

高速高分離分析の応用（その23） 非ステロイド系抗炎症剤の分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 23) Analysis of Non-steroidal Anti-inflammatory Drugs

非ステロイド系抗炎症剤 (Non-steroidal anti-inflammatory drugs : NSAIDs) は鎮痛・解熱および消炎作用などの主作用の他に、血漿板凝集抑制作用や尿酸排泄作用などを有するため、その適応疾患の幅広さが知られています。

ここでは、超高速LCシステム“Prominence UFLC”と

高速高分離用カラム“Shim-pack XRシリーズ”に新規ラインアップされた“Shim-pack XR-Phenyl”を用いた非ステロイド系抗炎症剤の高速分析例についてご紹介します。

T.Yamaguchi

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1に、非ステロイド系抗炎症剤6成分（ピロキシカム、ケトプロフェン、ジフルニサル、イブプロフェン、ジクロフェナク、インドメタシン）の構造式を示します。

Fig.2には、これら6成分の標準混合溶液（各10 mg/L、アセトニトリルに溶解後精製水で調製）を“Shim-pack XR-Phenyl”（上段）および“Shim-pack XR-ODS”（下段）を用いて分析した結果を、またTable 1に分析条件を示します。

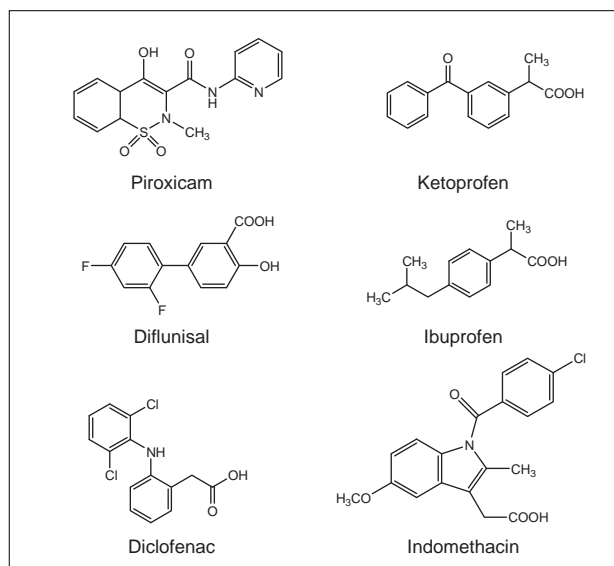


Fig.1 非ステロイド系抗炎症剤6成分の構造式
Structures of 6 Non-steroidal Anti-inflammatory Drugs

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-Phenyl (50 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm) Shim-pack XR-ODS (50 mm L. × 3.0 mm I.D. 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; 20 mmol / L (Potassium) phosphate buffer (pH 2.5) B ; Acetonitrile A / B = 62 / 38 (v / v)
Flow Rate	: 1.5 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 5 μL
Detection	: SPD-M20A at 220nm
UV Cell	: Semi-micro Cell

“Shim-pack XR-Phenyl”は、シリカゲルにフェニル基が修飾された逆相クロマトグラフィー用カラムです。基本的には、疎水性相互作用に基づき分離が行われますが、分析種によってはフェニル基との相互作用が加わると考えられており、ODSカラムとは異なった選択性を示すことがあります。

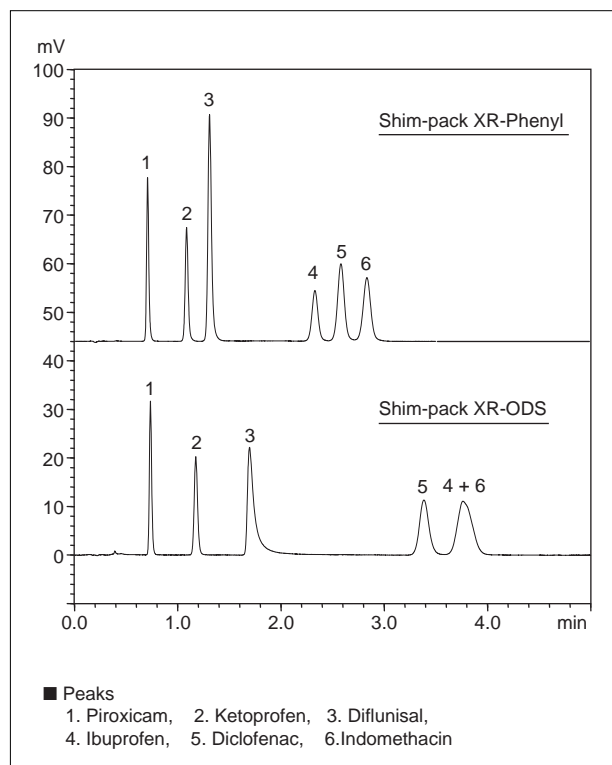


Fig.2 非ステロイド系抗炎症剤6成分のクロマトグラム
- Shim-pack XR-PhenylとShim-pack XR-ODSの比較
Chromatograms of a Standard Mixture of 6 Non-steroidal Anti-inflammatory Drugs
- Comparison of Shim-pack XR-Phenyl and Shim-pack XR-ODS

直線性

Linearity

Fig. 3に“ Shim-pack XR-Phenyl ”による非ステロイド系抗炎症剤6成分(各 0.1 mg/L ~ 100 mg/L)の検量線(5 μ L 注入)を示します。いずれの成分においても、寄与率(R^2) 0.999以上と良好な直線性が得られました。

