

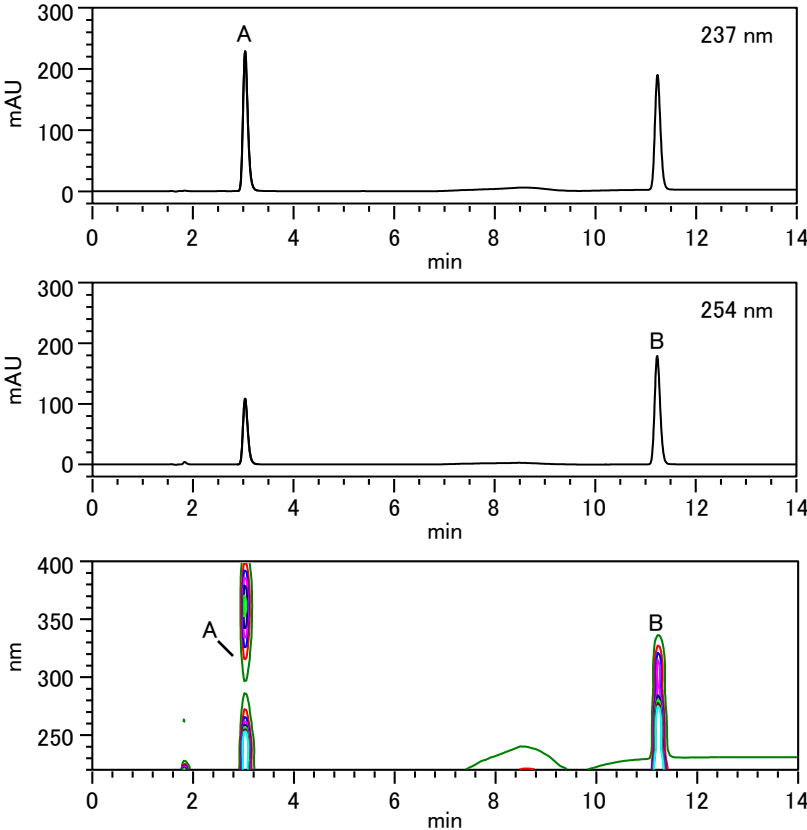
■配合剤の測定例（DADによる確認と定量試験）

AS/LC-009

医療用医薬品は一般的に1種類の薬効成分が含まれていますが、近年2種類以上の薬効成分を含有する配合剤が増加しています。配合剤は服用する薬の数を減らし、飲み忘れを防ぐなどのメリットがあります。今回は2種類の薬効成分が含まれている配合剤を例にとり、HPLC/DAD (diode array detector) で測定した結果を紹介します。

DADは、任意の波長のクロマトグラムと任意のピークの吸収スペクトルを、同時に得ることができる検出器です。従って、クロマトグラムにより定量試験を、同時に吸収スペクトルの極大吸収の確認や標準試料のスペクトルとの形状比較により定性を、おこなうことが可能です。

■標準試料測定例

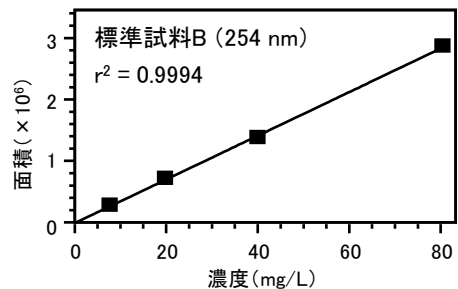
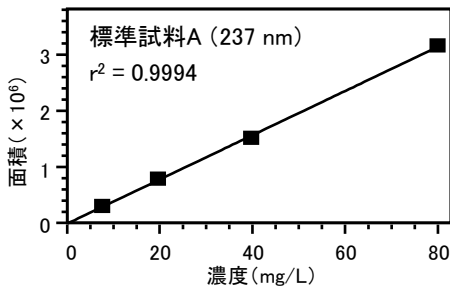


【A, B 2成分混合標準試料測定例 (各 40 mg/L)】

＜測定条件＞
 カラム : HITACHI LaChrom C18 (5 μ m) 4.6 mm I.D. × 150 mm
 溶離液 : リン酸緩衝液 / メタノール (a) 30 / 70 (b) 10 / 90 (v/v) (a) (b) グラジエント
 流量 : 1.0 mL/min
 カラム温度 : 25 °C
 検出波長 : DAD 220 ~ 400 nm (237 nm、254 nm)*
 注入量 : 20 μ L

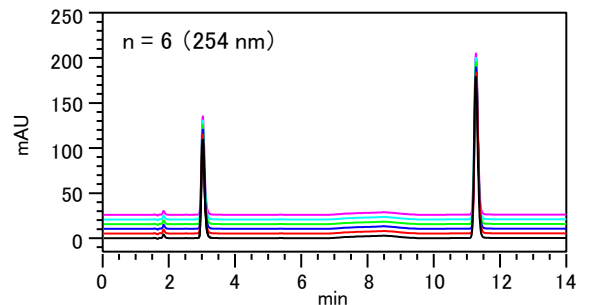
*) 検出は各成分の薬局方に定められた波長を使用しました。

■標準試料の直線性 (各 8 ~ 80 mg/L)



■標準試料の再現性 (n = 6)

