

Сравнительный анализ оксандролонa фирмы Balkan Pharmaceuticals и UFC-pharm методом ВЭЖХ МС (высокоэффективная жидкостная хроматография масспектрометрия).

Цель анализа:

Целью данного исследования является определение качественных и количественных характеристик представленных на анализ образцов, а именно – определение подлинности содержания в образцах вещества оксандролонa и определение количества содержания оксандролонa в 1 таблетке представленных препаратов. Путем сравнительного анализа площадей спектров эталона и исследуемого образца необходимо выяснить точное количество действующего вещества – оксандролонa в исследуемом образце, исходя из эталонного в 10мг/таб.

Внешний вид исследуемых образцов

На анализ было представлено 2 образца препаратов, которые по инструкциям производителя содержат в своем составе действующее вещество оксандролон в заявленной концентрации 10мг на 1 таблетку.

Слева **образец №1** - препарат содержащий в своем составе действующее вещество **оксандролон** с заявленной концентрацией в 10мг/таб от производителя **Balkan Pharmaceuticals**

Справа **образец №2** - препарат содержащий в своем составе действующее вещество **оксандролон** с заявленной концентрацией в 10мг/таб от производителя **UFC-Pharm**

Образец №1 был представлен на анализ в виде блистера с металлизированной пленкой на тыльной стороне с надписями **Balkan Pharmaceuticals** выполненными поверх пленки, без теснения, количество таблеток в блистере равно двадцати штукаm, на лицевой стороне имеются надписи **S:OXA0002A EXP:05.18 SS86IWAIXB819F** выполненные черным шрифтом в 3 строки. Таблетки имеют **светло-синий** оттенок в небольших белыми вкраплениями, аверс таблетки обоюдно разделен посередине на равные половинки с выпрессованными символами **В** и **Р**, реверс имеет надпись **10** выполненный аналогичным способом, без деления. Таблетки имеют форму правильного квадрата с незначительно закругленными краями размером примерно **5 мм** в ширину и длину. Общая масса таблетки **образца №1** составила **98.362 мг**. Взвешивание производилось на высокоточных весах фирмы Mettler Toledo.

Образец №2 был представлен на анализ в виде блистера с металлизированной пленкой черного цвета на тыльной стороне с логотипом компании и надписями **UFC-Pharm** выполненными поверх пленки, без теснения, количество таблеток в блистере равно пятидесяти штукаm, на лицевой стороне имеются надписи **OXAN 10 MG UFC-PHARM EXP: 03/2021** выполненные черным шрифтом в 3 строки. Таблетки имеют **бледно-розовый** оттенок в небольших красными вкраплениями, одна из сторон таблетки имеет надпись выпрессованными символами **UFC**, другая сторона не имеет надписи. Таблетки имеют форму восьмиугольника с незначительно закругленными краями размером примерно **6 мм** в ширину и длину. Общая масса таблетки **образца №1** составила **99.776 мг**. Взвешивание производилось на высокоточных весах фирмы Mettler Toledo.

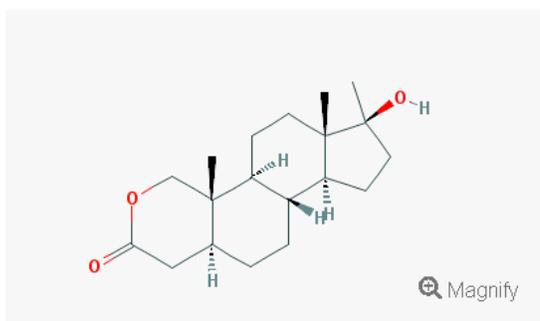


Методика исследования

Исследование будет проводиться методом ВЭЖХ МС (высокоэффективная жидкостная хроматография масспектрометрия) на оборудовании фирмы **TSQ Endure** серийный номер **TQH-E1-0146 v.2.0.1292.15**

Перед исследованием были изучены справочные данные и характеристики активного компонента **оксандролона**:

