

オンカラム誘導体化法による アルミニウムイオンの迅速高感度分析（その2） ・・・輸液・注射剤中のアルミニウム分析への応用

Rapid and Sensitive Determination of Aluminum Ion
with On-Column Derivatization with 8-Hydroxyquinoline (Part2)
・・・Application to the Analysis of Aluminum in Total Parenteral Nutrition Solutions

近年、薬剤中に極微量存在するアルミニウムの長期透析患者、中心静脈栄養（TPN）患者への影響が論じられています。

輸液・注射剤中のアルミニウム分析法としては、原子吸光法、ICP法、ICP/MS法、HPLC法などがありますが、こ

こでは、アプリケーションニュースNo.L277でご紹介しました8-ヒドロキシキノリン（8-HQ）を用いた独自のオンカラム蛍光誘導体化HPLCによる輸液・注射剤中アルミニウムの迅速高感度分析法についてご紹介します。

A. Ieuji

オンカラム誘導体化法とは

「オンカラム誘導体化法」は、移動相中に反応試薬を予め添加しておき、誘導体化反応を試料注入と同時に装置内で行わせる方法です。

8-HQは、アルミニウムイオンとのキレート生成反応によりはじめて蛍光を発しますので、移動相に添加しても蛍光検出器のバックグラウンドに影響を与えません。また、アルミニウムイオンと8-HQとの反応速度は十分速いため、注入されたアルミニウムイオンは、カラムに到達

する前にアルミニウム/8-HQキレートを生成します。

この方法では、キレート生成反応がHPLC装置内で行われるため、「プレカラム誘導体化法」でしばしば問題になる前処理による汚染や誤差、人為的ミスを抑えることができ、輸液・注射剤中のアルミニウムイオンを簡単に迅速高感度分析することができます。

（反応の詳細につきましては、アプリケーションニュースNo.L277をご参照ください。）

標準分析条件

Table 1に本法の標準分析条件を示します。

Fig.2は、アルミニウム標準液（0 μg/L、10 μg/L、25 μg/L、50 μg/L）のクロマトグラムを重ね書きした結果です。FDA規制においては、LVP中のアルミニウム含量上限値は25 μg/Lとされていますが、本法では数 μg/Lまでの高感度検出が可能です。

また、アルミニウム/8-HQキレートは、温度による蛍光強度の変化が観察されます。このため、本HPLCシス

テムでは、セル温調機能付き蛍光検出器（RF-10AXL Super）を用いることにより、高い精度での分析を可能としています。

Table 1 分析条件
Analytical conditions

Column	: Shodex Asahipak ODP-50 (150mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A/B = 4/6 A : 12mM 8-hydroxyquinoline acetonitrile solution B : 100mM imidazole buffer (pH=7.1) adjusted by perchloric acid
Flow Rate	: 0.6mL/min
Inj. Volume	: 20 μL
Temperature	: 40
Detection	: RF-10AXL Super at Ex=380nm, Em=520nm (Cell Temperature 25)

