

■使用高灵敏度DAD进行的检查试验（茶碱）

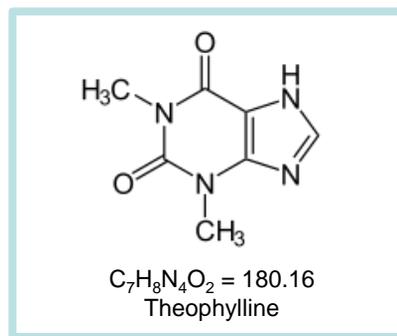
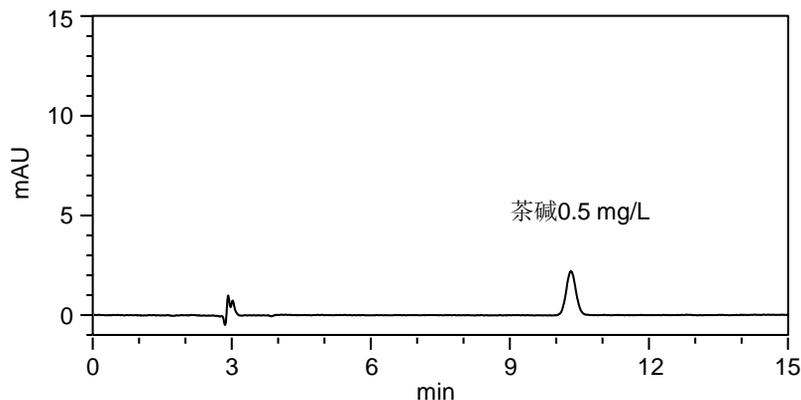
AS/LC-022

日本药典是“规定药品性状及质量等的国家法定药品标准”，由通则、生药总则、制剂总则、一般试验法以及药品各条等部分构成。在一般试验法中有试药·试剂一项，其中，对各试药·试剂的试验法分别进行了规定。

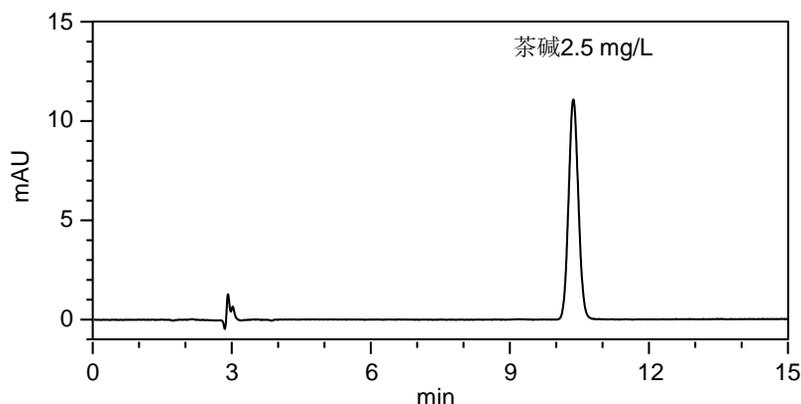
在这里，我们例举了第十六版日本药典中一般试验法的试药·试剂中收录的茶碱。其检查（有关物质）是以HPLC-UV进行的。首先，我们根据规定的试验条件对系统适用性进行了确认，然后又确认了有关物质。在进行有关物质的确认时必须对微小的峰进行准确地把握，因此检测器的性能就成为了重要因素。日立高效液相色谱仪Chromaster 5430 DAD 可以实现低噪音·低漂移，能够进行高灵敏度的检测。

此次使用了一般试剂茶碱。

■系统适用性的确认



【茶碱结构式】



【茶碱的测定例】

<测定条件>

- 色谱柱 : Inertsil® ODS-3 (5 μm)
6.0 mm I.D. × 150 mm (GL科学公司制)
- 流动相 : 1% 醋酸 / 甲醇 = 4 / 1 (v/v)
- 流速 : 1.0 mL/min
- 柱温 : 40 °C
- 检测波长 : DAD 220 ~ 400 nm (270 nm)
- 进样量 : 20 μL