<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/oxandrolone>

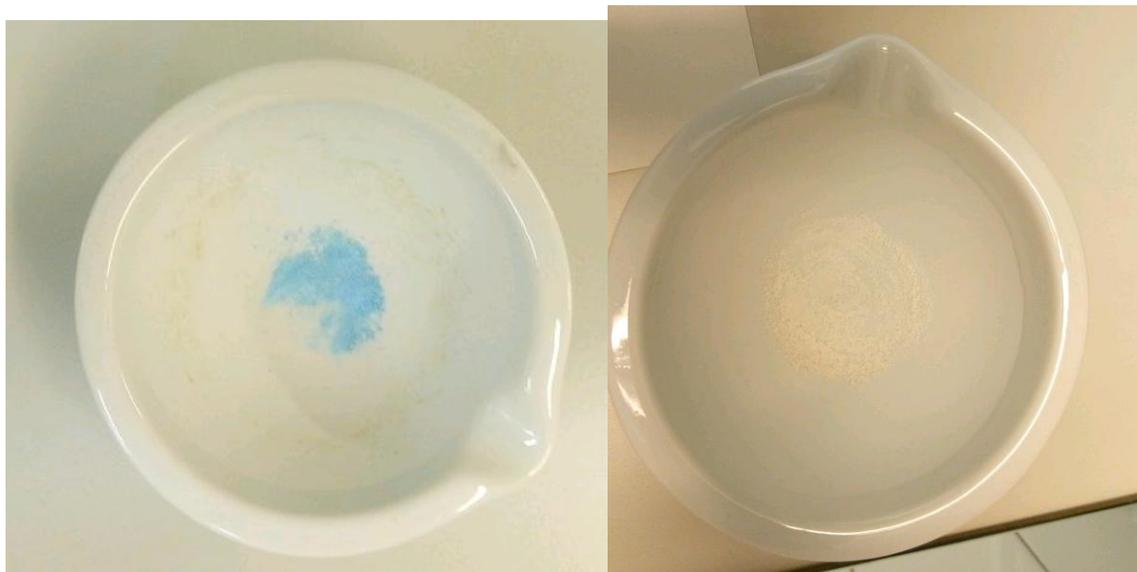


4.1 Computed Properties



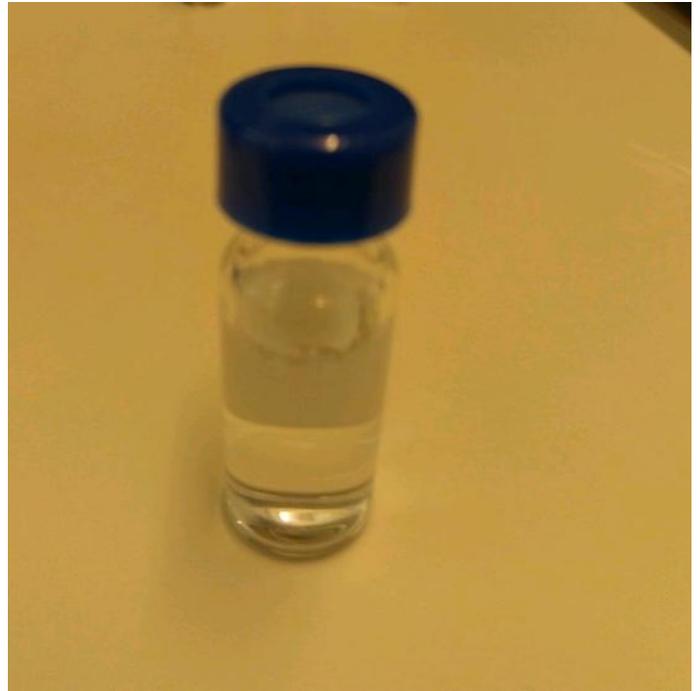
Molecular Weight	306.446 g/mol
XLogP3	3.7
Hydrogen Bond Donor Count	1
Hydrogen Bond Acceptor Count	3
Rotatable Bond Count	0
Exact Mass	306.219 g/mol
Monoisotopic Mass	306.219 g/mol
Topological Polar Surface Area	46.5 A^2
Heavy Atom Count	22
Formal Charge	0
Complexity	503
Isotope Atom Count	0
Defined Atom Stereocenter Count	7
Undefined Atom Stereocenter Count	0
Defined Bond Stereocenter Count	0
Undefined Bond Stereocenter Count	0
Covalently-Bonded Unit Count	1

Исходя из литературных данных а также специфики метода, **образцы №1 и №2** были измельчены в ступе и растворились в смеси метанола 95% и воды 5 % плюс 0,1 % муравьиной кислоты.

