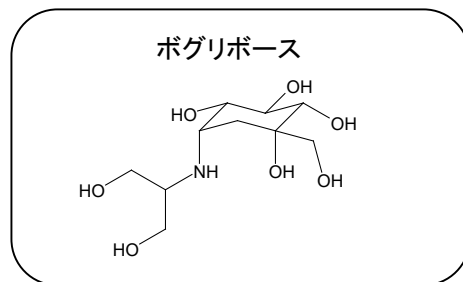


第18改正日本薬局方に準拠した ボグリボース錠の分析

今回は、HITACHI HPLC Chromasterを用いたボグリボース錠の分析をご紹介します。

ボグリボース錠は日本薬局方に掲載されており、溶出性及び定量法にてポストカラムHPLC-蛍光法が採用されています。薬局方ではポストカラムでの反応の後、定められた配管チューブと温度で冷却を行うことが必要とされています。Chromasterでは、2台のオープンを設置することで対応が可能です。

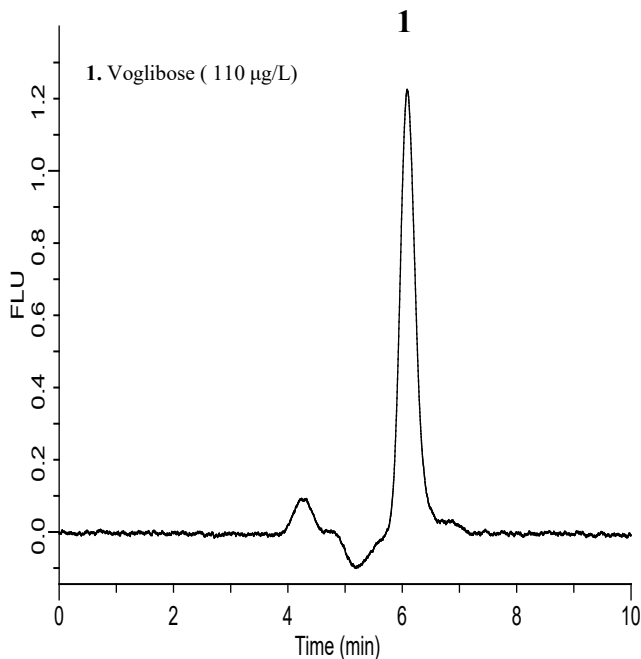


Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.

(K. Suzuki)

溶出性のシステム適合性試験

性能/再現性確認の例



システム適合性試験

- 標準溶液100 μ Lにつき、ピークの理論段数及びシンメトリー係数が2,000段以上、1.5以下である
- 分析を6回繰り返すとき、ピーク面積の相対標準偏差が3.0%以下である

今回の結果

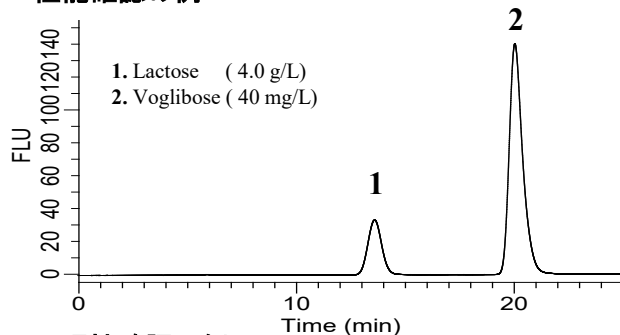
理論段数 : 2.433 ($\geq 2,000$)
 シンメトリー係数 : 1.19 (≤ 1.5) (表1)
 相対標準偏差 : 0.99% (≤ 3.0) (表1)

表1: 面積値の再現性

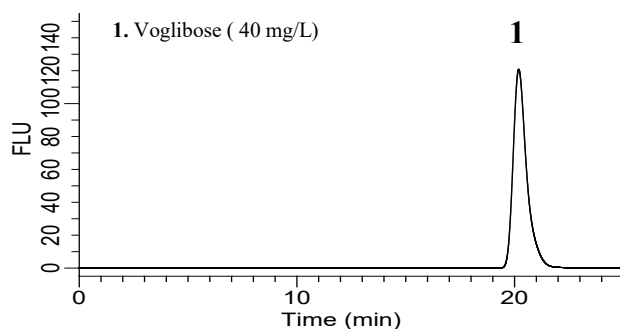
	面積値
平均	92130
RSD(%)	0.99

定量法のシステム適合性試験

性能確認の例



再現性確認の例



システム適合性試験

- 本試験用の溶液50 μ Lにつき、乳糖、ボグリボースの順に溶出し、分離度は4以上である
- 分析を6回繰り返すとき、ピーク面積の相対標準偏差が2.0%以下である

