

Application News

No. L532

高速液体クロマトグラフィー

日本薬局方に準拠した精製ブドウ糖 およびブドウ糖水和物の分析

ブドウ糖は自然界に最も多く存在する糖として知られています。ブドウ糖は医薬品としても用いられ、非経口的にエネルギーを補給する際に用いられています。

平成 29 年 12 月に告示された第十七改正日本薬局方第一追補に精製ブドウ糖およびブドウ糖水和物（以下ブドウ糖）の試験法が追加されました¹⁾。この試験法において、ブドウ糖の純度試験および定量法に示差屈折率検出器を用いた HPLC 法が採用されています。ここでは、薬局方に基づいたブドウ糖の分析例を紹介します。

T. Yoshioka

■ システム適合性試験

定量法のシステム適合性試験では、3 種類の試験液を分析します。各試験液の組成を表 1 に示します。

システム適合性試験用標準溶液のクロマトグラムを図 1 上段に、標準溶液 (2) のクロマトグラムを中段に、標準溶液のクロマトグラムを下段に示します。分析条件を表 2 に示します。この際、マルトトリオース、マルトース、ブドウ糖、果糖の順に溶出していることがわかります。

ブドウ糖の保持時間および各化合物の相対保持時間を表 3 に、システム適合性試験の基準値および分析結果を表 4 に示します。全ての項目においてシステム適合性を満たしていることがわかります。

表 1 各試験液の組成

Name	Components	Conc.
System Suitability Solution	Maltose	100 mg/L
	Maltotriose	100 mg/L
	Fructose	100 mg/L
Standard Solution (2)	Glucose	15 mg/L
Standard Solution	Glucose	30 g/L

表 2 分析条件

System	: Prominence™i
Column	: GL Science InertSphere® Sugar-2 (300 mm L. x 7.8 mm I.D., 9 μm)
Mobile Phase	: Water
Flow Rate	: 0.3 mL/min
Column Temp.	: 85 °C
Injection Volume	: 20 μL
Detection	: Refractive Index Detector (RID-20A)
Cell Temp.	: 60 °C

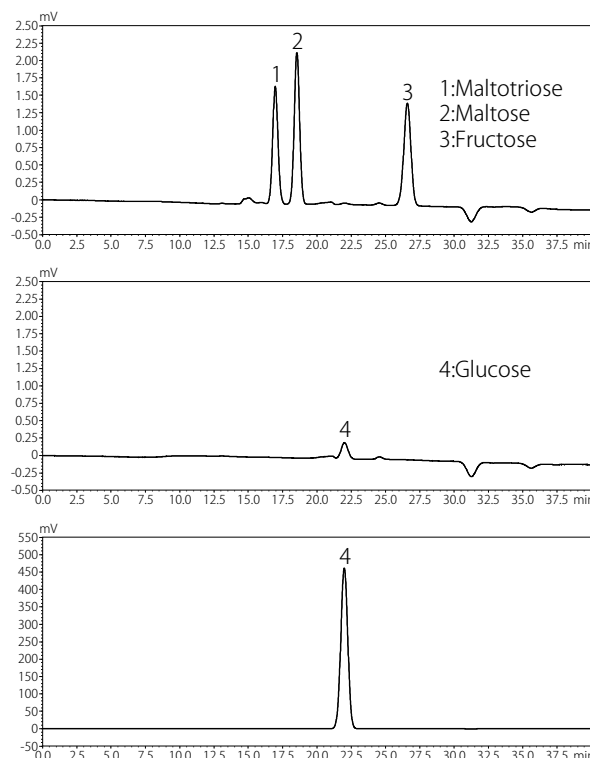


図 1 糖 4 成分のクロマトグラム
上段：System Suitability Solution
中段：Standard Solution (2)
下段：Standard Solution

表 3 各化合物の保持時間

Items	Compound	Reference (Approx.)	Result
Retention Time (min)	Glucose	21	22.0
	Glucose	1	1
Relative Retention Time	Maltotriose	0.7	0.77
	Maltose/Isomaltose	0.8	0.84
	Fructose	1.3	1.21

表 4 システム適合性試験結果

Test items	Criteria	Result	Judgement
Resolution between Maltotriose and Maltose (System Suitability Solution)	≥ 1.3	2.1	Passed
Relative Standard Deviation of Peak Area (N=6) (Standard Solution)	≤ 1.0 %	0.25 %	Passed