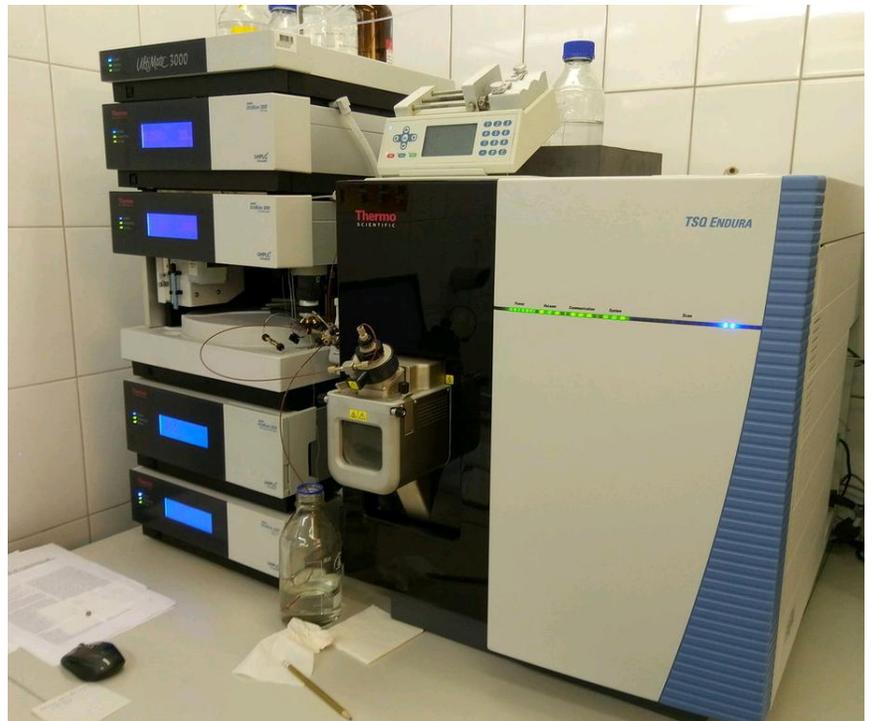


После растирания в вид порошка исследуемый **образец №1** (перетертая таблетка) растворялась в смеси растворителя и переносилась в виаллу (справа). Итоговая концентрация активного компонента в виале **оксандролона** предположительно составляет **0,1 мг/кг**

Аналогичным образом растворялась в смеси растворителя и переносилась в виаллу таблетка **образца №2**. Итоговая концентрация активного компонента в виале **оксандролона** предположительно составляет **0,1 мг/кг**



