

“ Prominence RF-20Axs ” 蛍光検出器の応用 (その 5) ポストカラム誘導体化システムによるボグリボースの分析

Applications by the "Prominence RF-20Axs" Fluorescence Detector (Part 5) Analysis of Voglibose with Postcolumn Derivatization System

ボグリボースは α -グルコシダーゼの活性を阻害する作用を有する糖尿病治療薬の一つで、第十五改正日本薬局方にはHPLCポストカラム誘導体化法を用いた試験法(ボグリボース純度試験, ボグリボース錠定量試験)が収載されています。ここでは“ Prominence RF-20Axs ”

を用いたProminenceポストカラム誘導体化システムによる、第十五改正日本薬局方収載「ボグリボース錠」試験の例をご紹介します。

K. Watanabe

標準溶液の分析

Analysis of Standard Solution

Fig. 1に、本ポストカラム誘導体化システムの流路図を示します。日本薬局方では、反応液(タウリン/過ヨウ素酸ナトリウム水溶液)と100℃付近の一定温度で反応後、15℃付近の一定温度で冷却することが記載されていますが、RF-20Axsではセル温調が可能ですので、セル温度を15℃に設定しました。これにより、冷却用の恒温槽が不要となるだけでなく、精度向上がはかれます。

ボグリボース標準溶液¹(250 μ g/L², 移動相で調製)を50 μ L注入したクロマトグラムをFig. 2³に、分析条件をTable 1⁴に示します。

- 1: ボグリボース標準品は、沢井製薬株式会社様よりご提供いただきました。
- 2: 日本薬局方収載の定量法における標準溶液濃度は、40 mg/Lです。
- 3: Fig. 2, Fig. 4の5分付近のピークは、試料溶媒由来です。
- 4: 日本薬局方では内径4 mmのカラムを使う方法が示されていますが、ここでは内径4.6 mmのカラムを用いて分析しています。

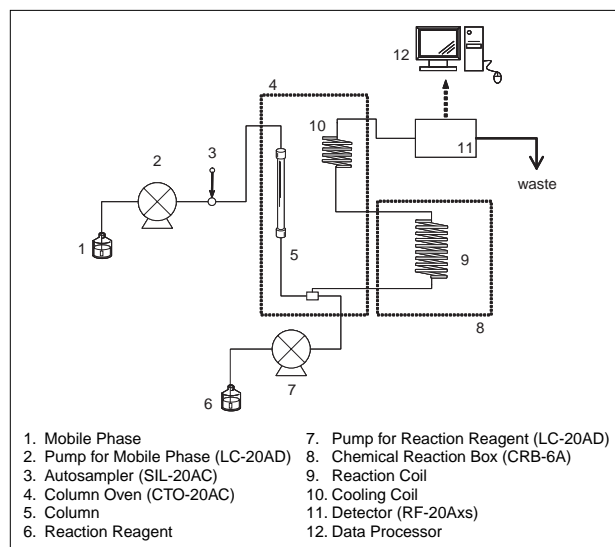


Fig. 1 流路図
Flow Diagram

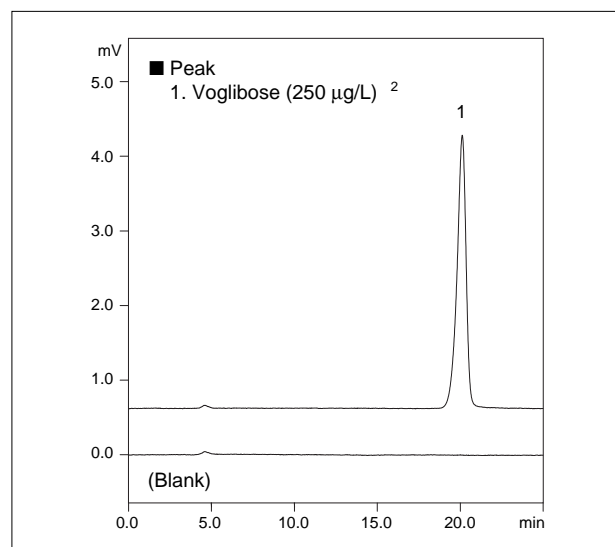


Fig. 2 ボグリボース標準溶液のクロマトグラム (250 μ g/L, 50 μ L注入)
Chromatogram of Voglibose Standard (250 μ g/L, 50 μ L injected)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

< Separation >	< Detection >
Column : Shim-pack CLC-NH ₂ (M) (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μ m)	Reaction Reagent : Taurine / Sodium periodate aq. solution
Mobile Phase : (Sodium) phosphate buffer (pH 6.5) / Acetonitrile = 300 / 600 (v/v)	Flow Rate : 0.8 mL/min
Flow Rate : 0.8 mL/min	Reaction Coil : PTFE, 20 m L. × 0.5 mm I.D.
Column Temp. : 25 °C	Reaction Temp. : 100 °C
Injection Volume : 50 μ L	Cooling Coil : PTFE, 2 m L. × 0.3 mm I.D.
	Cooling Temp. : 25 °C (CTO-20AC) → 15 °C (RF-20Axs)
	Detection : RF-20Axs Ex. at 350 nm, Em. at 430 nm
	Cell Temp. : 15 °C

直線性

Linearity

Fig. 3に、ボグリボース標準溶液 2~250 µg/L (50 µL 注入) による検量線を示します。寄与率 (R^2) = 0.9999 と良好な直線性が得られました。

