : Admin
样品名称 : lin(4)
样品 ID : 20ul
样品瓶# :
进样体积 : 10 uL
数据文件名 : 20110701(3-2-0.1).lcd
方法文件名 : 20110701(李彤宇, 标准曲线)2.lcm
批处理文件名 :
报告文件名 : Default.lcr
数据采集 : 2011-7-1 13:55:05
数据处理 : 2011-7-1 14:46:02

<色谱图>



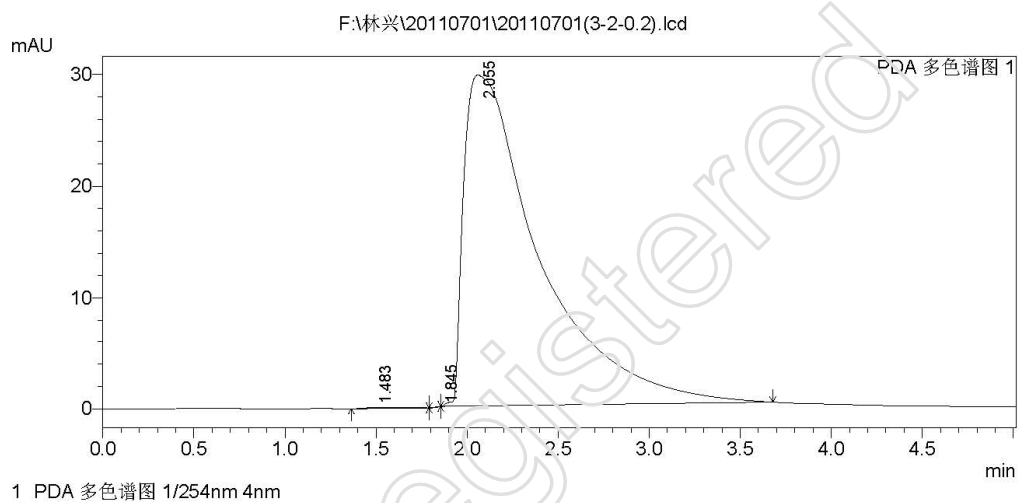
F:\林兴\20110701\20110701(3-2-0.1).lcd

图 2-1 0.02675mg/ml 高效液相图谱

==== Shimadzu LCsolution 分析报告 ====

采集人 : Admin
样品名称 : lin(4)
样品 ID : 20ul
样品瓶# :
进样体积 : 10 uL
数据文件名 : 20110701(3-2-0.2).lcl
方法文件名 : 20110701(李彤宇, 标准曲线)2.lcm
批处理文件名 :
报告文件名 : Default.lcr
数据采集 : 2011-7-1 13:48:18
数据处理 : 2011-7-1 14:46:02

<色谱图>



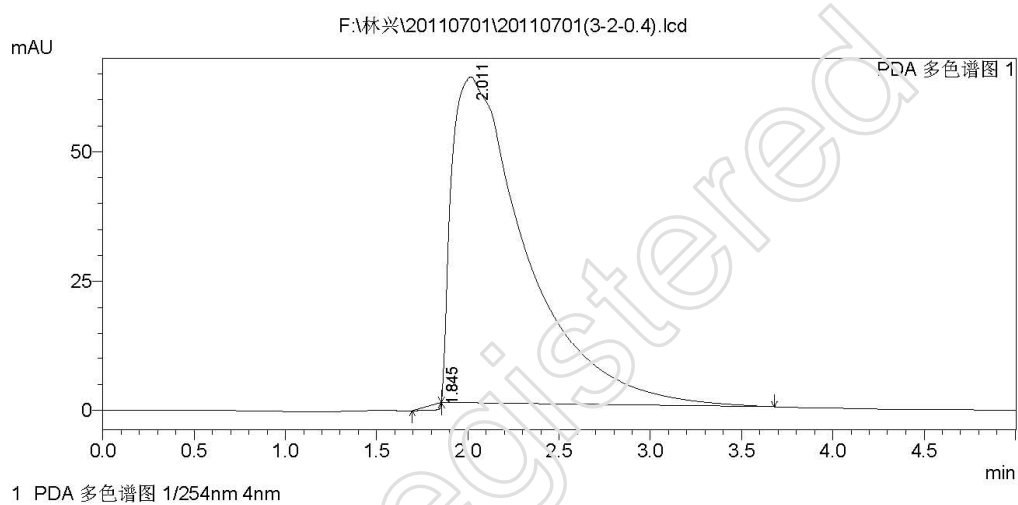
F:\林兴\20110701\20110701(3-2-0.2).lcl

图 2-2 0.0535mg/ml 高效液相图谱

==== Shimadzu LCsolution 分析报告 ====

采集人 : Admin
样品名称 : lin(4)
样品 ID : 20ul
样品瓶# :
进样体积 : 10 uL
数据文件名 : 20110701(3-2-0.4).lcd
方法文件名 : 20110701(李彤宇, 标准曲线)2.lcm
批处理文件名 :
报告文件名 : Default.lcr
数据采集 : 2011-7-1 13:41:45
数据处理 : 2011-7-1 14:46:02