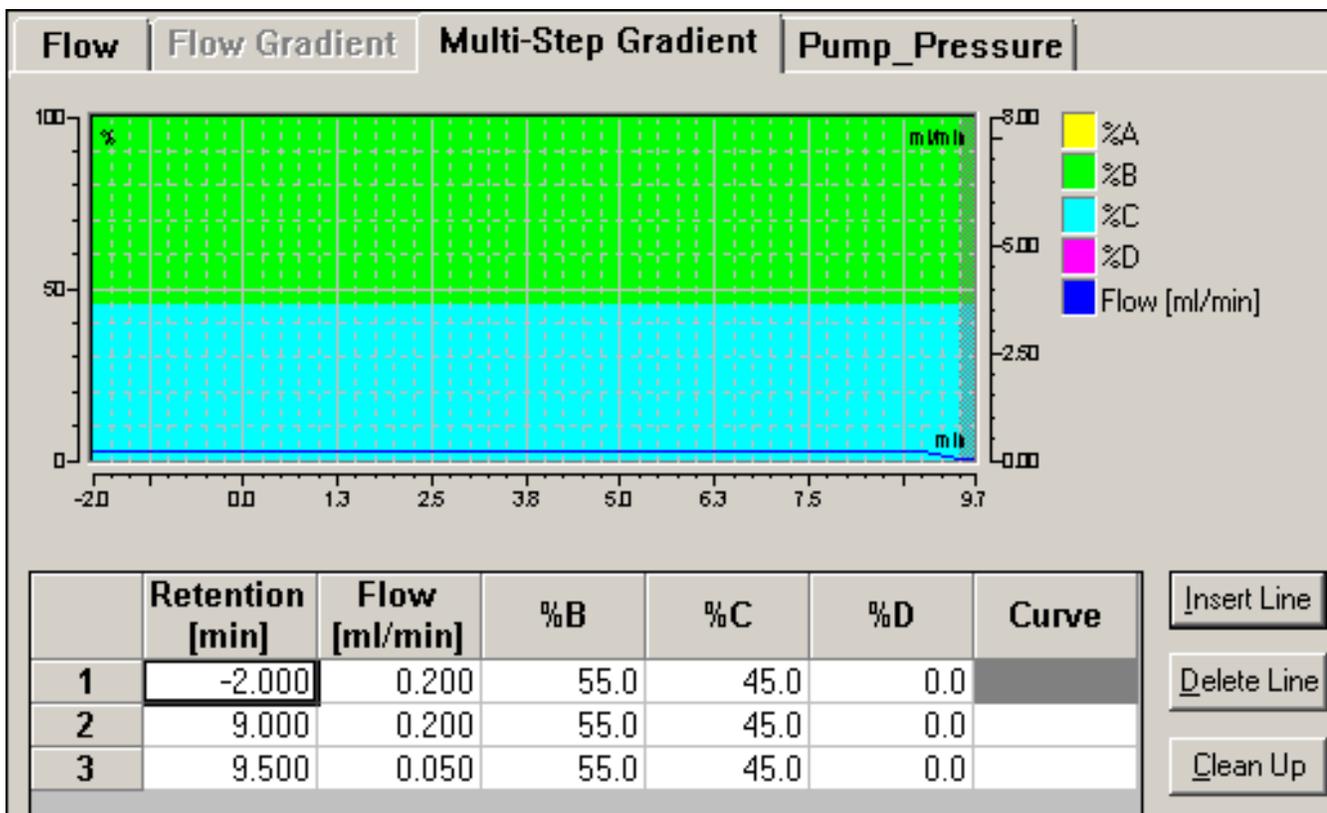
Виалы с активным компонентом **образца №1** и **№2** были помещены в центрифугу, затем поочередно в камеру ионизации.



