

## 高速高分離分析の応用 (その37)

## “Nexera” による血清中クロバザムおよびシベンゾリンの分析

## High Speed with High Resolution Analysis (Part 37)

## Analysis of Clobazam and Cibenzoline in Serum by “Nexera”

血中薬物分析において、HPLCは重要な手法のひとつですが、多くの検体を扱う現場では、生産性の向上を目的としてその高速化が求められています。

ここでは、超高速LCシステム“Nexera”および高速高分

離カラム“Shim-pack XR-ODSⅢ” (粒子径 1.6 μm)を用いた血清中クロバザム、シベンゾリンの超高速分析例をご紹介します。

K. Tanaka

## ■クロバザムの分析

## Analysis of Clobazam

クロバザムはベンゾジアゼピン系抗てんかん薬の一種です。クロバザムが体内で代謝されることにより生成するN-デスメチルクロバザムも同様の効果を持ちます。Fig. 1に、これらの構造式を示します。

血清試料は液液抽出によりクリーンアップ後、分析を行いました。カラムには、コンベンショナル分析用“Shim-pack VP-ODS” (粒子径4.6 μm)と超高速分析用“Shim-pack XR-ODSⅢ” (粒子径1.6 μm)を用いました。Fig. 2にクロマトグラムを、Table 1に分析条件を示します。

Shim-pack XR-ODSⅢを用いた超高速分析により、分析時間がコンベンショナル分析の約1/12に短縮されました。なお、本分析におけるシステム負荷圧は、約85 MPaでした。

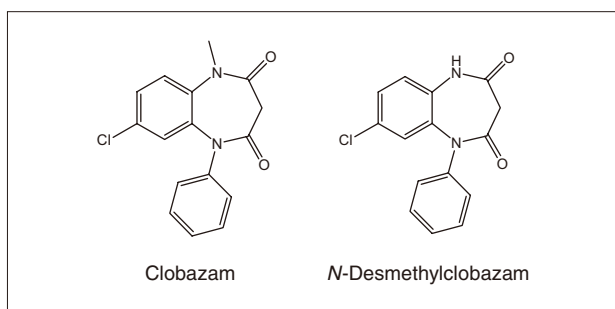


Fig. 1 クロバザムおよびN-デスメチルクロバザムの構造式  
Structures of Clobazam and N-Desmethyloclobazam

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm) Shim-pack XR-ODSⅢ (50 mm L. × 2.0 mm I.D., 1.6 μm)
Mobile Phase	: 10 mmol/L NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> aq./ Acetonitrile = 2/1 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min (VP-ODS) 0.9 mL/min (XR-ODSⅢ)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 50 μL (VP-ODS) 10 μL (XR-ODSⅢ)
Detection	: SPD-20 AV at 230 nm
Flow Cell	: Conventional Cell (VP-ODS) Semi-micro Cell (XR-ODSⅢ)

