

■以UHPLC对茶碱中的微量有关物质进行的高灵敏度分析

AS/LC-030

在药物研发及化学材料的研发过程中，对原料或最终产品中的有效成分及杂质进行评价都是非常重要的过程。为了对杂质进行评价，最好能够对有效成分及所有杂质进行高灵敏度的检测。

为了使杂质成分能够高灵敏度地分析出来而将样品浓度配制得较高时，可能会导致杂质峰被主成分峰掩盖而无法检出。因此，对于进样浓度有一定限制，最好能够使用可以高灵敏度检测的检测器。

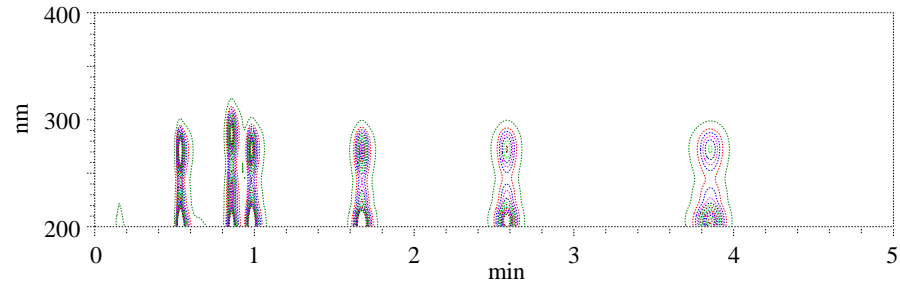
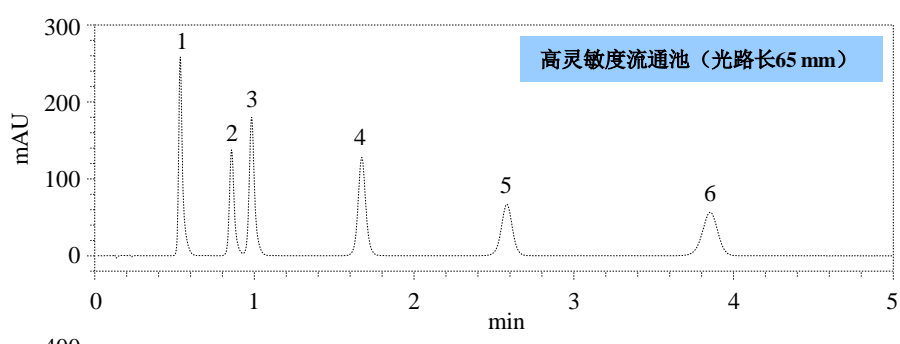
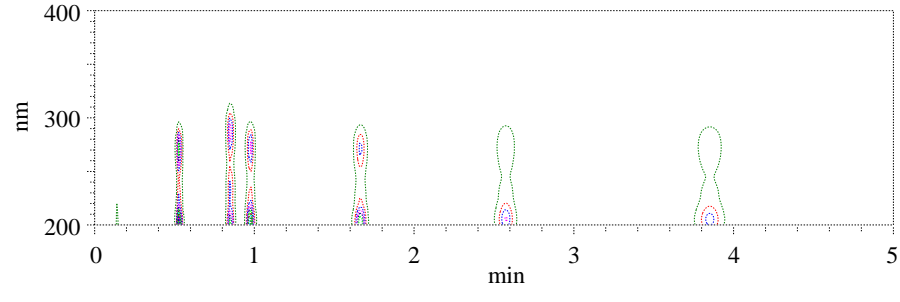
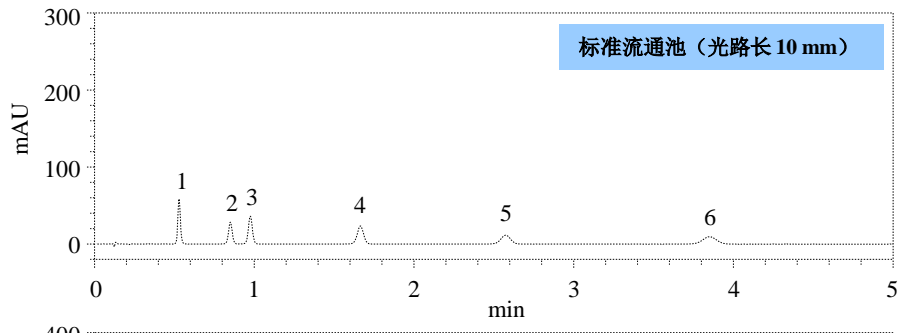
日立超高速液相色谱仪ChromasterUltra Rs中的6430二极管阵列检测器采用了全新研发的全反射型毛细管流通池（光路长 10 mm）。通过配置体积小，光损失少的流通池，实现了UHPLC用检测器要求的高分离性能和检测灵敏度。对于要求更高灵敏度的分析，还配备了高灵敏度流通池（光路长 65 mm）（选配）。