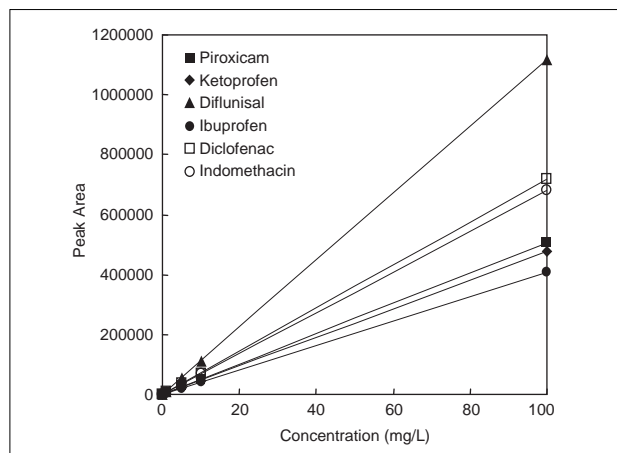


Fig.3 直線性
Linearity

市販薬の分析

Analysis of Over-the-Counter (OTC) Medicine

市販薬をFig.4の手順で前処理を行い、Shim-pack XR-Phenylを用いて分析した例をFig.5およびFig.6に示します。分析条件はTable 1と同じです。

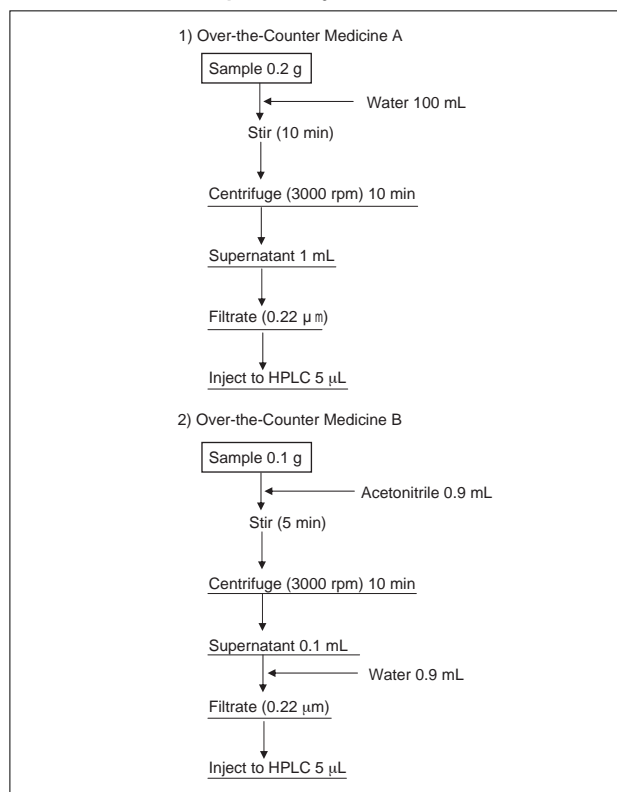


Fig.4 前処理
Sample Preparations

再現性

Repeatability

Table 2に、“ Shim-pack XR-Phenyl ”による非ステロイド系抗炎症剤6成分標準混合溶液(各1.0 mg/L)の5回繰り返し分析における保持時間とピーク面積の相対標準偏差(%RSD)を示します。

Table 2 再現性
Repeatability

Compounds	Retention Time	Peak Area
	%RSD	%RSD
Piroxicam	0.05	0.36
Ketoprofen	0.03	0.29
Diflunisal	0.03	0.44
Ibuprofen	0.03	0.81
Diclofenac	0.02	0.79
Indomethacin	0.05	0.31

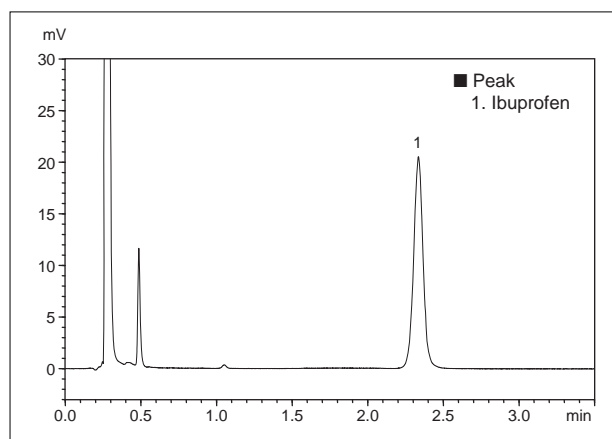


Fig.5 市販薬Aのクロマトグラム
Chromatogram of OTC Medicine A

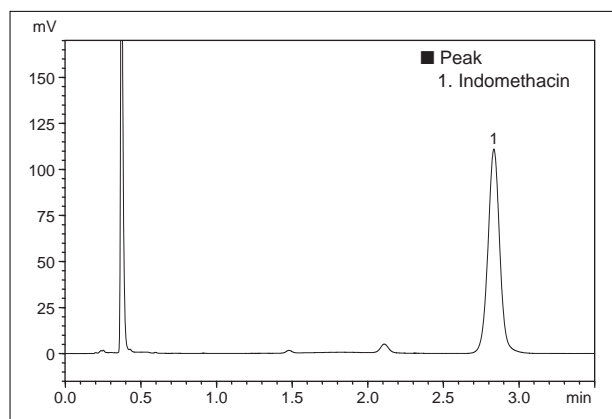


Fig.6 市販薬Bのクロマトグラム
Chromatogram of OTC Medicine B

A 改訂版発行：2009年1月
初版発行：2009年1月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。