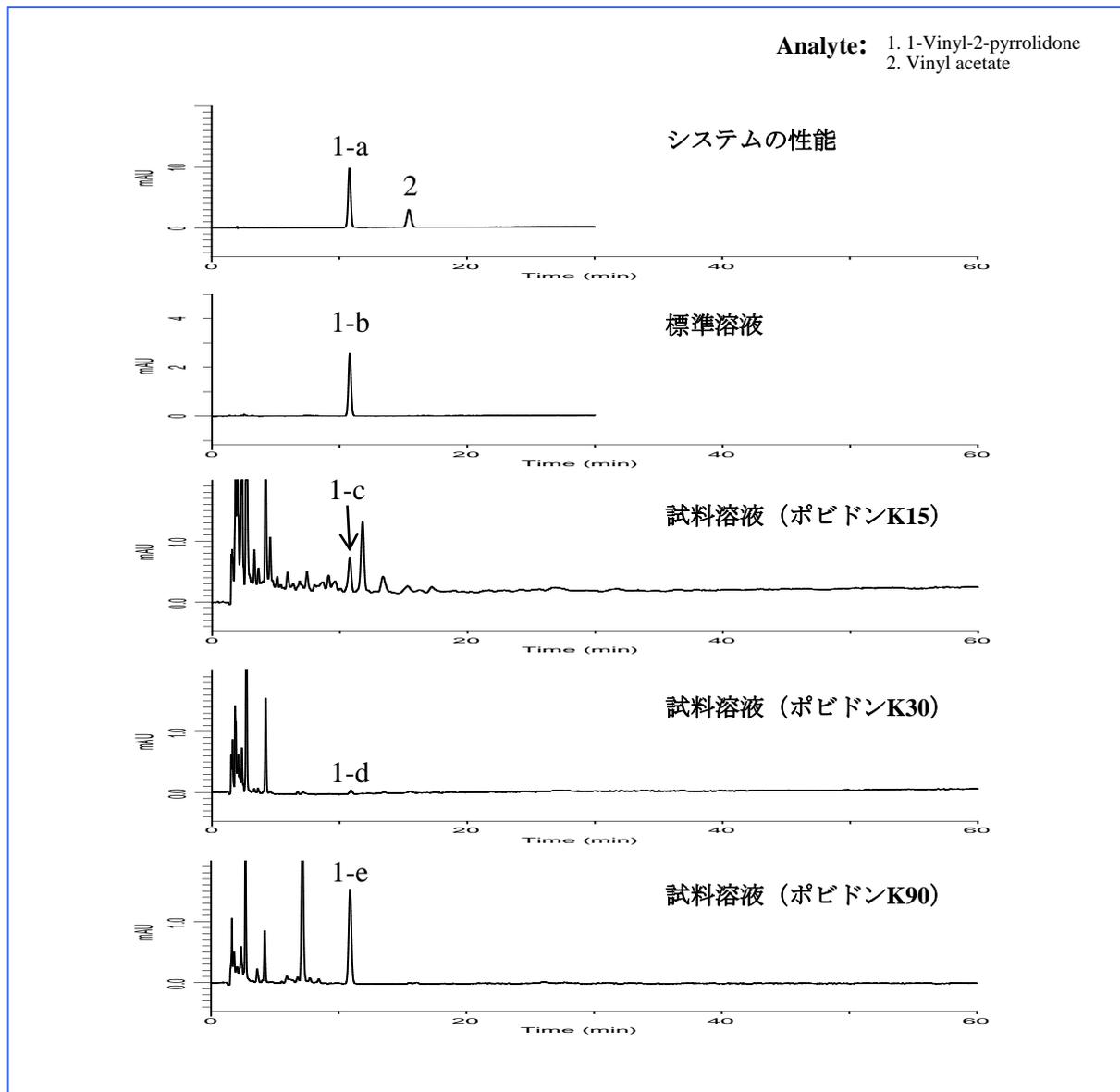


日米欧三薬局方で医薬品添加物ポビドン(ポリビニルピロリドン)が調和合意され、それに基づき第十七改正日本薬局方(JP17)で試験項目などが改正となりました。純度試験(7)ギ酸と(8)2-ピロリドンでは高速液体クロマトグラフィー(HPLC)による分析が新規に追加され、純度試験(4)1-ビニル-2-ピロリドンではHPLC条件が変更となりました。

