

UHPLC 法分析带保护基团的亚磷酰胺单体

SGLC-LC-391

摘要：本文建立了带保护基团的亚磷酰胺单体 N-苯甲酰基-5'-O-(4,4-二甲氧基三苯甲基)-2'-O-甲基腺苷-3'-(2-氰基乙基-N,N-二异丙基)的 UHPLC 测定方法。采用色谱柱 Shim-pack Scepter HD-C18、ShimNex UP C18 分析此亚磷酰胺单体，结果显示，此亚磷酰胺单体的两个手性同分异构体色谱峰峰型良好，且 2 个化合物分离度大于 1.5，满足分析要求。此方法可为带保护基的亚磷酰胺单体检测提供参考。

关键词：带保护基的亚磷酰胺单体 Shim-pack Scepter HD-C18 ShimNex UP C18 UHPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B_{X3} 高效液相色谱仪；

色谱柱：ShimNex UP C18 (1.8 μm, 2.1×100 mm; P/N: 380-01231-02)；

Shim-pack Scepter HD-C18 (1.9 μm, 2.1×100 mm; P/N: 227-31026-05)；

纯水机：PR-FP-0120α-MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

SHIMSEN Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件及实验结果

1.2.1 分析条件

色谱柱：ShimNex UP C18 (1.8 μm, 2.1×100 mm; P/N: 380-01231-02)

柱温：17℃

检测波长：235 nm

流速：0.3 mL/min

进样量：1 μL

流动相：A：10 mM 乙酸铵

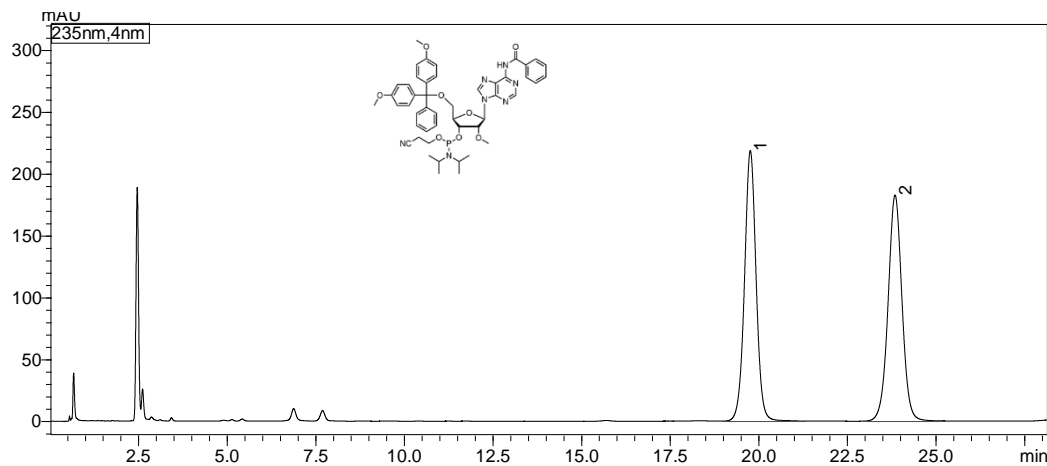
B: 乙腈

A: B=35: 65

实验结果

按照上述色谱条件（1.2.1）进行采集，对照品溶液如下：

对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	异构体 1	19.772	4970182	218745	1.009	18282	--
2	异构体 2	23.856	4986492	182730	1.006	18375	6.337

1.2.2 分析条件

色谱柱： Shim-pack Scepter HD-C18（1.9 μ m， 2.1 \times 100 mm； P/N： 227-31026-05）

柱温： 20 $^{\circ}$ C

检测波长： 235 nm

流速： 0.3 mL/min

进样量： 1 μ L

流动相： A: 10mM 乙酸铵（用氨水调节 pH 为 9.0）: 乙腈=50: 50

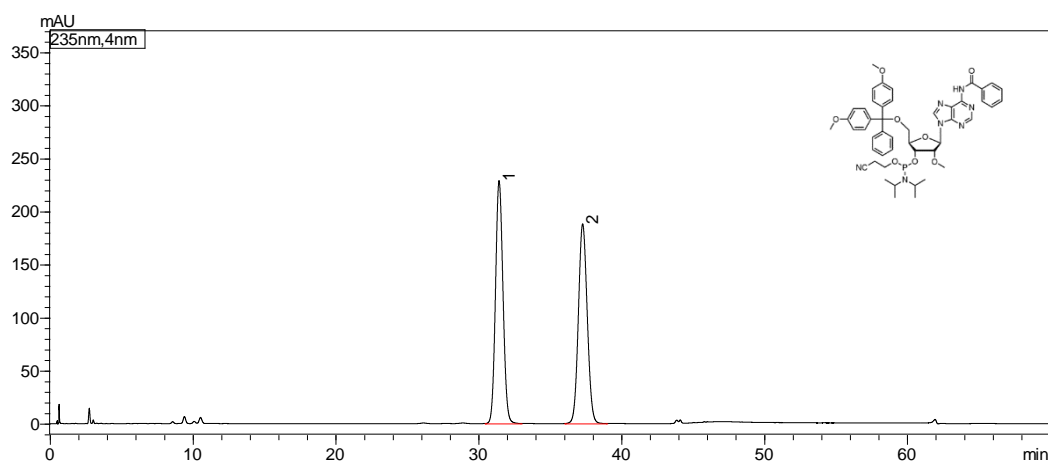
B: 10mM 乙酸铵（用氨水调节 pH 为 9.0）: 乙腈=5: 95

A: B=70: 30

实验结果

按照上述色谱条件（1.2.2）进行采集，对照品溶液如下：

对照品溶液



序号	目标物	保留时间	峰面积	峰高	理论塔板数	拖尾因子	分离度
1	异构体 1	31.442	8285773	228621	17254	1.083	--
2	异构体 2	37.288	8067571	188180	17322	1.070	5.593

3. 结论

本文建立了带有保护基团的亚磷酰胺单体 N-苯甲酰基-5'-O-(4,4-二甲氧基三苯甲基)-2'-O-甲基腺苷-3'-(2-氰基乙基-N,N-二异丙基)的 UHPLC 测定方法。采用色谱柱 Shim-pack Scepter HD-C18、ShimNex UPC18 分析此亚磷酰胺单体，结果显示，此亚磷酰胺单体的两个手性同分异构体色谱峰峰型良好，且 2 个化合物分离度大于 1.5，满足分析要求。此方法可为带保护基的亚磷酰胺单体检测提供参考。