

Application News

No. L461

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

使用新色谱柱 “Shim-pack MAqC-ODS I” 测定药物杂质

Determination of Impurities in Pharmaceuticals by Newly Developed "Shim-pack MAqC-ODS I" Column

许多药物是碱性化合物，而未反应原料、副产物和分解物等药物杂质多含高极性碱性组分。分析药物杂质时，由于在反相模式下的保留时间极短，需要向流动相中添加离子对试剂。但使用离子对试剂后，会出现色谱柱的平衡时间变长、梯度洗脱困难等问题。

新开发的色谱柱 Shim-pack MAqC-ODS I 是可进行阳离子交换的 ODS 色谱柱。能够在不使用离子对试剂的条件下增加高极性化合物的保留时间，通过梯度洗脱，能够在短时间内同时测定高极性化合物与其他组分，以提高灵敏度。

通过 LC/MS 分析杂质峰时，如果使用含烷基磺酸钠等挥发性离子对试剂，LC/MS 的接口处可能会残留析出物。并且，如果使用其他分离模式，为防止流路内残留的离子对试剂引起的背景值上升，需要进行长时间的清洗。

使用本文中介绍的 Shim-pack MAqC-ODS I 进行分析，事先通过 Co-Sense for LC/MS 自动预处理系统对流动相进行脱盐处理，则能够进行 LC/MS 测定。

本文将向您介绍使用 Shim-pack MAqC-ODS I 测定法莫替丁中杂质的示例。

■ 根据日本药典第十六次修订版进行法莫替丁的分析

Analysis of Famotidine in Accordance with the Japanese Pharmacopoeia Sixteenth Edition

我们根据日本药典第十六次修订版进行了法莫替丁的分析。色谱柱使用普通的 Shim-pack VP-ODS 色谱柱。图 1 为法莫替丁的结构式；表 1 为分析条件；图 2 为得到的色谱图。标准溶液则根据日本药典，将法莫替丁的浓度制备为 100 mg/L。

分析中将法莫替丁的洗脱流速设置为约 6 分钟。

表 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: Dissolve 2 g of sodium 1-heptane sulfonate in 900 mL of water, adjust to pH 3.0 with acetic acid, and add water to make 1000 mL. To this solution add 240 mL of acetonitrile and 40 mL of methanol.
Flowrate	: 0.45 mL/min *Adjust the flow rate so that retention time of famotidine is about 6 minutes.
Column Temp.	: 25 °C
Detection	: SPD-M20A at 254 nm
Injection Vol.	: 5 μL

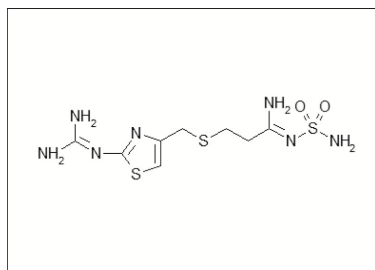


图 1 法莫替丁的结构式
Structure of Famotidine

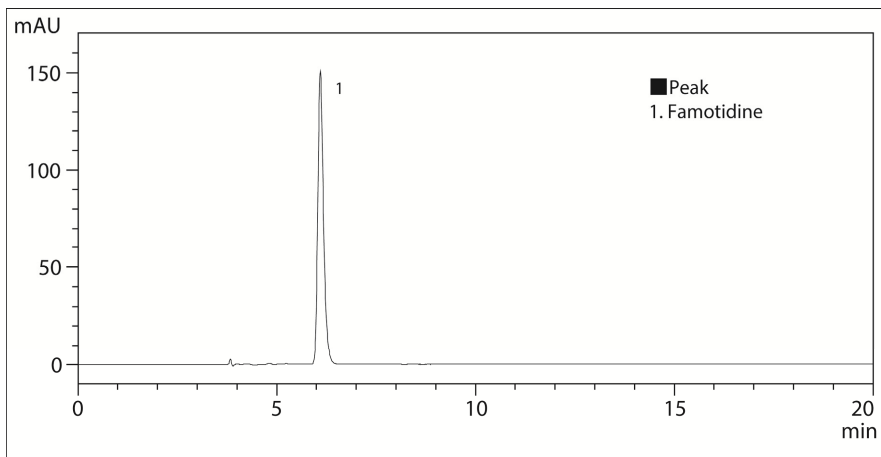


图 2 法莫替丁的色谱图（根据日本药典第十六次修订版进行分析）
Chromatogram of Famotidine
(Analysis in accordance with the Japanese Pharmacopoeia sixteenth edition)

■ 使用 Shim-Pack MAqC-ODS I 进行法莫替丁的分析

Analysis of Famotidine Using Shim-pack MAqC-ODS I

使用 Shim-pack MAqC-ODS I 进行法莫替丁的分析。图 2 为分析条件。

为了使杂质峰更明显，将法莫替丁制备为高浓度样品（1000 mg/L）进行了分析。此时先将法莫替丁溶解于少量盐酸水后，加水制备。图 3 为使用 Shim-Pack MAqC-ODS I 的分析结果。图 4 为使用 Shim-Pack VP-ODS 的分析结果。为了调整法莫替丁的保留时间，分析条件中将流速改为 0.5 mL/min，其他条件与表 1 相同。

