

# Application News

## No. L478

高效液相色谱  
High Performance Liquid Chromatography

### 使用 Prominence-i 和核-壳技术色谱柱快速分析医药品杂质

High Speed Analysis of Impurities of Pramipexole Dihydrochloride by Prominence-i

使用填充粒径小的色谱柱可以得到高分离高灵敏度的色谱图。但是粒径越小，施加在色谱柱上的压力就会越高。而核-壳技术色谱柱“Kinetex 5 μm”以与 5 μm 粒径的同等柱压，实现了更高的分辨率。因此，即使使用通用 LC 系统，也可得到高分离高灵敏度的色谱图。

本文向您介绍使用“Kinetex 5 μm”和一体化高效液相色谱仪 Prominence-i，根据欧洲药典规定对医药品杂质进行快速分析的示例。

#### ■ 使用“Kinetex 5 μm”进行普拉克索盐酸盐的杂质分析

Analysis of Impurities in Pramipexole Dihydrochloride  
Using the Kinetex 5 μm Core-Shell Column

普拉克索作为多巴胺受体激动剂，广泛用于抗帕金森病药物。本次分析根据欧洲药典规定测定了普拉克索盐酸盐的标准溶液 (1.5 mg/mL)<sup>1)</sup>。表 1 为分析条件；图 1 (a) 为使用“Kinetex 5 μm”得到的结果，(b) 为使用“Shim-pack VP-ODS”得到的结果。下方为 3~10 分钟的色谱放大图。由此可知，使用“Kinetex 5 μm”不仅提高了主成分的灵敏度，还分离了图 1 中圆圈标注的峰。另外，主成分的洗脱时间与 Shim-pack VP-ODS 相比，大约提前了 2 分钟。

表 1 分析条件  
Analytical Conditions

色谱柱(1)	: Kinetex 5μ C18 100A (150 mmL × 4.6 mmI.D., 5 μm)
色谱柱(2)	: Shim-pack VP-ODS (150 mmL × 4.6 mmI.D., 5 μm)
流速	: 1.5 mL/min
流动相	: A) 67 mmol/L 磷酸盐 (钾盐) 缓冲液 (pH 3.0) 含 21 mmol/L 1-辛烷磺酸盐 (钠盐) B) 溶液 A / 乙腈 (1/1)
时间程序	: B.CONC 40% (0 min) → 80% (15 min) → 40% (15.1- 20 min)
柱温	: 40 °C
进样体积	: 5 μL
检测器	: LC-2030 264 nm
流通池	: 一体化 LC 用标准池