■ 検量線の直線性

図 2 に表 1 の条件で分析したブドウ糖の検量線を示します。濃度範囲 10-50 g/L の間で検量線を作成しました。その結果、寄与率 (R^2) 0.9999 以上と良好な直線性が得られました。

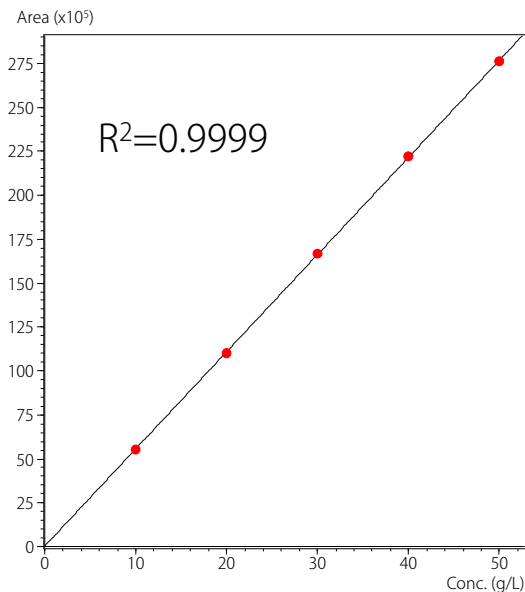


図 2 検量線の直線性

■ セル温度の影響

一般的に、示差屈折率検出器は温度の影響を非常に受けやすく、特に温度変化によるベースライン変動が起こりやすい特徴があります。当社の示差屈折率検出器 RID-20A は光学系の二重温調機能を備えており、検出器セル内の温度を一定に保つことができます。検出器セルの設定温度によっては、ベースラインの変動を劇的に抑えられる場合があります。

図 3 の上段にセル温度を 60℃ に設定した際のシステム適合性試験用標準溶液のクロマトグラムを、下段に 40℃ に設定した際のシステム適合性試験用標準溶液のクロマトグラムを示します。40℃ に設定した場合のクロマトグラムのベースラインは、非常に不安定であることが分かります。これは、カラムとセルの温度差が大きすぎたため、セル内の温度が一定に保たれなかったことが考えられます。示差屈折率検出器を用いる際は、カラムとセルの温度差を小さくすることが大切です。

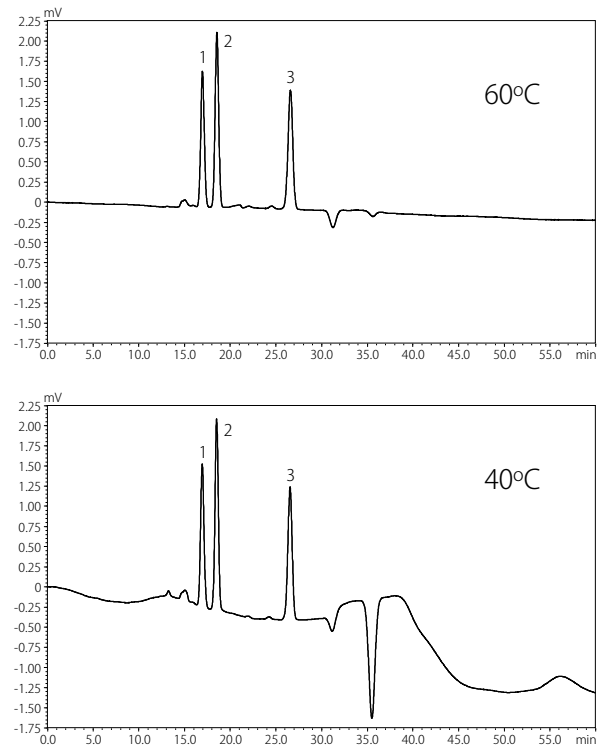


図 3 セル設定温度によるベースラインへの影響

参考文献

- 1) 第十七改正日本薬局方第一追補
(厚生労働省告示第 348 号 平成 29 年 12 月 1 日)

Prominence は、株式会社 島津製作所の商標です。
InertSphere は、ジーエルサイエンス株式会社の登録商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2019 年 2 月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。