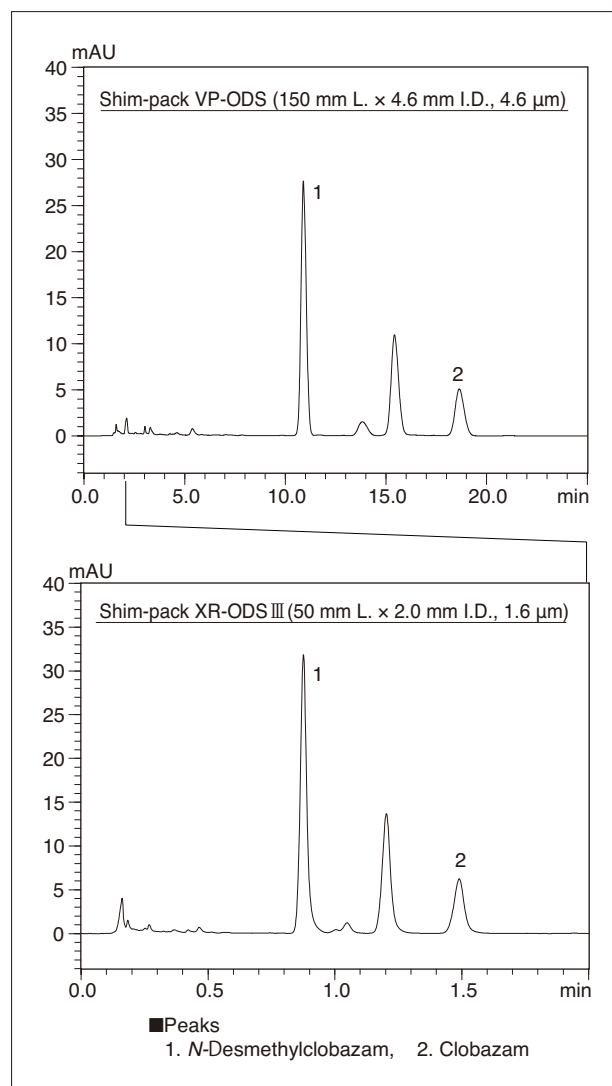


Fig. 2 血清試料中クロバザム、N-デスメチルクロバザムのクロマトグラム  
(上段: Shim-pack VP-ODS, 下段: Shim-pack XR-ODSⅢ)  
Chromatograms of Clobazam and N-Desmethyloclobazam in Serum Sample  
(Upper: Shim-pack VP-ODS, Lower: Shim-pack XR-ODSⅢ)

## シベンゾリンの分析

### Analysis of Cibenzoline

シベンゾリン (Fig. 3) は抗不整脈薬の一種です。

血清試料は液液抽出によるクリーンアップ後、カラムに“Shim-pack XR-ODSⅢ” (粒子径 1.6 μm) を用いて分析を行いました。Fig. 4にクロマトグラムを、Table 2に分析条件を示します。本分析条件により、コンベンショナル分析で15分程度要していた分析時間を約1/10に短縮することができました。この時のシステム負荷圧は約77 MPaでした。

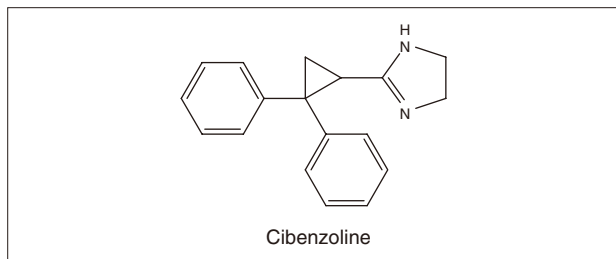


Fig. 3 シベンゾリンの構造式  
Structure of Cibenzoline

Table 2 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODSⅢ (50 mm L. × 2.0 mm I.D., 1.6 μm)
Mobile Phase	: Phosphate buffer / Acetonitrile / Methanol = 20 / 5 / 4 (v/v/v)
Flow Rate	: 0.7 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 10 μL
Detection	: SPD-20 AV at 225 nm
Flow Cell	: Semi-micro Cell