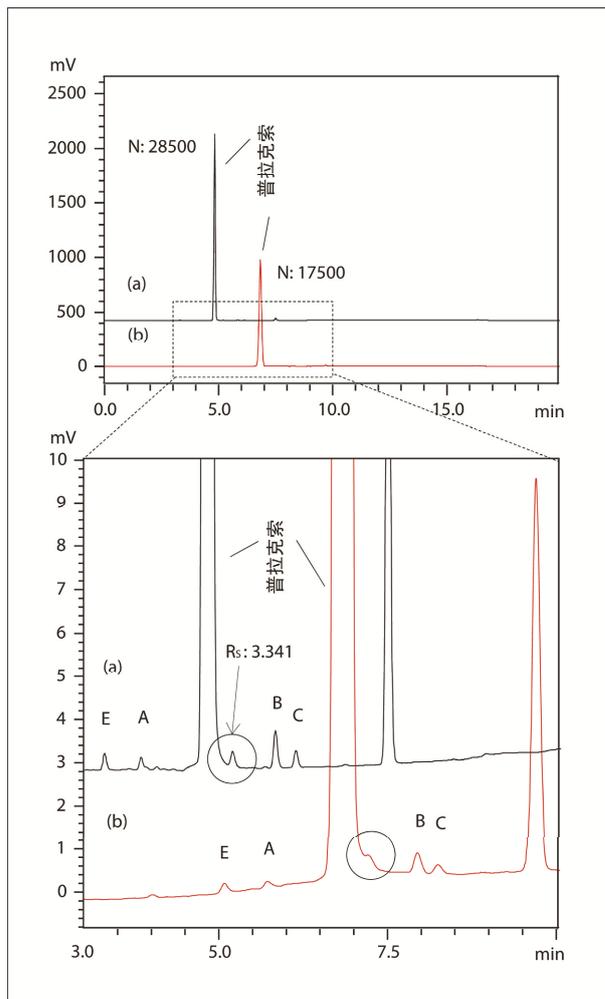


图 1 (a) Kinetex 5 μm 与 (b) Shim-pack VP-ODS 的比较  
- 普拉克索盐酸盐的色谱图 -  
Comparison of Chromatograms of Pramipexole Dihydrochloride  
Using (a) Kinetex 5 μm Core-shell Column and (b) Shim-pack VP-ODS

#### ■ 与其他公司 LC 系统的分离兼容性

Compatibility with Third-Party LC Systems

Prominence-i 与其他公司的 LC 系统具有分离兼容性。在表 1 所示的分析条件 (使用色谱柱 (1)) 下测定了普拉克索盐酸盐的标准溶液 (1.5 mg/mL)。图 2 下方中的 (a) 为上方 Prominence-i 得到的色谱放大图；(b) 为其他公司 LC 系统得到的色谱放大图。由图可知，两种系统均有分离兼容性。

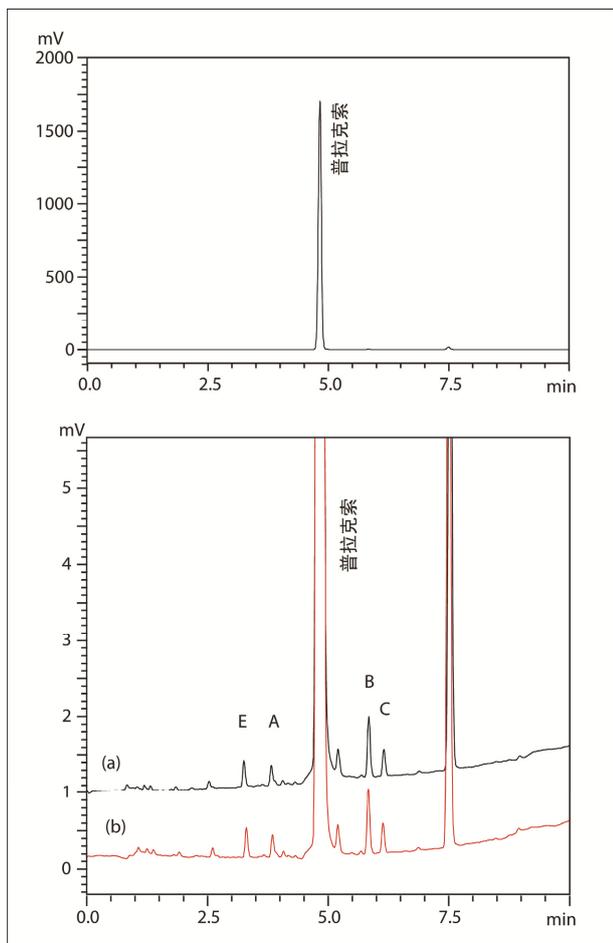


图2 普拉克索盐酸盐的色谱图  
上: Prominence-i  
下: 放大图 (a) 其他公司 LC 系统、(b) Prominence-i  
Chromatograms of Pramipexole Dihydrochloride  
Upper: Prominence-i  
Lower: Enlarged Views of Data Using (a) Third-Party System  
and (b) Prominence-i