今回、GL7700シリーズを用いてJP17の条件に従い、K値の異なる3種類のポビドン(K15、K30、K90)を使用し、純度試験(4)、(7)、(8)のHPLCによる分析が良好に行えましたのでご紹介致します。

(R. Hirano)

純度試験(4) 1-ビニル-2-ピロリドン



HPLC 条件

- ・ システム GL7700 HPLC system
- ・ プレカラム InertSustain AQ-C18 (5 μ m, 10 x 4.0 mm I.D.)
- ・ 分離カラム InertSustain AQ-C18 (5 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.)
- ・ 溶離液 水/アセトニトリル = 9/1, v/v
- ・ 温度 40 $^{\circ}$ C
- ・ 検出器 UV 235 nm
- ・ 注入量 20 μ L
- ・ 流速 1.0 mL/min

・システムの性能

分離度 (1-a, 2) : 9.66 (\geq 2.0)*

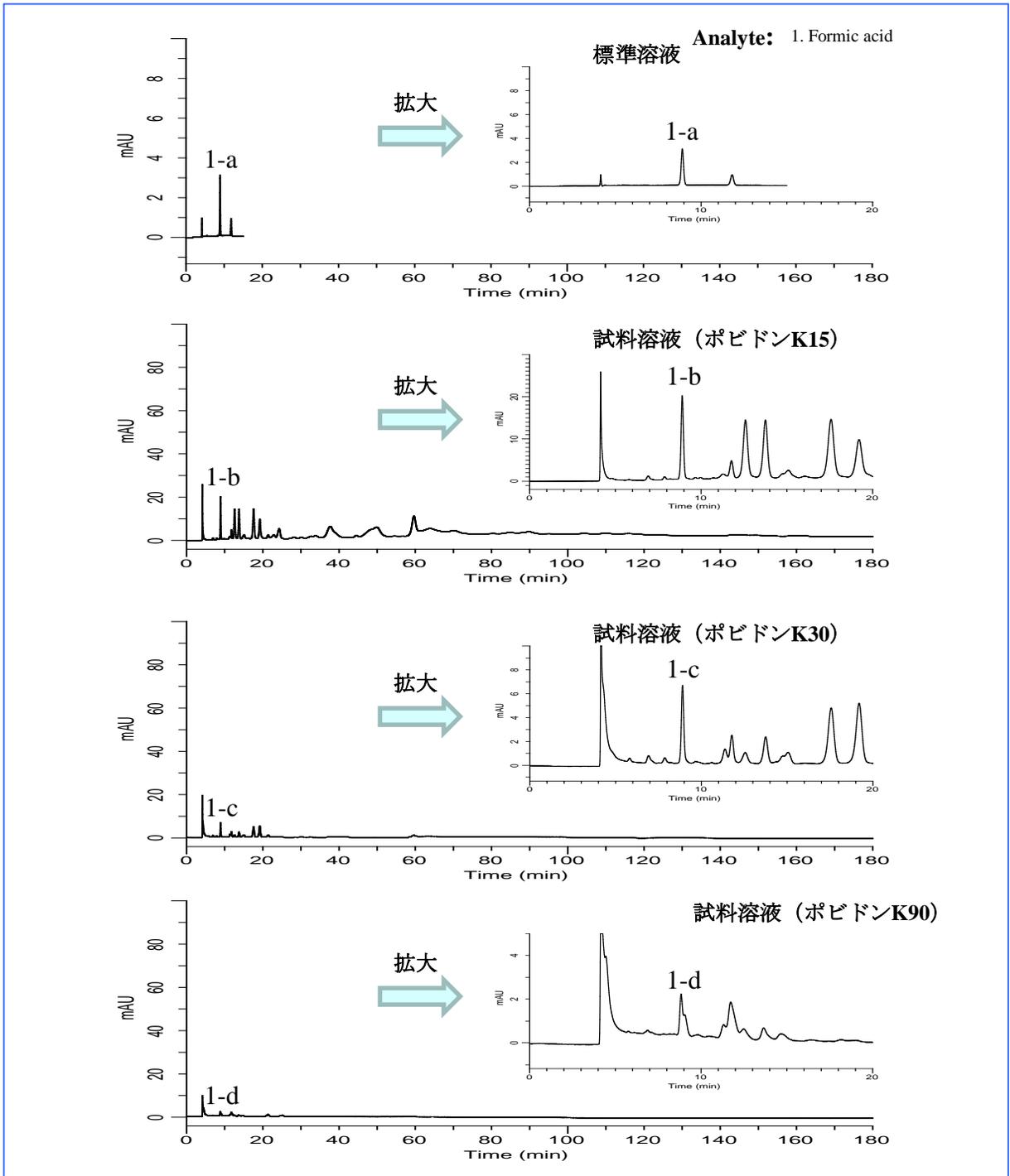
・システムの再現性

ピーク面積(1-b)の相対標準偏差 (%) (n=6) : 0.65 (\leq 2.0)*

*()内数値は薬局方規格値

試料溶液を試験すると試料の一部がカラムに残存する場合があります。試料溶液を試験する度に、メタノール100%で30分程度洗浄することを推奨します。分析終了後は、メタノール100%に置換してから栓を閉めて保管してください。

純度試験(7) ギ酸



HPLC 条件

- システム GL7700 HPLC system
- 分離カラム InertSphere FA-1 (9 μm, 300 x 7.8 mm I.D.)
- 溶離液 0.1% 過塩素酸水溶液
(70% 過塩素酸 1 mL に水を加えて全量 700 mL とする)
- 温度 35 °C
- 検出器 UV 210 nm
- 注入量 50 μL
- 流速 1.0 mL/min