此次，配制了以茶碱为主要成分的杂质（有关物质）模型样品，使用6430二极管阵列检测器对检测灵敏度进行了比较，并通过光谱进行了确认。



（包含选配品及客户配置物品。）  
ChromasterUltraRs

■茶碱及有关物质标准样品的测定例



【茶碱及有关物质标准样品测定例（各 5 mg/L）】

<测定条件>

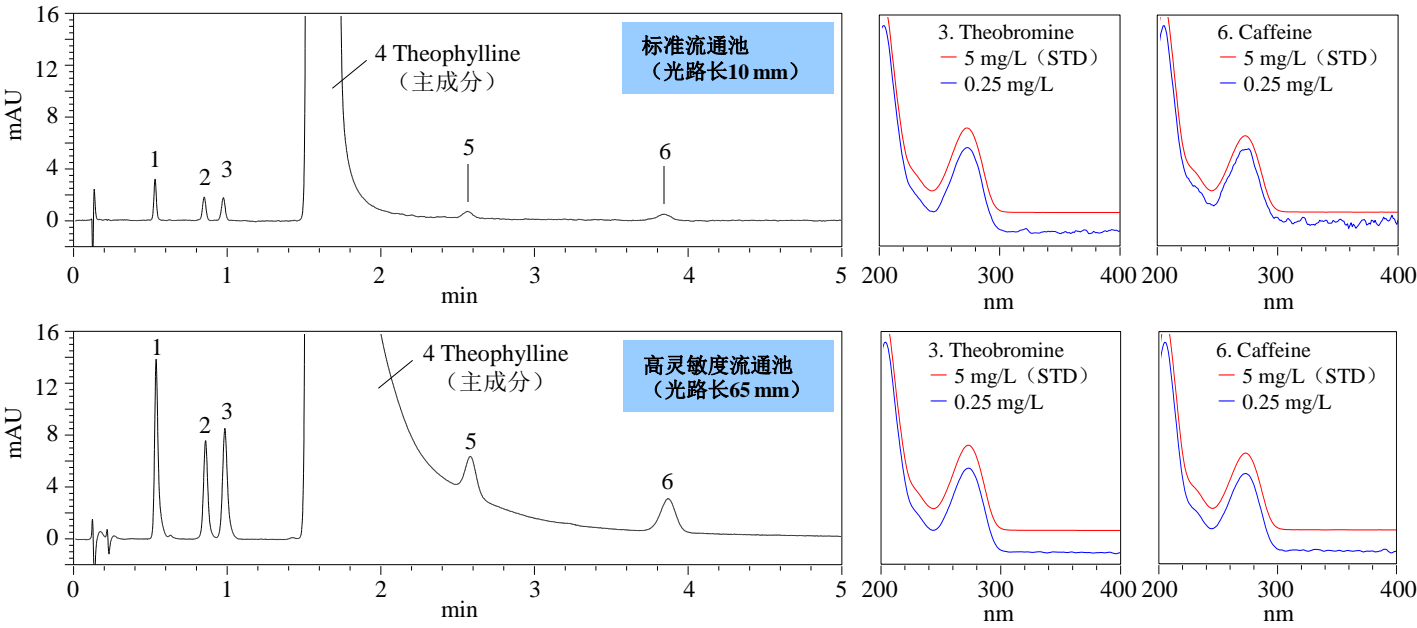
色谱柱	LaChromUltra II C18 (1.9 μm) 2.0 mm I.D. × 50 mm
流动相	20 mM KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> / CH <sub>3</sub> CN = 95 / 5 (v/v)
流速	0.7 mL/min
柱温	30 °C
检测波长	DAD 200 ~ 400 nm (275 nm)
进样量	3 μL