## ■ 普拉克索盐酸盐杂质的快速分析

High Speed Analysis of Impurities of Pramipexole Dihydrochloride

我们又根据欧洲药典规定对普拉克索盐酸盐杂质进行了快速分析。表2为欧洲药典中记载的HPLC参数更改允许范围<sup>2)</sup>。图3

表2 欧洲药典中记载的HPLC更改允许范围  
Permissible Ranges of HPLC Conditions Specified in EP

项目	允许范围
流动相组成 (副成分) (其他成分)	选择±30%或绝对量±2%中较大的一个 可进行绝对量±10%的更改
pH	可进行±0.2%的更改
盐浓度	可进行±10%的更改
UV 波长	不可更改
色谱柱内径	可进行±25%的更改
粒径	可最大减少50%、不可增加
流速	可进行±50%的更改
柱温	可进行±10%的更改 (最高 60 °C)
进样体积	满足系统适用性时可更改

为普拉克索盐酸盐标准溶液 (1.5 mg/mL) 的测定结果。表3中的分析条件满足表2中的允许范围。图中下方为1~3分钟的色谱放大图。在快速分析中使用了低延迟体积系统套件 (选配件) 和核壳技术色谱柱 “Kinetex 2.6 μm”。由此可知, 主成分的洗脱与使用 “Kinetex 5 μm” 相比, 大约提前了3分钟。

根据表4的系统适用性测试结果可知, 无论是按照欧洲药典的规定还是进行快速分析, 均满足系统适用性要求。

表3 分析条件 - 快速分析 -  
Analytical Conditions - High-Speed Analysis -

色谱柱	: Kinetex 2.6μ C18 100A (75 mL × 4.6 mm I.D., 2.6 μm)
流速	: 2.0 mL/min
流动相	: A) 67 mmol/L 磷酸盐 (钾盐) 缓冲液 (pH 3.0) 含 21 mmol/L 1-辛烷磺酸盐 (钠盐) B) 溶液 A / 乙腈 (1/1)
时间程序	: B.CONC 40% (0 min) → 80% (5.63 min) → 40% (5.64- 8.63 min)
实时进样	: 230 μL
柱温	: 40 °C
进样体积	: 2 μL
检测器	: LC-2030C 264 nm
流通池	: 快速高灵敏度流通池

表4 系统适用性测试结果  
Results of System Suitability Test According to EP

系统适用性项目	基准值	EP 同等条件	快速分析条件	判定
分离度 杂质 A 与普拉克索	≥6.0	8.2	9.7	PASS

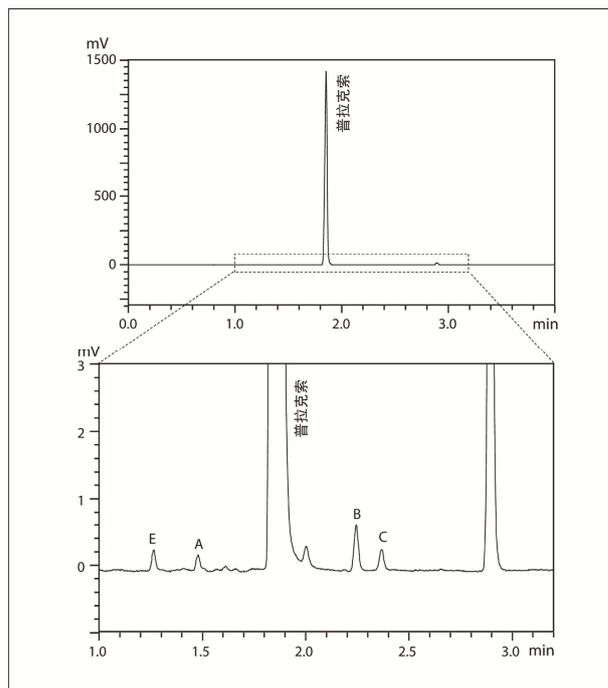


图3 普拉克索盐酸盐的色谱图 - 快速分析 -  
(使用低延迟体积系统套件)  
Chromatograms of Pramipexole Dihydrochloride  
- High Speed Analysis - (with Low-Delay Volume System Kit)

[参考文献]

- 1) E. Pharmacopoeia 01/2012: 2416 "Pramipexole Dihydrochloride"
- 2) E. Pharmacopoeia 01/2008: 20246 General Chapters  
2.2.46. Chromatographic separation technique

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。