・システムの性能

理論段数 (1-a) : 17,902 (≧ 1,000)*
 シンメトリー係数 (1-a) : (0.5 ≦)* 0.99 (≦ 1.5)*

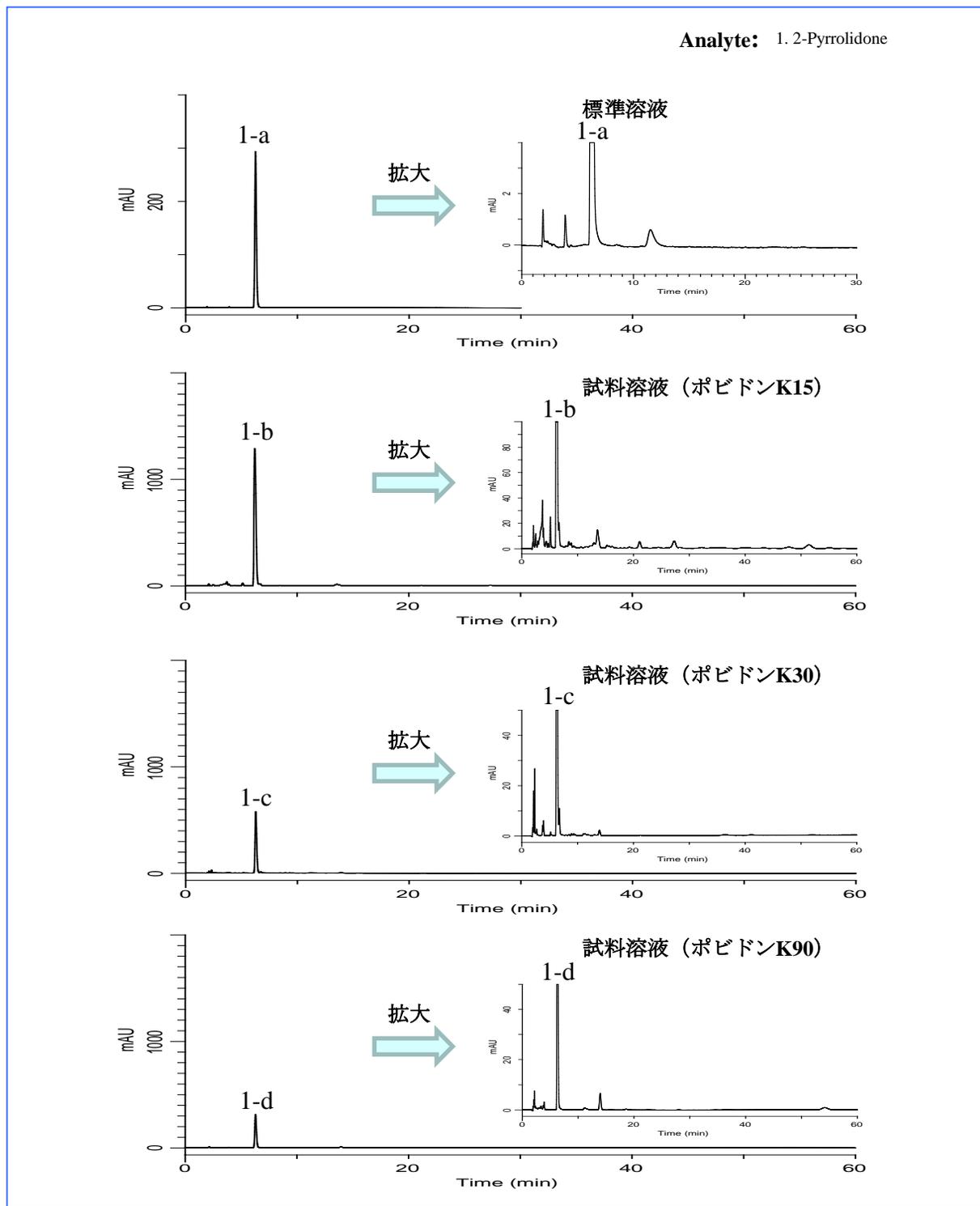
・システムの再現性

ピーク面積 (1-a) の相対標準偏差 (%) (n=6) : 0.61 (≦ 2.0)*

*()内数値は薬局方規格値

カラムを接続する前にシステム内を溶離液で十分に置換してください。
 カラムに有機溶媒を入れないようにご注意ください。
 試料溶液を試験すると試料の一部がカラムに残存する場合があります。
 試料溶液 (特にポビドンK90) を試験後に標準溶液を試験すると、
 ギ酸の理論段数・シンメトリー係数が悪化する場合があります。
 このような場合、溶離液でしばらく洗浄してから再度標準溶液を試験してください。
 分析終了後は、溶離液のまま栓を閉めて保管してください。

純度試験(8) 2-ピロリドン



HPLC 条件

- ・ システム GL7700 HPLC system
- ・ プレカラム InertSustain AQ-C18 (5 μ m, 10 x 4.0 mm I.D.)
- ・ 分離カラム InertSustain AQ-C18 (5 μ m, 150 x 4.6 mm I.D.)
- ・ 溶離液 水/メタノール = 19/1, v/v
- ・ 温度 40 $^{\circ}$ C
- ・ 検出器 UV 205 nm
- ・ 注入量 50 μ L
- ・ 流速 0.8 mL/min

・システムの性能

理論段数 (1-a) : 8,900 (\geq 5,000)*
 シンメトリー係数 (1-a) : 1.19 (\leq 1.5)*

・システムの再現性

ピーク面積(1-a)の相対標準偏差 (%) (n=6) : 0.05 (\leq 2.0)*

*()内数値は薬局方規格値

試料溶液を試験すると試料の一部がカラムに残存する場合があります。
 試料溶液を試験する度に、メタノール100%で30分程度洗浄することを推奨します。
 分析終了後は、メタノール100%に置換してから栓を閉めて保管してください。

