

Číslo chromatogramu: \_\_\_\_/20\_\_\_\_

# TROXERUTIN

číslo dokumentu, verze: T01-R/INS\_HPLC verze 2

dle AP: T01-R, verze 10

Číslo protokolu: .....

Číslo šarže: .....

Analyzoval	Podpis	Datum

Vyhodnotil	Podpis	Datum

Kontroloval	Podpis	Datum

**3. Totožnost (HPLC):** \_\_\_\_\_

(Limit: musí vyhovět zkoušce)

Chromatografické podmínky a provedení: viz bod „7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxyethyl)]rutin (HPLC)“

**Vyhodnocení:**

Retenční čas a velikost hlavního píku na chromatogramu testovacího roztoku musí přibližně odpovídat retenčnímu času a velikosti hlavního píku na chromatogramu referenčního roztoku A.

☐☐

Referenční roztok A	Retenční čas: 11,200 – 20,800 minut	Na začátku sekvence: RT: _____ minut	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevhovuje
		Na konci sekvence: RT: _____ minut	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevhovuje
Testovací roztok	11,200 – 20,800 minut	1. nástřik: RT: _____ minut	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevhovuje
		2. nástřik: RT: _____ minut	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevhovuje

**12. 7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxyethyl)]rutin (HPLC):** \_\_\_\_\_ % plochy

(Limit: min. 80,0 % plochy)

Příprava roztoků	Skutečná hodnota	Parafa
<u>Pufr dihydrogenfosforečnanu sodného:</u> Do 1 l odměrné baňky se naváží asi 15,6 g dihydrogenfosforečnanu sodného ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ), rozpustí se ve vodě a odměrná baňka se doplní vodou po rysku. Po doplnění se kyselinou fosforečnou zředěnou ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) upraví pH roztoku na hodnotu 4,4.	$\text{NaH}_2\text{PO}_4$ : _____ g*	
Zde nalep výsledek z pH metru.  Orazítkuj jej. Podepiš se*.		

\*Není-li pufr připravován, tak proškrtni s datem a podpisem a napiš odkaz na číslo chromatogramu, kde je nalepen záznam z pH metru.

Příprava roztoků	Skutečná hodnota	Parafa
<u>Mobilní fáze (rozpuštědlo vzorku):</u> Připraví se směs 18 objemových dílů acetonitrilu a 82 objemových dílů roztoku dihydrogenfosforečnanu sodného ( $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ) o koncentraci 15,6 g/l, jehož pH bylo upraveno zředěnou kyselinou fosforečnou na hodnotu 4,4.	acetonitril: _____ ml pufr $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ : _____ ml	
<u>Blank:</u> Do vialky se pipetuje 1,0 ml mobilní fáze.	mobilní fáze: _____ ml	
<u>Testovací roztok:</u> Do 50 ml odměrné baňky se naváží asi 50,0 mg vzorku, rozpustí se v mobilní fázi a doplní se mobilní fází po rysku. <b>Poznámka:</b> Připraví se ze dvou navážek vzorku.	1: _____ mg 2: _____ mg	
<u>Referenční roztok B:</u> Do 10 ml odměrné baňky se pipetuje 1,0 ml referenčního roztoku A a doplní se mobilní fází po rysku. 1,0 ml tohoto roztoku se pipetuje do 100 ml odměrné baňky a doplní se mobilní fází po rysku.	referenční roztok A: _____ ml referenční roztok B zásobní: _____ ml	

Příprava roztoků	Odkaz na přípravu	Parafa
<u>Kyselina fosforečná zředěná:</u> Do 100 ml odměrné baňky obsahující cca 10 ml vody se pipetuje 10,0 ml kyseliny fosforečné 85% a doplní se vodou po rysku.	„Příprava roztoků“: č. _____, str. _____ expirace roztoku: _____	
<u>Referenční roztok A:</u> Do 50 ml odměrné baňky se naváží asi 50,0 mg Troxerutin pracovního standardu, rozpustí se v mobilní fázi a doplní se mobilní fází po rysku.	„Příprava roztoků“: č. _____, str. _____ expirace roztoku: _____	

Použité chemikálie:

Dihydrogenfosforečnan sodný, dodavatel: \_\_\_\_\_, č. š.: \_\_\_\_\_,  
 expirace: \_\_\_\_\_, datum přípravy: \_\_\_\_\_, jméno analytika: \_\_\_\_\_  
 Acetonitril: dodavatel: \_\_\_\_\_, č. š.: \_\_\_\_\_, expirace: \_\_\_\_\_