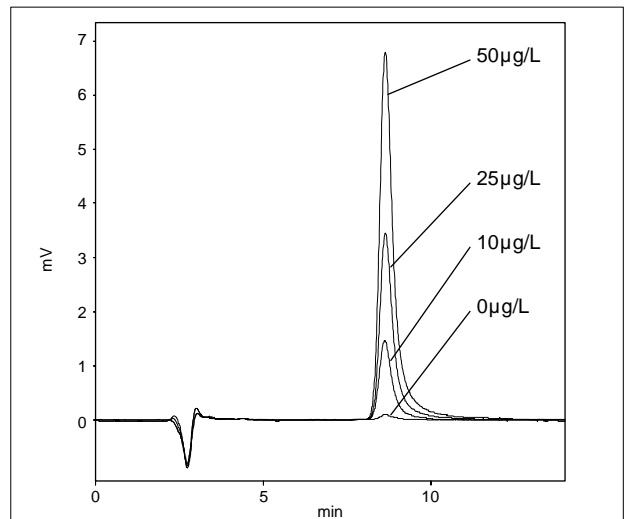


Fig.1 アルミニウム標準試料のクロマトグラム
Chromatogram of Aluminum Standard Ions

輸液・注射剤の分析例

本法を用いて、含有成分の異なる4種類の輸液・注射剤を分析した結果をFig.2～5に示します。有効成分濃度や粘度が高い製剤の場合は、移動相により2～10倍希釈し

て注入します。本例では、移動相により当倍希釈して、そのまま20 μ L注入しています。なお、分析条件については、Table1をご覧ください。

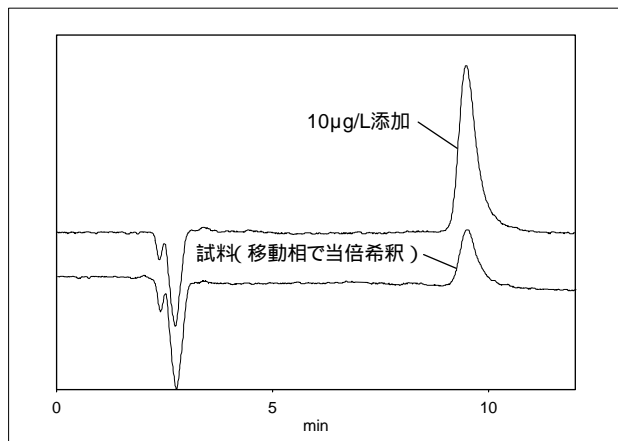


Fig.2 輸液A

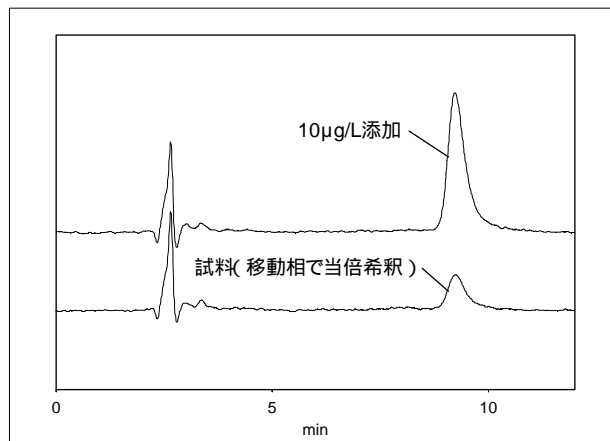


Fig.3 輸液B

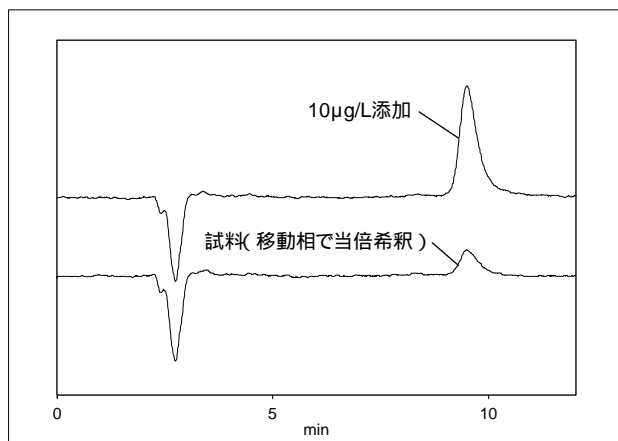


Fig.4 輸液C

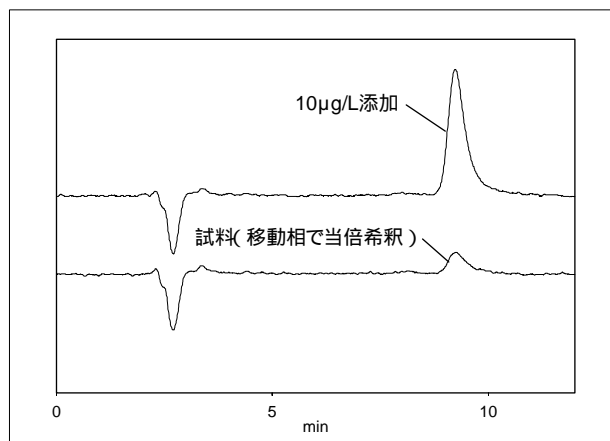


Fig.5 輸液D

回収率

上記4種類の製剤に10 μ g/Lのアルミニウムイオンを添加した時の回収率試験の結果をTable 3に示します。

Table 3 回収率
Recovery

	輸液A	輸液B	輸液C	輸液D
輸液中濃度 (μ g/L)	6.8	2.4	2.6	3.8
10 μ g/L添加 (μ g/L)	18.2	13.4	13.8	14.3
回収率 (%)	114.5	110.6	112.6	105.5

初版発行：2002年9月
A改訂版発行：2006年7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。