- <茶碱及有关物质>
1. 3-Methylxanthine (3-MX)
  2. 1,3-Dimethyluric acid (1,3-DMU)
  3. Theobromine
  4. Theophylline
  5. β-Hydroxyethyltheophylline (β-HET)
  6. Caffeine

<制备方法>  
以流动相溶解，配制原液。  
将各原液混合，逐级以流动相稀释，  
制备含6种成分的混合标准溶液。

使用6430二极管阵列检测器的高灵敏度流通池（选配）时，可以得到标准流通池约5倍的峰高。

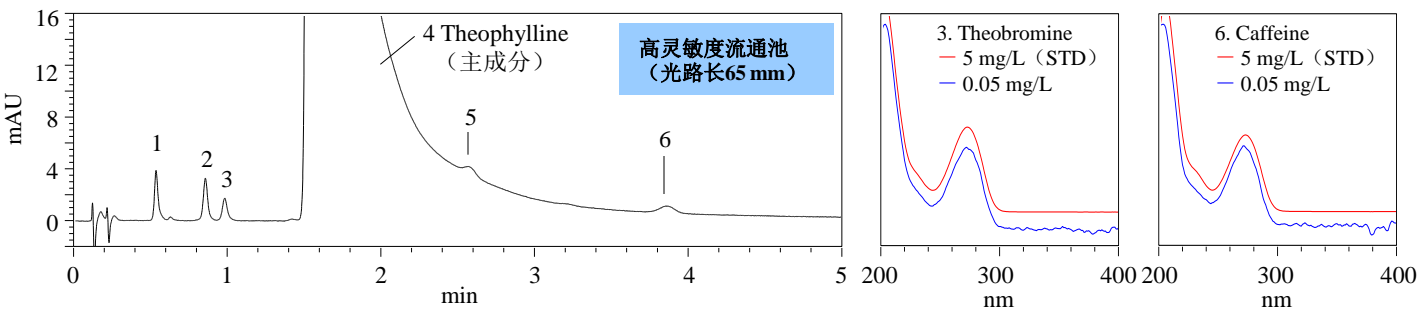
茶碱标准样品中添加了有关物质（各0.005%）的测定例



【茶碱（5000 mg/L）中添加了有关物质标准样品（各0.25 mg/L）的测定例】

【光谱的比较】

茶碱标准样品中添加了有关物质（各0.001%）的测定例



此次测定的茶碱中含有微量的1（3-MX）和2（1,3-DMU）。

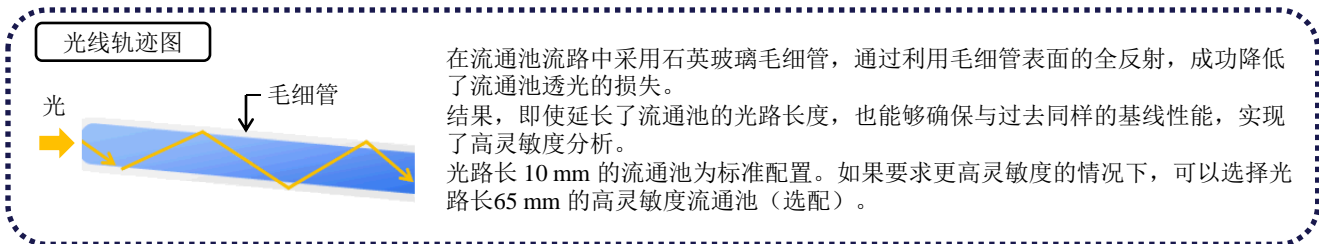
【光谱的比较】

【茶碱（5000 mg/L）中添加了有关物质标准样品（各0.05 mg/L）的测定例】

<模型样品制备方法> 按最终浓度0.5%称量茶碱，以流动相溶解，添加有关物质（5种成分）的混合标准溶液，使其终浓度为茶碱的0.005%或0.001%，以流动相定容。

通过使用6430DAD，能够准确检出并定量相对于主成分茶碱含量为0.005%的各种有关物质，并且，通过进一步使用高灵敏度流通池，还能够检出并定量0.001%的各种有关物质。并且，各种有关物质通过与标准样品的光谱进行比较，还能够进行定性。

◆6430二极管阵列检测器全反射型毛细管流通池◆



主要仪器配置：ChromasterUltra Rs DAD系统（6170 二元泵、6270 自动进样器、6310 柱温箱、6430 二极管阵列检测器、组织器）、6430用高灵敏度流通池

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。