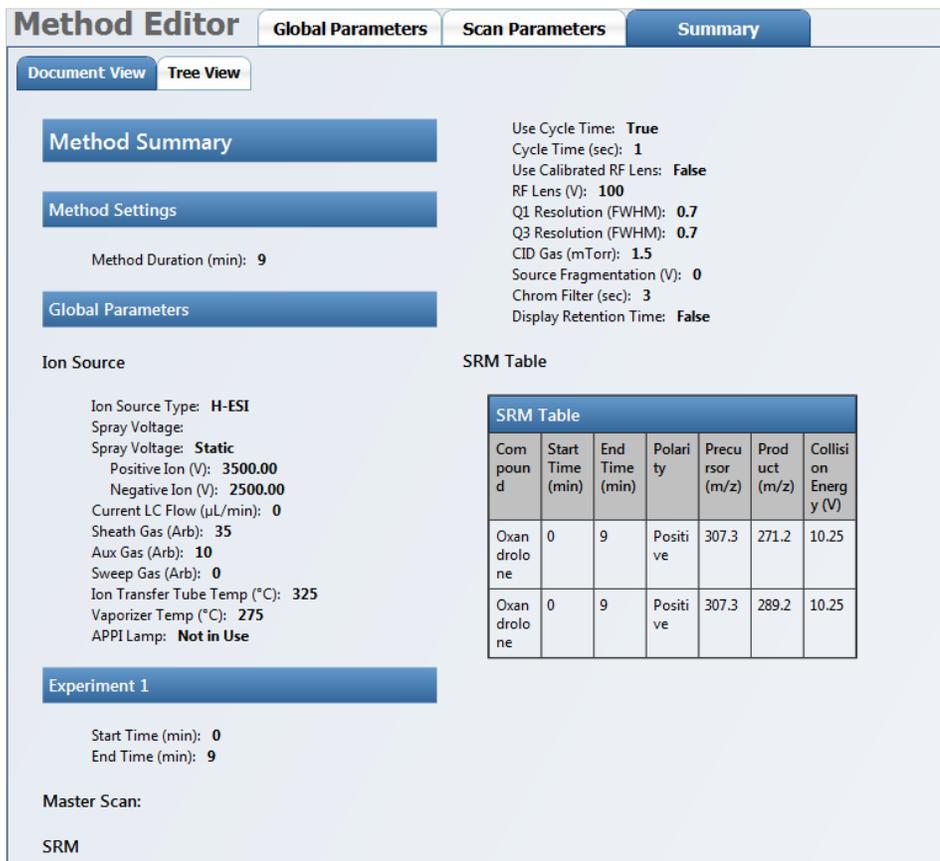
Режим ВЭЖХ

Изократика 55 % 0,1% р-р муравьиной к-ты в воде 45 % Метанол.