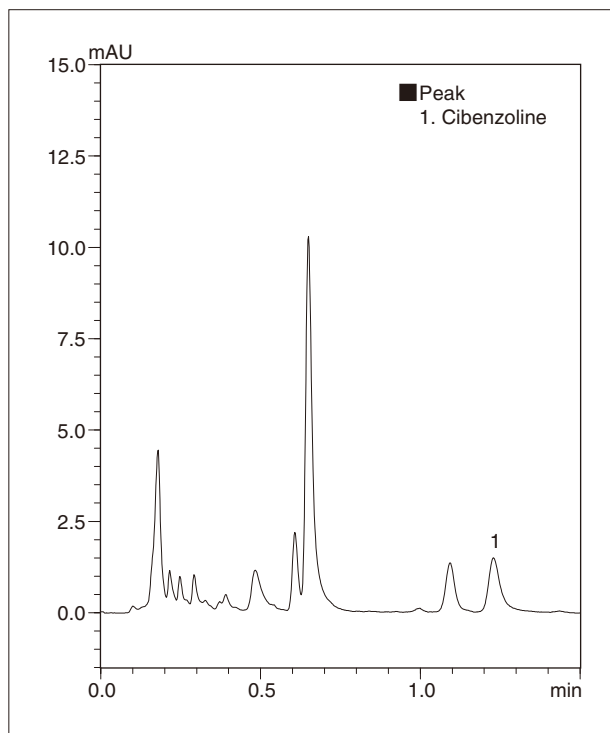


Fig. 4 血清試料中シベンゾリンのクロマトグラム  
Chromatogram of Cibenzoline in Serum Sample

## オーバーラップ注入によるトータル分析時間の短縮

### Reducing the Total Analysis Time by Overlapping Injection

HPLC分析の生産性向上には、分離に要する時間だけでなく、オートサンプラの注入サイクルを含めたトータル分析時間の短縮が不可欠です。Nexeraシステムのオートサンプラ“SIL-30AC”は、分析中に次の注入動作を開始できるオーバーラップ注入機能を搭載しており、世界最速レベルの高

速注入性能と相まって、トータル分析時間の短縮を実現します。

Fig. 5に、Fig. 4の試料をオーバーラップ注入機能を用いて連続注入した結果を示します。オーバーラップ注入を行った場合、15分間に10回の分析が可能となりました。

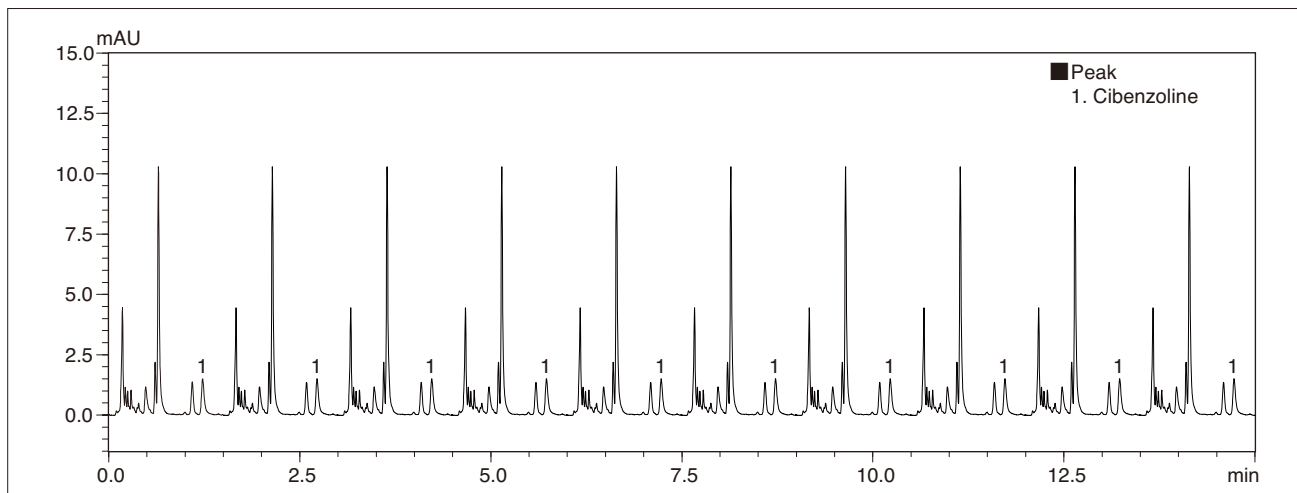


Fig. 5 オーバーラップ注入による血清試料中シベンゾリンのクロマトグラム (10回分析)  
Chromatograms of Cibenzoline in Serum Sample by Overlapping Injection (10 Times)

※掲載データは薬事承認された装置で採取したものではありません。

初版発行：2011年4月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691  
TEL: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。