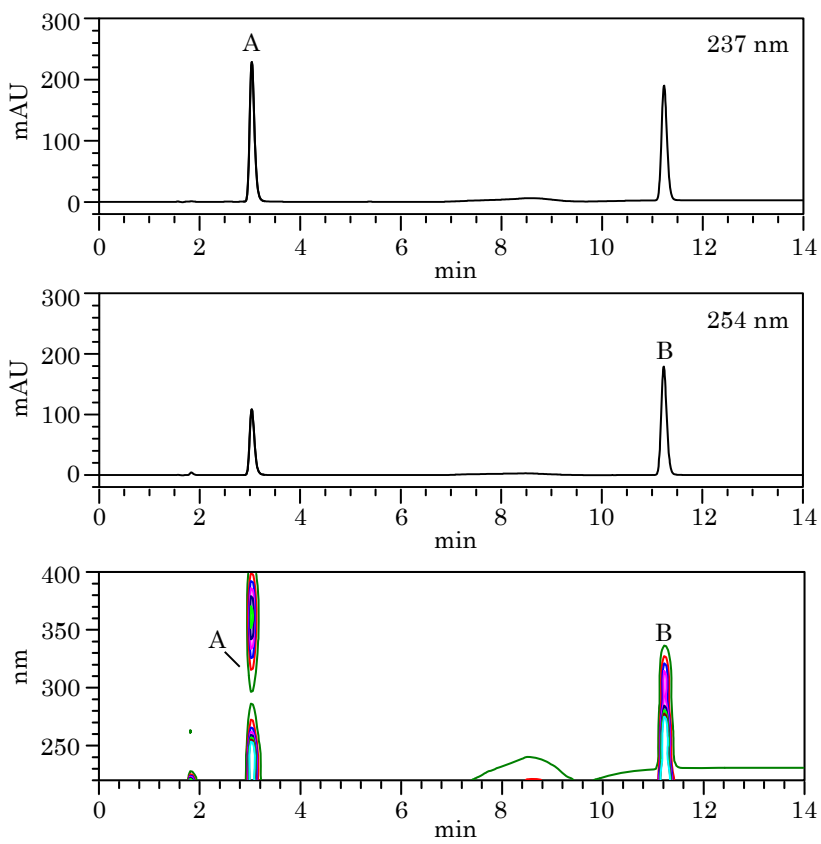


■复方药的测定例 (通过DAD进行定性和定量分析)

AS/LC-009

医药用品通常仅含1种药效成分，但近年含2种以上药效成分的复方药正在增加。复方药具有减少用药数量、防止忘记服药等优点。本报告中，使用HPLC/DAD(diode array detector)对含2种药效成分的复方药进行分析测定。DAD检测器可以同时获得指定波长下的色谱图和指定峰的吸收光谱图。因此，基于色谱图的定量分析与最大吸收光谱的确认、基于标准样品光谱图进行的定性分析可同时实现。

■标准样品测定例

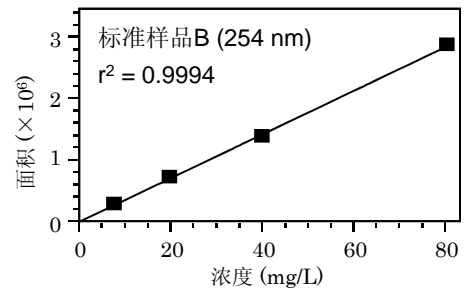
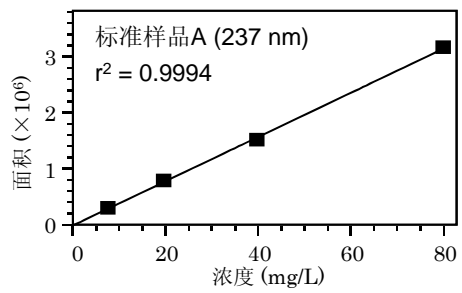


<色谱条件>
 分析柱 : HITACHI LaChrom C18 (5 μm)
 4.6 mm I.D. × 150 mm
 流动相 : 磷酸缓冲溶液 / 甲醇
 (a) 30 / 70 (b) 10 / 90 (v/v)
 (a)(b) 梯度
 流速 : 1.0 mL/min
 柱温 : 25 °C
 检测波长: DAD 220 ~ 400 nm(237 nm、254 nm)*
 进样量 : 20 μL

*) 检测使用了各成分的药典规定波长。

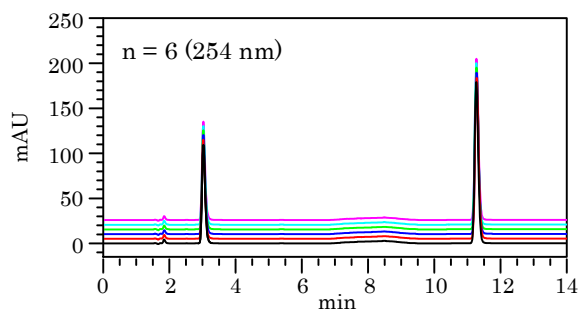
【成分A和B混合标准样品测定例(各 40 mg/L)】

■标准样品的线性关系 (各 8 ~ 80 mg/L)



■标准样品的重现性 (n = 6)

