[TECHNOLOGY BRIEF]

ACQUITY UPC²システムを用いたダプソン錠のクロマトグラフィーアッセイ

目的

ACQUITY UPC² ™ システムを用いてダプソン錠アッセイにおける順相 HPLC 分析法を超臨界流体クロマトグラフィー（SFC）分析法へ移管することに成功しました。

ACQUITY　UPC²システムは、健康面、安全面、コスト面、さらに環境への配慮をしながら、ダプソン錠などの分析をより効率的かつ効果的に行いたい研究室にとっての理想的なソリューションです。

背景

現在、米国薬局方（USP）において医薬品のダプソン（4,4'-Sulfonylbisbenzeneamine, CAS *#80-08-0*）を含む錠剤サンプルの分析は順相 HPLC 分析法で行われています。このアイソクラティック分離では、4.0 × 300 mm、10 µm シリカカラム（L3）、移動相としてヘキサン：イソプロパノール：アセトニトリル：酢酸エチルが 7:1:1:1 の比率で使われています。この分析法における分析時間は、約 12.5 分です。

従来の公定法には、実績と信頼性があるものの、健康面、安全面、コスト面や環境面などの観点から多くの研究室で排除が望まれているヘキサンや酢酸エチルが移動相に含まれています。

SFC は、順相 HPLC のような分離技術で、主な移動相に CO_2 を使用し、多くの場合、メタノールを共溶媒として用います。

SFC の原理は、HPLC の原理と同様であることから、溶媒の使用量・廃液量、1 分析あたりのコストを削減し、グリーンイニシアティブを増進させながら SFC に分析法を移管することが期待されています。

ただし、SFC ソリューションに移管される分析法は、データの質を維持しながら、現在の順相 HPLC 分析法と同等の結果を示す必要があります。

ソリューション

ダプソンの標準品と錠剤サンプルを現在の USP 法を用いて分析した結果を図 1 に示しました。（同じ錠剤サンプルを、UPC² 分析でも使用しました）
この分析結果と図 2 に示した ACQUITY UPC² システムで開発した分析法の結果と比較しました。

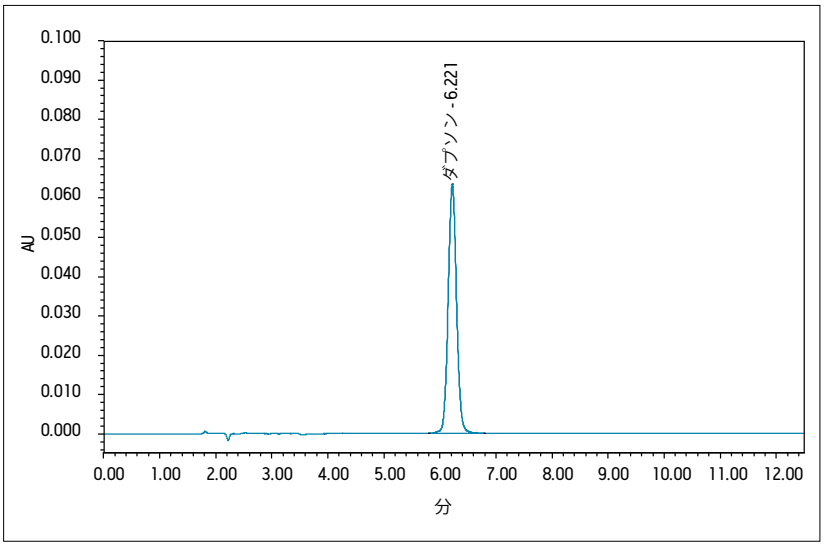

図1. ダプゾン錠の順相HPLC のクロマトグラム
流速1.5 mL/min、分析時間12.5 分（ダプソンのピーク溶出時間の2 倍）

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

UPC^2 の分析条件を以下に示しました。：

カラム： ACQUITY UPC^2 BEH
3.0 x 50 mm、1.7 µm
温度： 45℃
移動相： CO_2 85%
メタノール 15%
流速： 3.0 mL/min
出口圧力： 130 bar/1885 psi
検出器： UV / PDA 254 nm