比较图 3 与图 4 可知，由于使用 Shim-Pack MAqC-ODS I 可进行梯度洗脱，因此在短时间内分离出了更多的杂质。

表 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack MAqC-ODS I (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase	: A) 10 mmol/L Phosphate (Sodium) Buffer (pH 2.5) B) Acetonitrile
Time Program	: B Conc. 8 % (0 min) → 8 % (5 min) → 50 % (12 min) → 8 % (12-20 min)
Flowrate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 25 °C
Detection	: SPD-M20A at 254 nm
Injection Vol.	: 5 μL

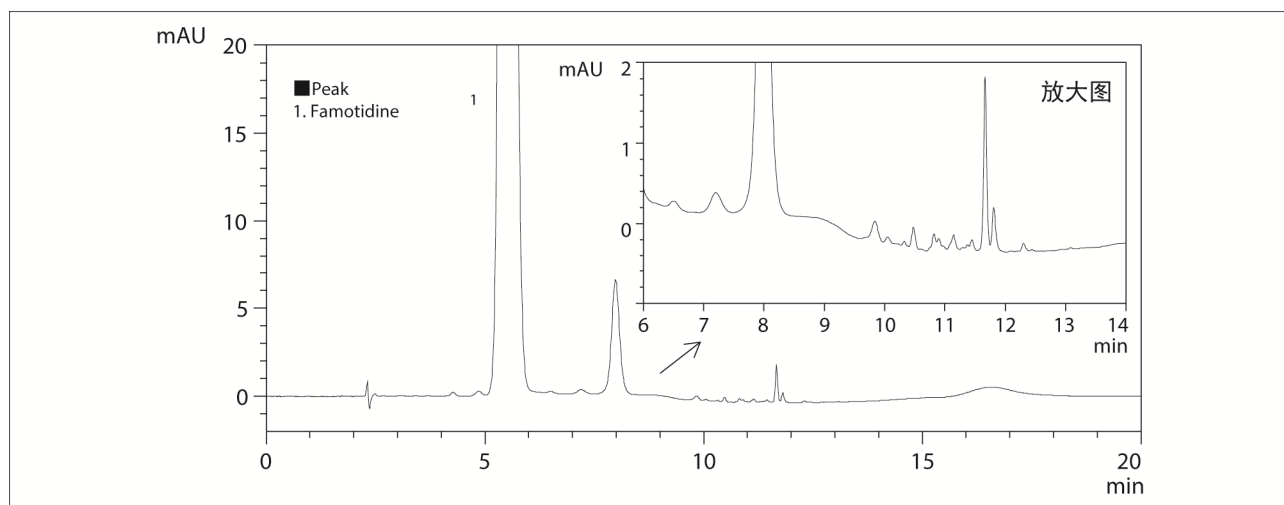


图 3 使用 Shim-pack MAqC-ODS I 得到的法莫替丁（1000 mg/L）色谱图
Chromatogram of Famotidine (1000 mg/L) Using Shim-pack MAqC-ODS I

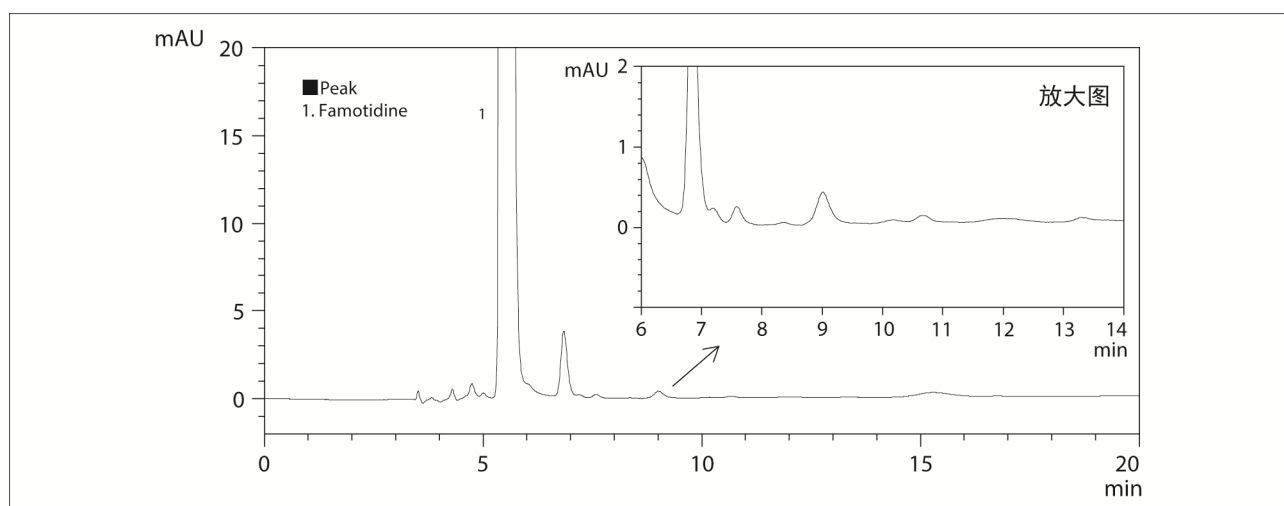


图 4 使用 Shim-pack VP-ODS 得到的法莫替丁（1000 mg/L）色谱图
Chromatogram of Famotidine (1000 mg/L) Using Shim-pack VP-ODS

Shim-pack MAqC-ODS I 是本公司与 Eisai 株式会社共同开发的产品。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2014 年 7 月