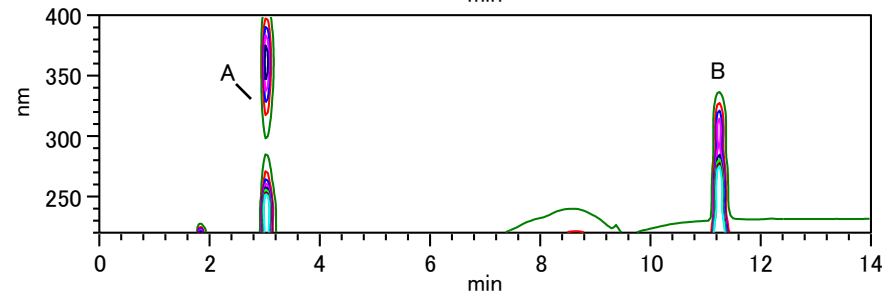
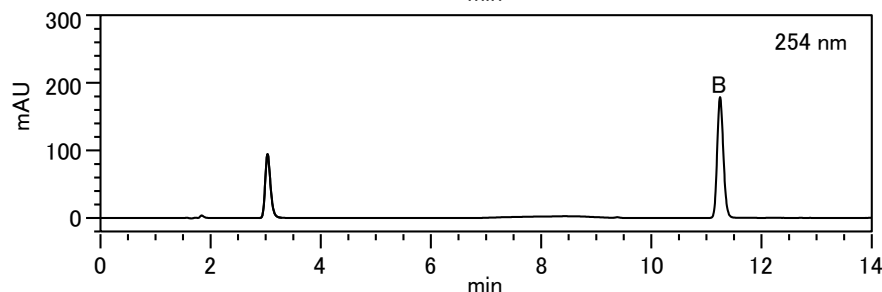
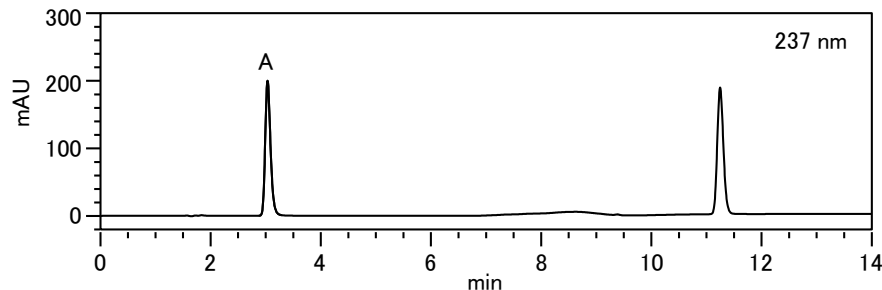
	保持時間 (% RSD)	面積値 (% RSD)
A	0.06	0.27 (237 nm)
B	0.04	0.18 (254 nm)



【クロマトグラム重ね書き】

成分A, B共、8 ~ 80 mg/L の濃度範囲で良好な直線性が得られました。また再現性も、RSD = 0.04 ~ 0.06% (保持時間)、RSD = 0.18 ~ 0.27% (面積値)と良好な結果が得られました。

■配合剤の測定例



【配合剤の測定例】

<配合剤の前処理法>

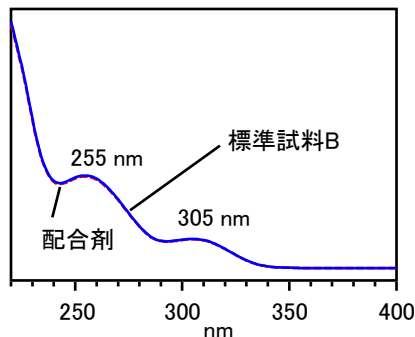
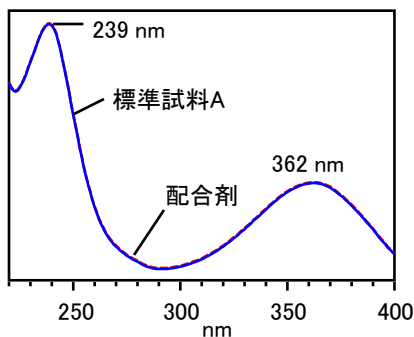
- 試料（1錠）
- ← 溶離液(a) 約 100 mL に溶解
- 20分静置後、超音波処理
- 溶離液(a)で 200 mL に定容
- 遠心分離(3000 rpm、10 min)
- 0.2 μ m フィルタで2回ろ過
- 分析試料(20 μ L)

■クロマトグラムによる定量

【配合剤の定量値】

	定量結果
A	34.11 mg/L
B	39.24 mg/L

■スペクトルによる確認



【検出されたピークと標準試料のスペクトル】

DADを使用することで、各成分の吸収スペクトルの極大吸収の確認が可能です。

第十六改正日本薬局方では、一般試験法の液体クロマトグラフィーの項に「被検成分の化学構造に関する知見が同時に得られる検出器が用いられる場合、保持時間の一致に加えて、化学構造に関する情報が一致することにより、より特異性の高い確認を行うことができる」とあり、確認試験でのLC/DADの使用が示唆されています。また現在、第十七改正日本薬局方の原案作成が進められるなかで、「確認試験の合理化」として特異性の高いクロマトグラフィーを用いた定量試験法で確認試験も実施可能とする等の合理化案が検討されています。¹⁾²⁾

1) 第十七改正日本薬局方原案作成要領(案)

2) 「第十七改正日本薬局方原案作成要領(案)に関する意見の募集について」に対して寄せられた御意見等について(2012年4月)

* 配合剤の試験法は日本薬局方には定められていません。

* 本分析試料は、慶應義塾大学薬学部 創薬物理化学講座よりご提供いただきました。

主な装置構成：Chromaster 5110 ポンプ、5210 オートサンプラ、5310 カラムオープン、5430 DAD

注意：本資料に掲載のデータは測定例を示すもので、性能を保証するものではありません。