Použitý přístroj:

Váhy, ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_, záznam v sešitě č. \_\_\_\_\_, str. \_\_\_\_\_  
 ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_, záznam v sešitě č. \_\_\_\_\_, str. \_\_\_\_\_  
 pH metr, ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_, záznam v sešitě č. \_\_\_\_\_, str. \_\_\_\_\_  
 Zařízení pro výrobu vody ( $\text{Milli Q}^+$ ), ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_  
 HPLC, ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_, záznam v sešitě č. \_\_\_\_\_, str. \_\_\_\_\_

Použitá elektroda: ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_

Použitá pipeta: ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti kalibrace: \_\_\_\_\_

Použitá kolona: ev. č.: \_\_\_\_\_, vypršení platnosti testování: \_\_\_\_\_

Nastavení přístroje		Skutečná hodnota	Parafa
Přístroj:	Kapalinový chromatograf s UV detektorem měřící při 350 nm, binární gradient s odplyněním (Waters Alliance)		
Kolona:	Silikagelová reverzní fáze C18, Waters Symmetry C18 (250 x 4,6) mm, velikost částic 5 µm		
Teplota kolony:	30°C		
Průtok:	0,5 ml/min		
Detektor:	Spektrofotometrický, vlnová délka: 350 nm		
Nástřik:	10 µl		
Složka A:	15,6 g/l NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> o pH = 4,4		
Složka B:	Acetonitril		
Izokratická eluce:	A : B = 82 : 18		
Doba analýzy:	45 minut		

Vlastní měření a vyhodnocení	Název (projektu/ instrumentové metody/ sekvence/procesní metody)	Parafa
Výběr projektu:		
Výběr instrumentové metody:		
Vytvoření sekvence:		
Vyhodnocení blanku:		
Vyhodnocení referenčního roztoku B:		
Vyhodnocení referenčního roztoku A:		
Vyhodnocení testovacího roztoku:		

#### Test způsobilosti systému:

Referenční roztok B	Poměr signálu hlavního píku 7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxyethyl)] rutinu k šumu: min. 10	S/N: _____	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
Referenční roztok A	Poměr výšky píku 7,4'-Bis-[O-(2-hydroxyethyl)]rutinu k sedlu (peak-to-valley ratio): min. 2,0	Na začátku sekvence: p/v: _____	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
		Na konci sekvence: p/v: _____	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje

Testovací roztok	Rozlišení mezi hlavním píkem 7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxyethyl)]rutinu a píkem 7,4'-Bis[O-(2-hydroxyethyl)]rutinu: nejméně 1,2	1. navážka: rozlišení: _____	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
		2. navážka: rozlišení: _____	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
Stabilita systému (plocha)	Plocha píků se smí lišit maximálně o 15 %.	Troxerutin: _____ %	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
Stabilita systému (retenční čas)	Retenční čas píků se smí lišit maximálně o 10 %.	Troxerutin: _____ %	<input type="checkbox"/> Vyhovuje <input type="checkbox"/> Nevyhovuje
Odkaz na místo uložení excelovského souboru použitého k vyhodnocení testu způsobilosti systému: H:\HPLC\Troxerutin\Výstup\			

**Vyhodnocení:**

1. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  
 2. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  $\emptyset$  = \_\_\_\_\_ % plochy

Vyhovuje ☐  
 Nevyhovuje ☐

**13. Příbuzné látky – jednotlivá nečistota (HPLC):** \_\_\_\_\_ % plochy (Limit: max. 10,0 % plochy)

Chromatografické podmínky a provedení: viz bod „7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxy-ethyl)]rutin (HPLC)“

**Vyhodnocení:**

1. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  
 2. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  $\emptyset$  = \_\_\_\_\_ % plochy

Vyhovuje ☐  
 Nevyhovuje ☐

**14. Každá další jednotlivá nečistota (HPLC):** \_\_\_\_\_ % plochy (Limit: max. 5,0 % plochy)

Chromatografické podmínky a provedení: viz bod „7,3',4'-Tris[O-(2-hydroxy-ethyl)]rutin (HPLC)“

**Vyhodnocení:**

1. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  
 2. stanovení: \_\_\_\_\_ % plochy }  $\emptyset$  = \_\_\_\_\_ % plochy

Vyhovuje ☐  
 Nevyhovuje ☐