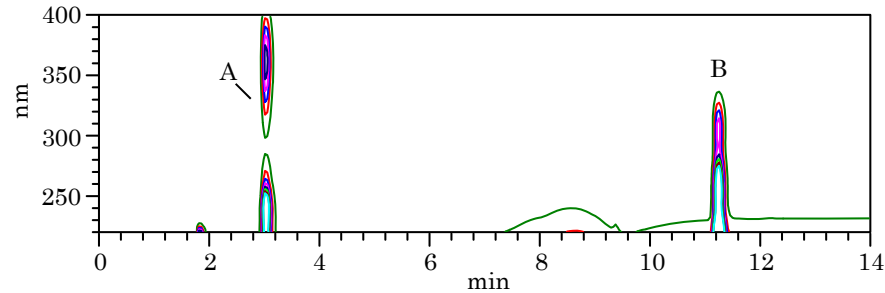
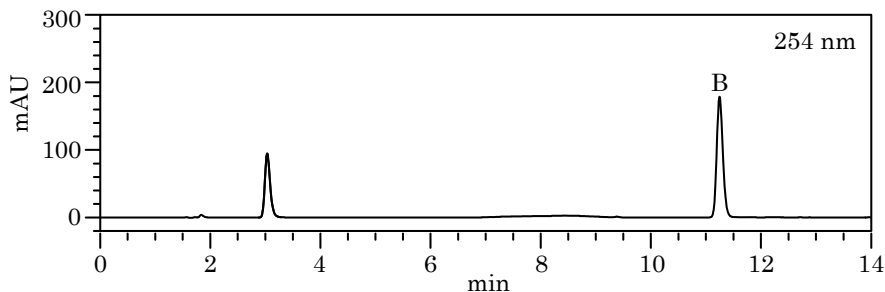
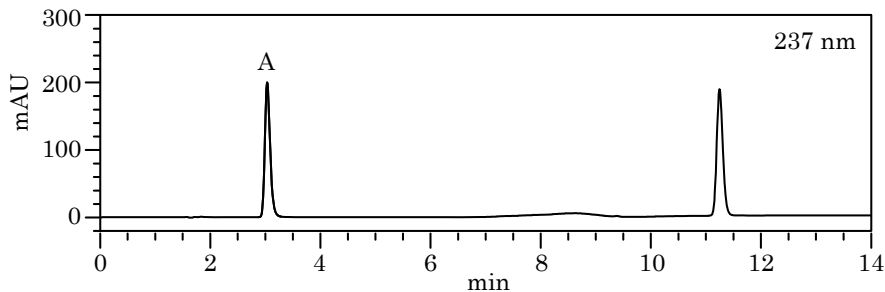
	保留时间 (% RSD)	面积值 (% RSD)
A	0.06	0.27 (237 nm)
B	0.04	0.18 (254 nm)



【色谱图多重显示】

成分A、B均在8 ~ 80 mg/L的浓度范围得到了良好的线性关系。同时，RSD = 0.04 ~ 0.06 % (保留时间)、RSD = 0.18 ~ 0.27 % (面积值)，重现性也得到了理想的结果。

■ 复方药的测定例



【复方药的测定例】

< 复方药的预处理方法 >

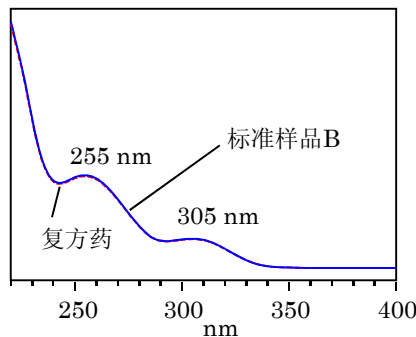
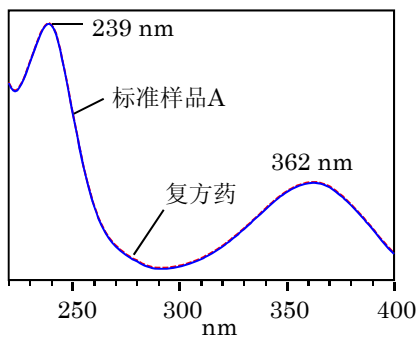
- 样品 (1片)
- ← 溶入约100 mL流动相 (a)
- 静置20分钟后, 超声波处理
- 使用流动相 (a) 定容至 200mL
- 离心分离 (3000 rpm、10 min)
- 使用0.2 μm滤膜过滤2次
- 分析样品 (20 μL)

■ 基于色谱图的定量分析

【复方药的定量值】

	< 含量测定结果 >
A	34.11 mg/L
B	39.24 mg/L

■ 基于光谱的鉴别



【检测出的峰和标准样品的光谱】

通过使用DAD, 可进行各成分的吸收光谱最大吸收峰的确认。

日本药典第16版中, 一般试验法的液相色谱法的一节中规定“使用能够同时获得被检成分的化学结构信息的检测器, 通过确认实际样品中各成分与标准样品的化学结构信息和保留时间一致, 可实现高度特异性的鉴别”, 这一规定表明了LC/DAD在鉴别中的应用。此外, 当前日本药典第17版草案制订的开展过程中, 通过使用高度特异性色谱法的定量分析法进行鉴别的合理化也被考虑作为“合理化鉴别”。¹⁾²⁾

- 1) 日本药典第17版草案制订要领 (方案)
- 2) 由“关于日本药典第17版草案制订要领 (方案) 相关意见的征集”所获得的意见等 (2012年4月)

* 日本药典中未规定复方药的试验方法。

* 本分析样品由庆应义塾大学药学院 物理药物化学部提供。

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

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。
仪器只是研究用仪器, 而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。