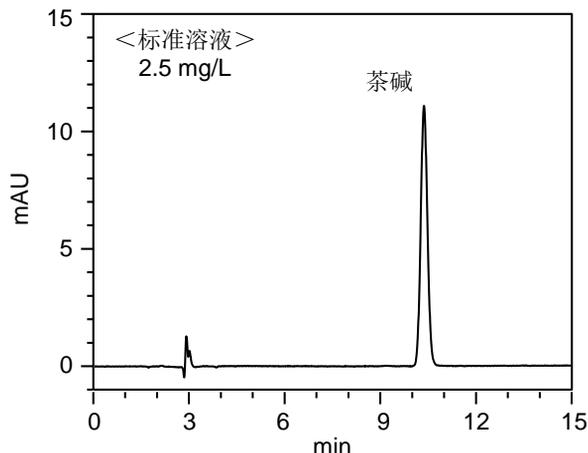
※调整流速，使茶碱的保留时间为10分钟左右。

【系统适用性】

第十六版日本药典中规定作为检查（有关物质）的系统适用性试验包括“检出的确认”、“系统性能”及“系统重现性”。以下汇总了规定值和此次测定结果，所有项目的结果均满足要求。

项目		系统适用性规定值	测定结果
检出的确认	(0.5 mg/L 峰面积 / 2.5 mg/L 峰面积) × 100 (%)	15 ~ 25	20.0
系统性能	理论塔板数 (2.5 mg/L)	3000 以上	11592
	对称系数 (2.5 mg/L)	1.5 以下	1.06
系统重现性	峰面积的相对标准偏差 (n = 6) (2.5 mg/L)	3.0 % 以下	0.099 %

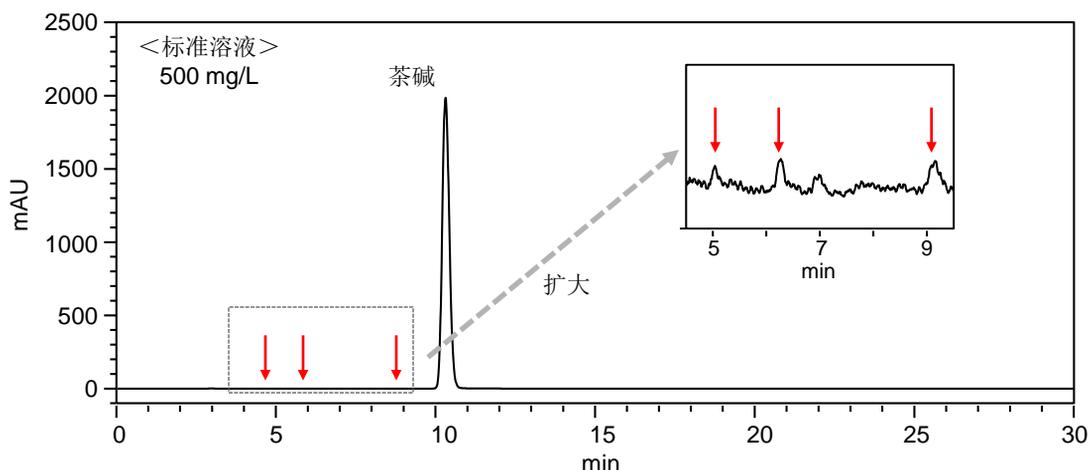
■检查（有关物质的确认）



<测定条件>

色谱柱 : Inertsil® ODS-3 (5 μm)
6.0 mm I.D. × 150 mm (GL科学公司制)
流动相 : 1% 醋酸/ 甲醇 = 4 / 1 (v/v)
流速 : 1.0 mL/min
柱温 : 40 °C
检测波长 : DAD 220 ~ 400 nm (270 nm)
进样量 : 20 μL

※调整流速, 使茶碱的保留时间为10分钟左右。



【茶碱的测定例】

对茶碱以外的小峰进行了确认。
这些小峰的面积值大约相当于茶碱峰面积值的0.001%。
明确了可以对主成分和极微量成分同时进行分析。

【有关物质的确认】

第十六版日本药典中规定, 茶碱试剂的检查试验(有关物质)是根据不同浓度的两组数据求得结果的。对低浓度溶液(标准溶液: 2.5 mg/L)中的茶碱峰面积和高浓度溶液(样品溶液: 500 mg/L)中茶碱以外的峰面积合计值进行比较, 作出了评价。结果, 得到了满足要求的值。

项目	规定值	测定结果
有关物质的确认	①标准溶液(2.5 mg/L)的茶碱峰面积值 > ②样品溶液(500 mg/L)中茶碱以外的峰面积合计值 (面积测定范围是茶碱保留时间的约3倍)	○ (①162037 > ②1092)

主要仪器配置: Chromaster 5110 泵、5210 自动进样器、5310 柱温箱、5430 DAD

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。