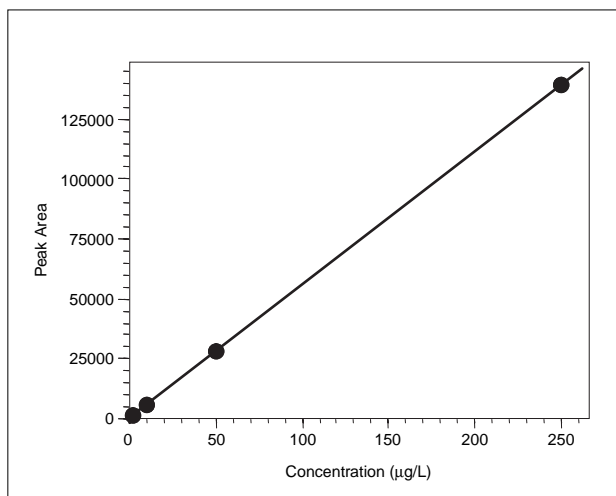


Fig. 3 検量線 (2~250 µg/L, 50 µL 注入)
Calibration Curve (2~250 µg/L, 50 µL injected)

高度感分析例

Analysis of Voglibose at High Sensitivity

Fig. 4に、ボグリボース標準溶液 2 µg/L, 50 µL 注入のクロマトグラムを示します。この分析におけるボグリボースのピーク面積再現性 ($n=5$) は 1.4 %RSD でした。RF-20Axsを用いることにより、微量ボグリボースの高感度かつ高精度な分析が可能となります。

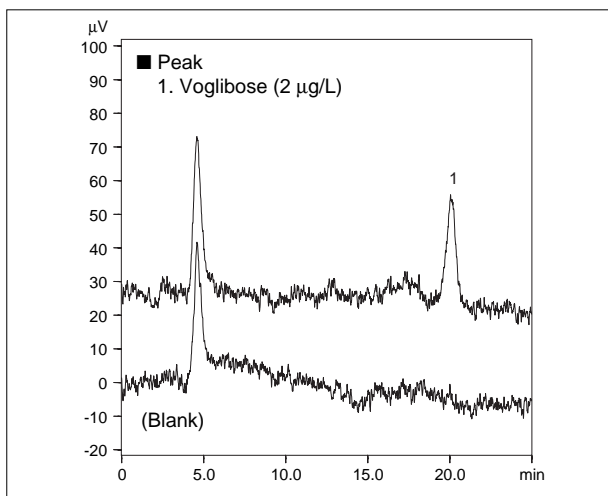


Fig. 4 ボグリボース標準溶液の高感度クロマトグラム (2 µg/L, 50 µL 注入)
Chromatogram of Voglibose Standard at High Sensitivity (2 µg/L, 50 µL injected)

システム適合性試験

System Suitability Test

第十五改正日本薬局方「ボグリボース錠」に記載の「システム適合性」評価を行いました。Fig. 5左に、乳糖とボグリボースを含む試験溶液のクロマトグラムを示します。両ピークの分離度は8.2で、評価基準 (4以上) を満たすことを確認しました。Fig. 5右に、40 mg/L ボグリボース

標準溶液 (50 µL 注入) のクロマトグラムを示します。この分析におけるボグリボースのピーク面積再現性は0.16 %RSD ($n=6$) で、評価基準 (2.0 %RSD 以下) を満たすことを確認しました。

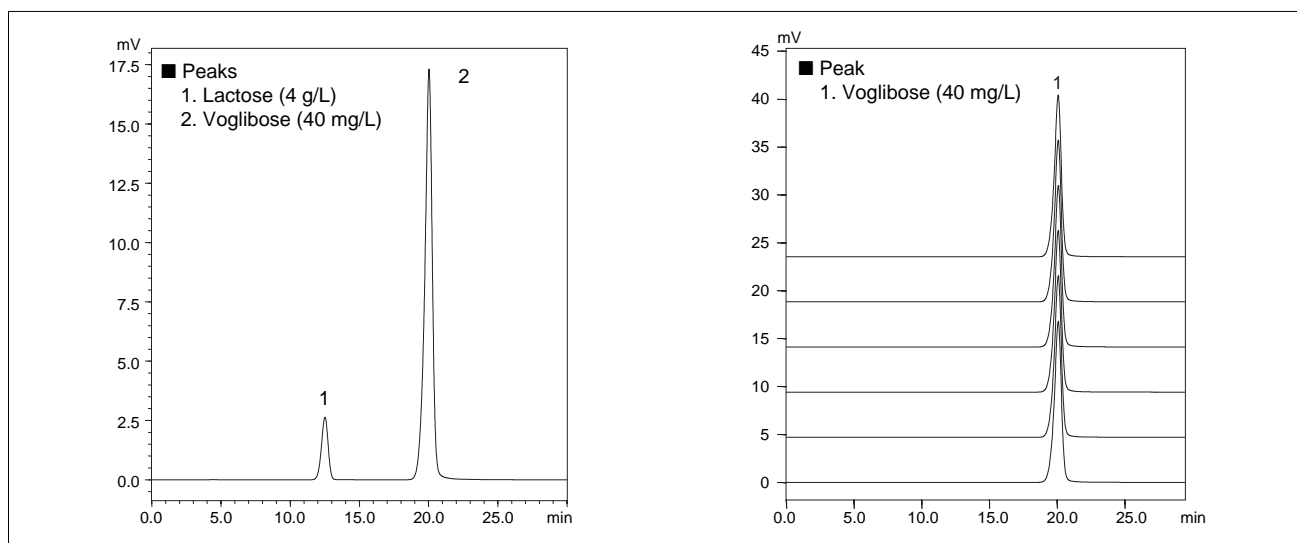


Fig. 5 システム適合性試験 - システムの性能 (左) システムの再現性 (右)
System Suitability Test-System Performance (Left), System Repeatability (Right)

[参考文献]

- 1) 第十五改正日本薬局方 (日本公定書協会編集)

初版発行: 2010年4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。