Хроматографическая колонка Thermo Anixter 20x2.1 mm 1.9 μM 175 A



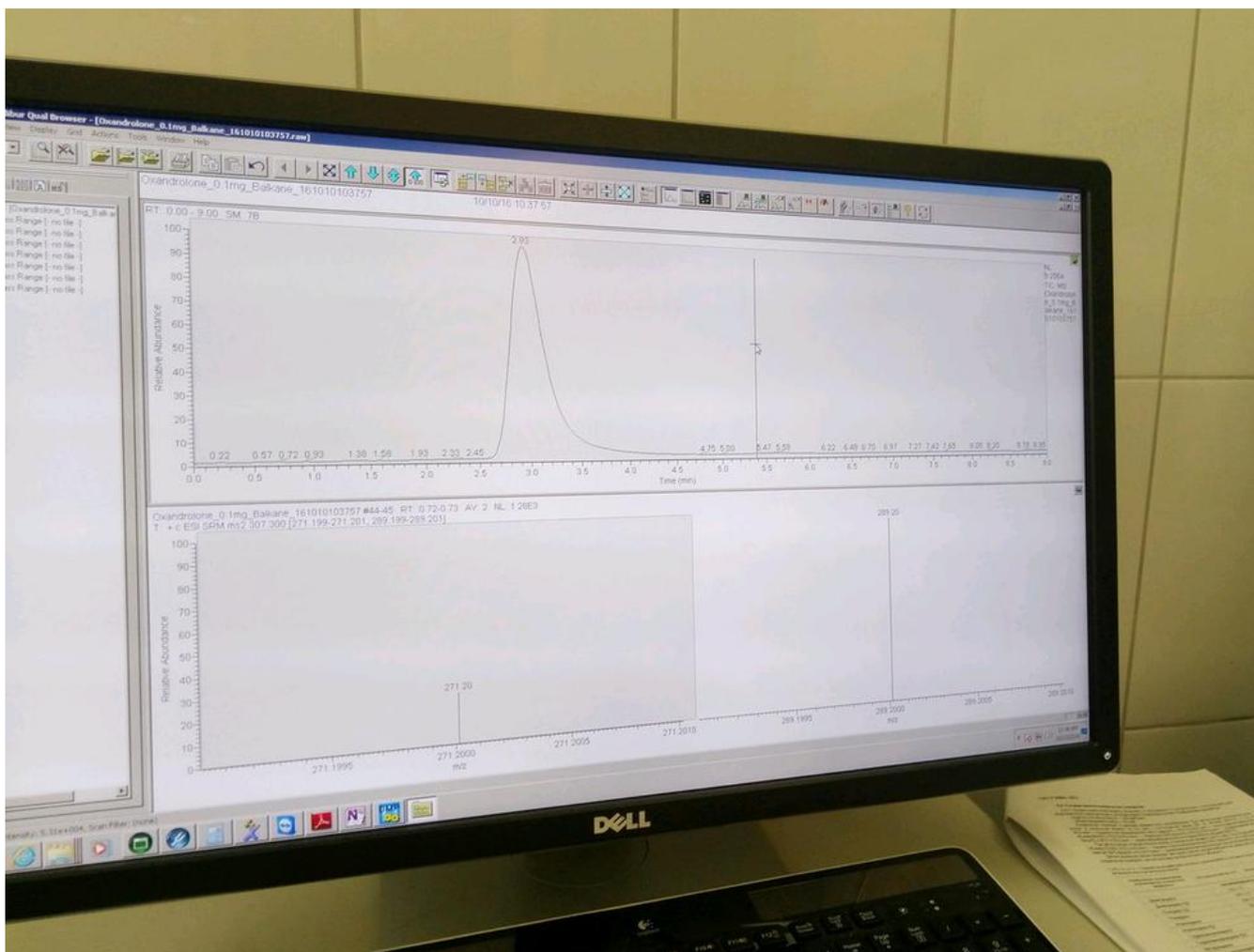
Условия масс-детектирования



Камера ионизации:



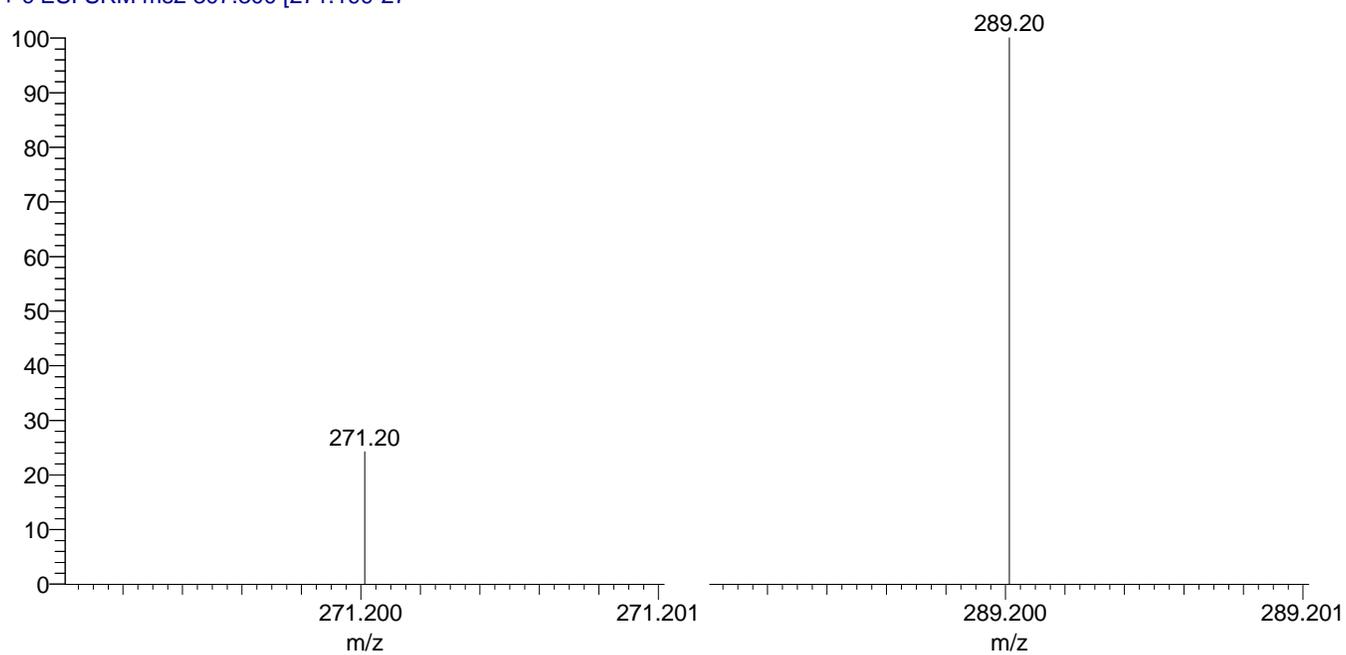
Анализ в режиме реального времени



Проверка на подлинность.

Масс-спектр оксандролоне

Oxandrolone_0.1mg_Balkane_161010103757 #44-45 RT: 0.72-0.73 AV: 2 NL: 1.28E3
T: + c ESI SRM ms2 307.300 [271.199-27



Условия и масс-спектр оксандролонa в режиме прямого ввода.