公定法に記載されている適合条件は、最小限のものでした。（相対標準偏差 2% 以下）
現在の順相 HPLC 分析法では、標準品の 6 回繰り返し注入における保持時間は 0.1%RSD 以下、面積は 1.1%RSD 以下です。
新しく開発された UPC^2 分析法の適合性結果は、USP 適合性要件を満たしており、6 回繰り返し注入における結果は、保持時間が 0.8%RSD、面積が 0.9%RSD であり、さらに分析時間（1.75 分）も大幅に速くなりました。
2 つの分析法間における錠剤サンプル分析結果は一致しました。今回の分析例では、順相 HPLC の 1 分析あたりで使用した溶媒量はヘキサン 13.1 mL、イソプロパノール、アセトニトリル、酢酸エチルが各 1.9 mL でした。それに対して、UPC^2 分析法で使用した溶媒量はメタノールわずか 0.5 mL でした。順相 HPLC から UPC^2 への分析法移管により、有機溶媒の使用量を大幅に削減できることを証明しました。1 分析あたりの順相 HPLC のコストが$1.08 であるのに対して、UPC^2 のコストは$0.01 です。

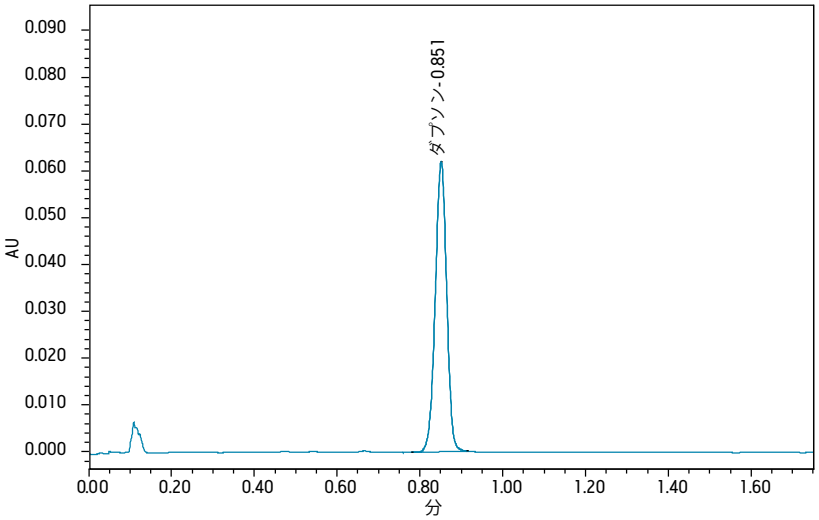

図2. ダプソンのACQUITY UPC^2 クロマトグラム

まとめ

ACQUITY UPC^2 システムを用いて USP 法で定められている順相 HPLC 分析法を UPC^2 分析法へ移管することに成功しました。この新しい UPC^2 分析法は、現在の順相 HPLC 分析法と比較し、同等以上のデータ品質でありながら、7 倍の速さで、溶媒使用量を削減します。高品質な結果は、速い結果を生み、ラボの生産性を向上させながら、1 分析あたりのコストを削減します。ACQUITY UPC^2 システムは、健康面、安全面、コスト面や環境面へ配慮しながら、より効率的かつ効果的に現在の順相 HPLC からの移管を検討している研究室にとって理想的なソリューションです。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第 5 小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 サムティ新大阪フロントビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 札幌

Waters、UPC^2 および The Science of Wha's Possible は Waters Corporation の登録商標です。
ACQUITY UPC^2、UltraPerformance Convergence Chromatography は Waters Corporation の商標です。
その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2013 Waters Corporation. Printed in Japan. 2013年9月 720004241JA PDF