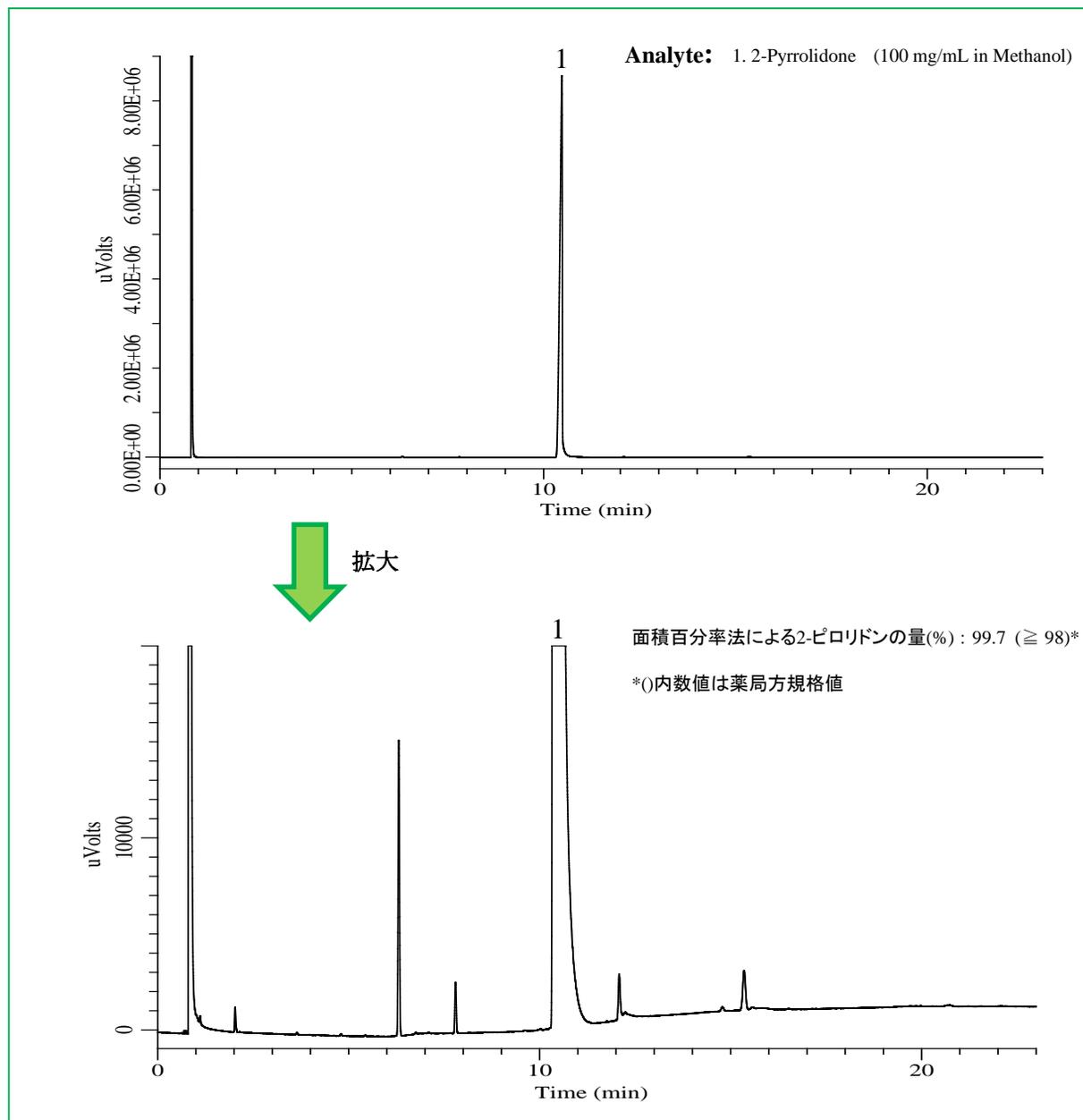
参考情報(GC-FIDによる2-ピロリドンの分析)

前頁でご紹介致しました「純度試験(8)2-ピロリドン」試験に付随して、第十七改正日本薬局方 9.41 試薬・試液にGC-FIDによる2-ピロリドンの純度試験も新規掲載されました。