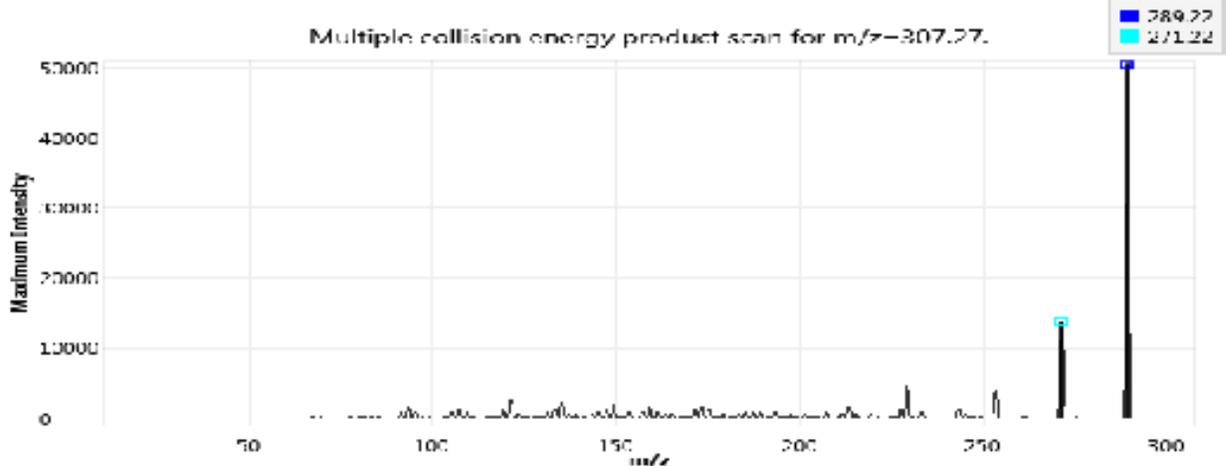
Compound Optimization Report



Date & Time Wednesday, October 05, 2016 2:20 PM
Instrument Model TSQ Endura
Instrument Serial TQH-E1-0146
Software Version 2.0.1292.15

Source Parameters		Compound Optimization Input	
Source Type	H-ESI	Source Fragmentation (V)	0
Spray Voltage (V)	3500	Step Collision Energy Value	10
Sheath Gas (Arb)	7	Collision Energy Start (V)	5
Aux Gas (Arb)	5	Collision Energy End (V)	55
Sweep Gas (Arb)	0	Charge State	1
Ion Transfer Tube Temp (°C)	250	Step Collision Energy	Yes
Vaporizer Temp (°C)	80	Unknown/Known Products	Unknown
		Exclude Loss Masses	None
		Compound Name	compound
		Low Mass Exclusion	10
		Product	True
		CID Gas (mTorr)	1.5
		Adjust Precursor Mass	Yes
		m/z Value	307
		Q1 Resolution	0.7
		Adjust Product Mass	Yes
		Number of Products	2
		Top N	2
		Optimize RF Lens	Yes

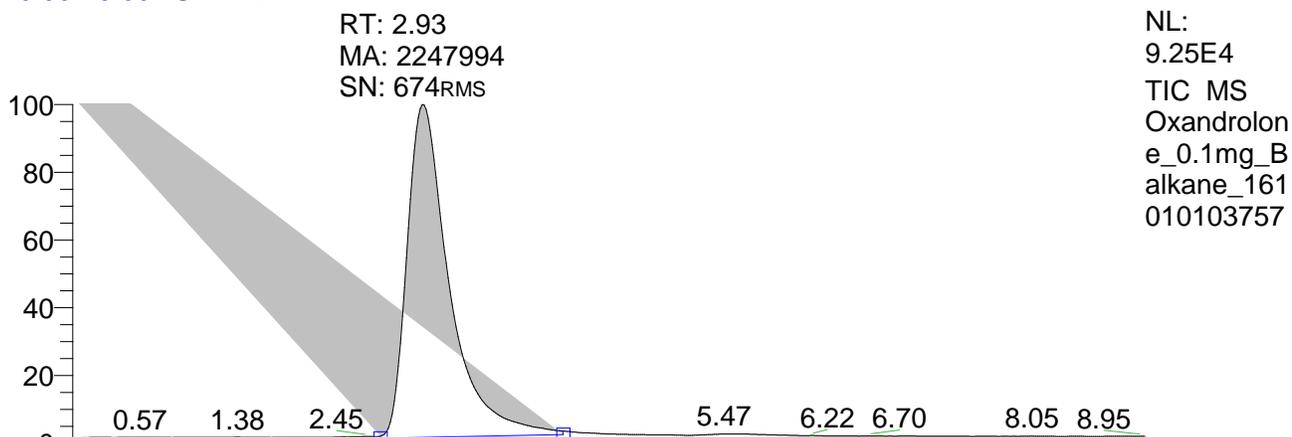
Compound Optimization Results						
Compound Name	Precursor m/z	Product m/z	Collision Energy (V)	RF Lens (V)	Intensity	Source Fragmentation (V)
compound	307.274	289.222	10.253	168.034	764494.073	0
compound	307.274	271.222	12.579	168.034	265153.136	0