今回の結果

溶出順 : OK
 分離度 : 5.7 (≥ 4)
 相対標準偏差 : 1.23% (≤ 2.0) (表2)

表2: 面積値の再現性

	面積値
平均	21149069
RSD(%)	1.23

HPLC条件

・溶出性

HPLC条件

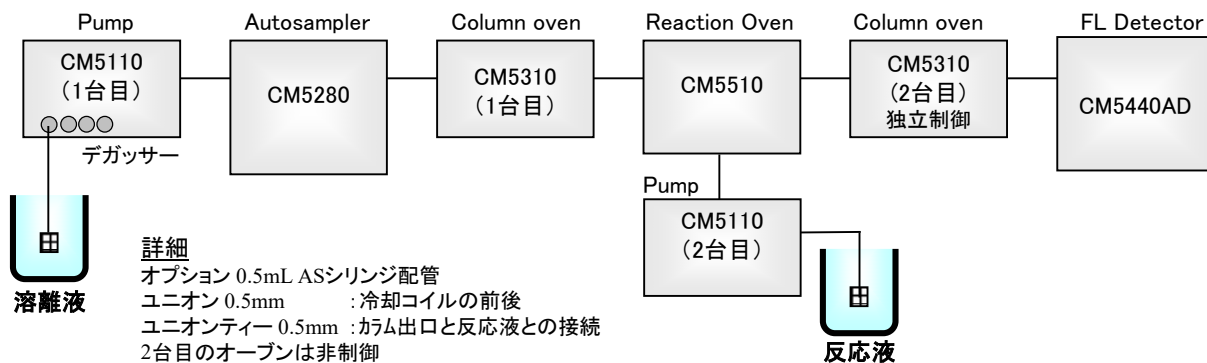
カラム : Inertsil NH2 (5 μm, 150 × 4.0 mm I.D.)
Cat. No. : 5020-05535
溶離液 : A) CH₃CN
 B) 10 mM Na₂HPO₄ (pH 6.5; 10 mM NaH₂PO₄)
 A/B = 500/500, v/v (premix)
反応液 : 12 mM NaIO₄ + 50 mM Taurine
反応コイル : PTFE 0.5 mm ID x 22 m
 (20 m (オープン内) + 2 m(接続用))
流量 : 溶離液: 0.85 mL/min
 反応液: 0.85 mL/min
 ※保持時間が約6分になるように調整
カラム温度 : 25 °C
反応温度 : 100 °C
冷却温度 : 25 °C
冷却コイル : PTFE 0.33 mm ID x 2.5 m
 (2 m (オープン内) + 0.5 m(接続分))
検出 : FL Ex 350 nm, Em 430 nm (PMT Low)
注入量 : 100 μL

・定量法

HPLC条件

カラム : Inertsil NH2 (5 μm, 150 × 4.0 mm I.D.)
Cat. No. : 5020-05535
溶離液 : A) CH₃CN
 B) 10 mM Na₂HPO₄ (pH 6.5; 10 mM NaH₂PO₄)
 A/B = 600/300 v/v (premix)
反応液 : 12 mM NaIO₄ + 50 mM Taurine
反応コイル : PTFE 0.5 mm ID x 22 m
 (20 m (オープン内) + 2 m(接続用))
流量 : 溶離液: 0.56 mL/min
 反応液: 0.56 mL/min
 ※保持時間が約20分になるように調整
カラム温度 : 25 °C
反応温度 : 100 °C
冷却温度 : 15 °C
冷却コイル : PTFE 0.33 mm ID x 2.5 m
 (2 m (オープン内) + 0.5 m(接続分))
検出 : FL Ex 350 nm, Em 430 nm (PMT Low)
注入量 : 50 μL

流路図



使用装置

●HPLC装置 日立HPLCシステム Chromaster

No.	品名	型番
1	オーガナイザー	
2	検出器 (FL)	5440AD
3	カラムオープン	5310
4	オートサンプラー	5280
5	ポンプ	5110
6	反応オープン	5510



〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
 TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましては、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行なっております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@gl.s.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app_search.html