今回、ジーエルサイエンス製ガスクロマトグラフ GC-4000 Plusを用いてJP17の条件に従い試験を行ったところ、良好な分析結果が得られましたのでご紹介致します。

(K. Tamura)

9.41 試薬・試液 2-ピロリドン 純度試験



GC条件

- | | | | |
|-----------|--|---------|----------------|
| ・ システム | GC-4000 Plus GC system | ・ 注入方法 | Split 1:20 |
| ・ 分離カラム | InertCap Pure-WAX
0.53 mm I.D. x 30 m df = 1.0 μm | ・ 注入口温度 | 200 °C |
| ・ キャリヤーガス | He | ・ 検出器 | FID Auto Range |
| ・ 流量 | 13.0 mL/min 一定 | ・ 検出器温度 | 200 °C |
| ・ オープン温度 | 80 °C(1 min) - 10 °C/min - 190 °C(20 min) | ・ 注入量 | 1 μL |

使用製品

ポピドン純度試験(4)、(8) カラム

カラム(JP17本文より抜粋):

内径4.0 mm, 長さ10 mm及び内径4.6 mm, 長さ150 mmのそれぞれステンレス管に5 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填し,それぞれプレカラム及び分離カラムとする。

- プレカラム: InertSustain AQ-C18 5 µm, 10 x 4.0 mm I.D.
Cat.No. 5020-89805 (ホルダー1個、カートリッジ2個)
Cat.No. 5020-89804 (カートリッジ2個)
カラムジョイント形式: 1/16インチウォーターズオシネ型



- 分離カラム: InertSustain AQ-C18 5 µm, 150 x 4.6 mm I.D.
Cat.No. 5020-89730
カラムジョイント形式: 1/16インチウォーターズオシネ型



- プレカラムと分離カラムの接続
外径1/16インチ、内径0.25 mmのPEEKチューブを長さ5 cmにカットし、ピークタフオシネを使用して接続しました。

- 接続関連製品
 - ・外径1/16インチ、内径0.25 mmのPEEKチューブ 長さ: 5 cm
Cat.No.6010-37305
 - ・ピークタフオシネ 5個入り
Cat.No.6010-48600
 - ・プレカラムカプラー W ID 0.25
Cat.No.6010-49251



試薬・試液 2-ピロリドン純度試験 カラム

カラム(JP17本文より抜粋):

内径0.53 mm, 長さ30 mのガラス製の中空毛管カラムの内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20 Mを厚さ1.0 µmで被覆する。

- 分離カラム: InertCap Pure-WAX 0.53 mm I.D. x 30 m df = 1.0 µm
Cat.No. 1010-68445



ポピドン純度試験(7) カラム

カラム(JP17本文より抜粋):

内径7.8 mm, 長さ300 mmのステンレス管に9 µmの液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充填する。

- 分離カラム: InertSphere FA-1 9 µm, 300 x 7.8 mm I.D.
Cat.No. 5020-11003
基材: ポリスチレンジビニルベンゼン
官能基: スルホン酸基
カラムジョイント形式: 1/16インチウォーターズオシネ型
(長さ300 mmカラムが収容可能なカラムオープンをご使用ください)

ポピドン純度試験(7)
前処理用クロマトグラフィー管

- PTFEバルブ付オープンクロマト管(フィルター付)
内径8 mm, 長さ200 mm
Cat.No. 6010-23200

ポピドン純度試験(7)
前処理用充填剤

- カラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)
MCI GEL CK08P 100 mL
粒子径: 75~150 µm
対イオン: H⁺
Cat.No. 5055-79540

使用装置

LC分析装置:GL7700 シリーズ

医薬品各条 ポピドン
純度試験(4)(7)(8)

①	脱気装置	DG7760
②	送液ポンプ	PU7710
③	オートサンプラー	AS7720
④	PDA検出器	PD7752
⑤	カラムオープン	CO7730C



GC分析装置:GC-4000 Plus

試薬・試液 2-ピロリドン
純度試験

①	ガスクロマトグラフ	GC-4000 Plus
②	オートインジェクター	ASI 241i
③	オートサンプラー	ASI 241s



ジールサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましては、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html