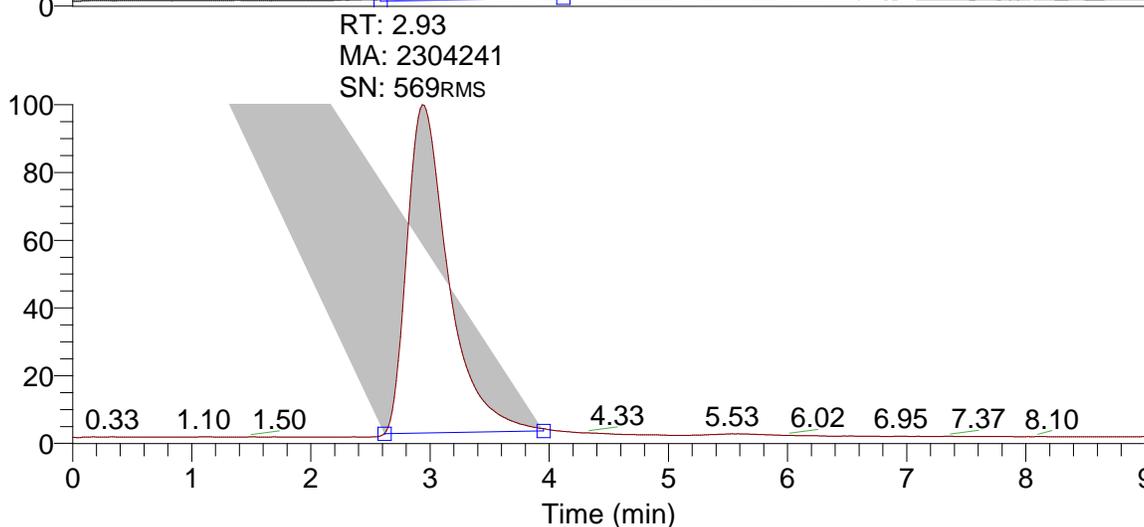
Количественный анализ

Хроматограммы оксандролонa концентрации 0,1 мг/кг, фирмы Balkan Pharmaceuticals (эталон образец №1) и вторая UFC-Pharm (исследуемый образец №2)

RT: 0.00 - 9.00 SM: 7B



NL:
9.25E4
TIC MS
Oxandrolon
e_0.1mg_B
alkane_161
010103757



NL:
9.83E4
TIC MS
oxandrolone
_0.1mg_ufc
_16101011
0432

Площадь пика эталона составляет **2247994**, площадь исследуемого образца равна **2304241**. Отношение площадей составляет **0,976**. Исходя из этого отношения, итоговая концентрация **оксандролонa** в исследуемом образце составляет примерно **10,25 мг/таб.** (При учете эталона равного = 10.0000 мг/таб)

Заключение:

Предоставленные на анализ образцы №1 и №2 содержат в своем составе активный компонент **оксандролон**. Исходя из того, что мы принимаем площадь пика эталона **2247994** (образец №1) за **10.000 мг/таб**, а отношение площадей эталона и исследуемого образца №2 равно **0.976**, следует вывод, что **ОБРАЗЕЦ №2 СОДЕРЖИТ В СВОЕМ СОСТАВЕ АКТИВНЫЙ КОМПОНЕНТ ОКСАНДРОЛОН В КОНТЕНТРАЦИИ РАВНОЙ 10.25 мг/таб**