<色谱图>



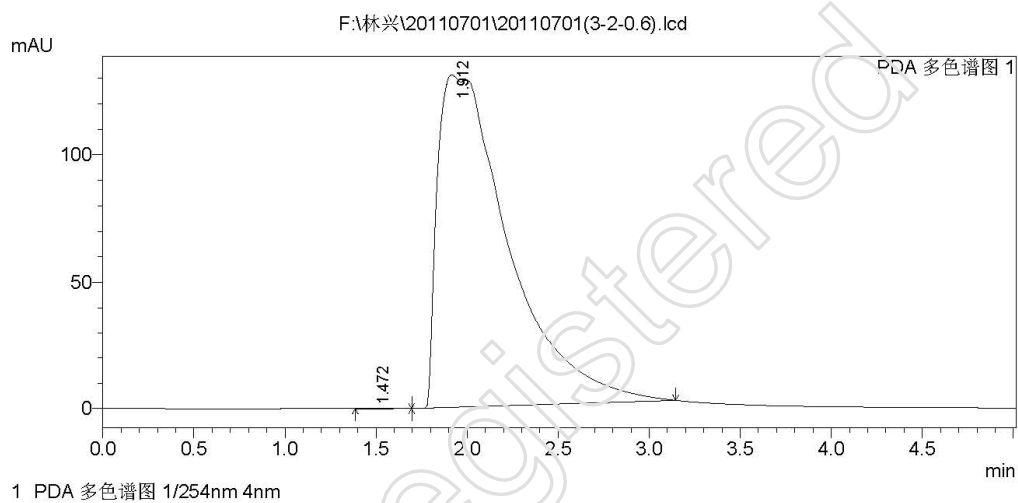
F:\林兴\20110701\20110701(3-2-0.4).lcd

图 2-3 0.107mg/ml 高效液相图谱

==== Shimadzu LCsolution 分析报告 ====

采集人 : Admin
样品名称 : lin(4)
样品 ID : 20ul
样品瓶# :
进样体积 : 10 uL
数据文件名 : 20110701(3-2-0.6).lcd
方法文件名 : 20110701(李彤宇, 标准曲线)2.lcm
批处理文件名 :
报告文件名 : Default.lcr
数据采集 : 2011-7-1 13:35:28
数据处理 : 2011-7-1 14:46:02

<色谱图>



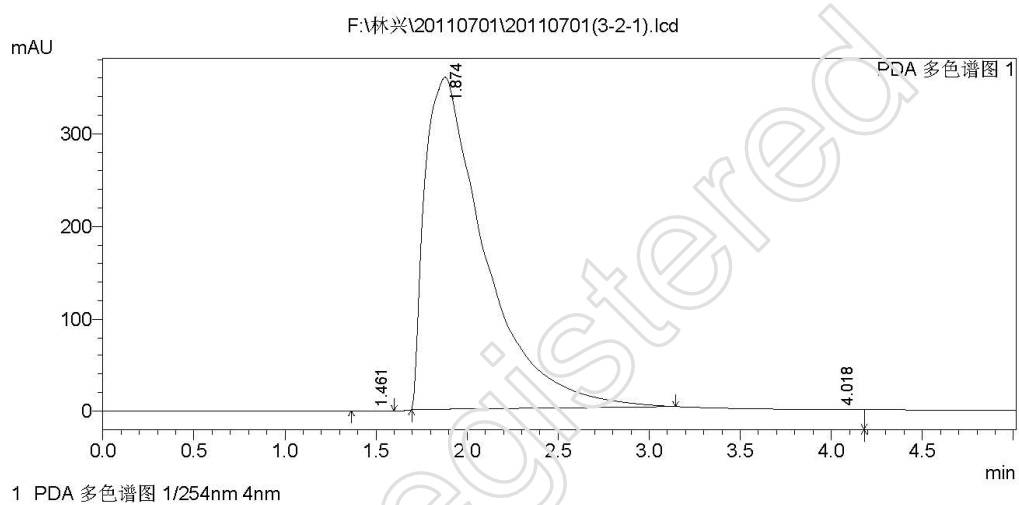
F:\林兴\20110701\20110701(3-2-0.6).lcd

图 2-4 0.1605mg/ml 高效液相图谱

==== Shimadzu LCsolution 分析报告 ====

采集人 : Admin
样品名称 : lin(4)
样品 ID : 20ul
样品瓶# :
进样体积 : 10 uL
数据文件名 : 20110701(3-2-1).lcd
方法文件名 : 20110701(李彤宇, 标准曲线)2.lcm
批处理文件名 :
报告文件名 : Default.lcr
数据采集 : 2011-7-1 13:29:39
数据处理 : 2011-7-1 14:46:01

<色谱图>



F:\林兴\20110701\20110701(3-2-1).lcd

图 2-5 0.2675mg/ml 高效液相图谱

结论:

建立了凡德他尼的 UV 指纹图谱（在 250nm 和 330nm 处有吸收峰，其中 250nm 处有最大吸收），摸索出了凡德他尼 HPLC 分析条件（在本实验条件下，凡德他尼只表现有 1 个吸收峰，表明纯度较高，其 $RT=1.874min$ ，标准曲线： $C=2.87\times 10^{-8}A+3.82\times 10^{-2}$ ）。结合 UV 和 HPLC 分析方法，可以为凡德他尼的定性、定量分析提供研究依据。