



Application Note AN-S-399

フッ化ナトリウムおよび酸性リン酸塩の局所用溶液中のフッ化物のイオンクロマトクラフィによる試験法

Column equivalency study according to U.S. Pharmacopoeia

フッ化ナトリウムと酸性リン酸塩の局所溶液製品は、歯の虫歯を防ぐために歯科衛生に使用されます。フッ化物は、歯のエナメル質を強化するのに役立つミネラルであり、酸や細菌による虫歯に対する抵抗力を高めます。これらの虫歯予防製品などの医薬品には、USPなどの局法に準拠した厳格な品質管理が必要です。したがって、そのような製品に含まれる不純物と有効成

分の適切な含有量を測定するひつようがあります。この技術資料では、**USP薬局法準拠のフッ化物のイオンクロマトクラフィによる試験法**によるフッ化ナトリウムおよび酸化リン酸の局所溶液を [1] Metrosep A Supp 1 カラムと導電率検出を使用して、米国との協力でカラム同等性試験を実施しました。

サンプルと標準試料

公称濃度 1.23% のフッ化ナトリウムを含むテントルケア製品 (局所溶液) のフッ化物含有量を測定しました。サンプルを超純水で 2 段階希釈して、公称濃度 0.5 µg/mL フッ化物を得ました。

システム適合性溶液は、USP モノクラフ [1]に基づき、マイクロヒベットと 100 mL メスフラスコを使

用して、フッ化物と塩化物の 1000 mg/L 標準溶液を容量希釈することによって調製しました。

結果の定量化は、1.1 µg/mL のフッ化物標準を使用したシンクル ホイント キャリブレーションに基づいて行われました。

実験

サンプルを特別の前処理をせずに、イオンクロマトグラフに直接注入しました。USP モノクラフ (表 1)の内容で、陰イオン成分は別の充填剤 L46 を含む Metrosep A Supp 1 - 250/4.0 カラムでアイソクラティックに分離されました。導電率検出器は、サフレッサ通過後に設置されて測定されます。



Figure 1. IC 導電率検出器を備えた 930 Compact IC Flex と 919 IC オートサンプラー プラスを含む装置のセットアップ。

表1. USPモノクラフ「フッ化ナトリウムおよび酸性リン酸塩局所溶液」によるICメソッドパラメータ[1]。

L46 充填カラム	メトロセッフ A サッフ 1 - 250/4.6
溶離液	150mg/L 無水炭酸ナトリウムと 1.0mL/Lの1N水酸化ナトリウム
流量	1.0mL/分
カラム温度	30° C
注入量。	20 µL
検出	サフレッサ通過後に導電率検出器を使用

結果

USP General Chapter Chromatography [2] 準拠による、希釈した局所溶液中のフッ化物と塩化物を測定しました。カラム同等性試験を実施し、すべての合格基準 (再現性、分離度、テーリング係数、精度など) を満たしました。Metrosep A Supp 1 - 250/4.6 カラム (充填剤 L46) を使用した場合、フッ化物ピークと塩化物ピーク間の分離度は非常に優れていました (11.6)。

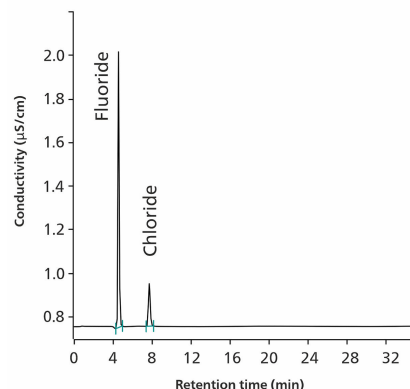


Figure 2. 1.1 µg/mL フッ化ナトリウムと 0.5 µg/mL 塩化ナトリウムを含むシステム適合性溶液のクロマトグラム。

フッ化物は、再現性の高い対称ピーク (テーリング係数 1.2) として溶出しました。システム適合性溶液中のフッ化物ピーク面積の相対標準偏差は、1.2% と計算されました (表 2、図 2)。

図 3 は、分析されたサンプルの宣言されたラベルにフッ化物含有量が正確に反映されていることを示しています (回収率 99.8%)。

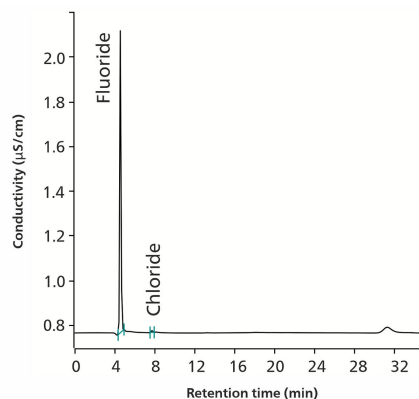


Figure 3. 1.065 µg/mL のフッ化物 (回収率 99.8%) と微量の塩化物 (定量化されていません) を含む局所溶液のクロマトグラム。

表 2. システム適合性調査から選択された性能特性。

性能特性	合否基準	結果
分解能	>1.5 フッ化物ピークと塩化物ピークの間	11.6
テーリング係数	フッ化物イオンピークのテーリングファクター (非対称性) は <2.0	1.2
再現性	標準溶液中のフッ化物イオン ピーク面積の相対標準偏差は、5 回の反復測定で <2.0%	1.2%

結論

提示されたICメソッド フッ化ナトリウムおよび酸性リン酸局所溶液中のフッ化物 とともに メトロセッファーフ 1 カラム (梱包材 L46) は、正式に USP に含まれています [1]。このメソッドの堅牢性と信

頼性は、USP クロマトグラフィーおよび公定法ハリテーションの一般章に続くカラム同等性試験で実証されました [2-3]。

参照

[1] 私たち 薬局方。USP-NF フッ化ナトリウムおよび酸性リン酸塩の局所用溶液。モノグラフ。
https://doi.usp.org/USPNF/USPNF_M76520_06_01.html.
[2] 〈621〉 Chromatography.
[DOI:10.31003/USPNF_M99380_01_01](https://doi.usp.org/USPNF/USPNF_M99380_01_01)

[3] 〈1225〉 Validation of Compendial Procedures; General Chapter; U.S. Pharmacopeia/National Formulary: Rockville, MD.
[DOI:10.31003/USPNF_M99945_04_01](https://doi.usp.org/USPNF/USPNF_M99945_04_01)

Internal references: AW IC AE6-0121-092021;

AW IC AE6-0122-092020

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置システム



930 Compact IC Flex

930 コンパクト IC Flex はサフレーションの無いインテリシエントコンパクトIC装置です。この装置は任意の分離メソッドおよび検出メソッドによって使用することかてきます。

典型的な使用領域:

- 電気伝導度検出器によるサフレーション無しの陰イオンもしくは陽イオンの測定
- UV/VIS検出器またはアンヘロメトリック検出器によるシンプルな使用



Metrosep A Supp 1 - 250/4.6

Metrosep A Supp 1 - 250/4.6は、中程度の容量と特殊な選択性により際立った、汎用的に利用可能な陰イオンカラムです。このカラムにより、濃度差異の大きいサンプルを取り扱うことも可能となります。例えば、150 g/Lの塩化ナトリウムを含む溶液で4 µg/Lの硫化物を測定することも可能です。更なる長所は、臭化物は硝酸塩の後にはしめて溶離されるということです。A Supp 1 - 250/4.6は、特にオキシハライトの分析において、卓越した分離特性を有する製品です。圧力変動、常に変わる溶離液、大きなサンプル・スルーフットにも、カラムの分離能力は長期間使用後も影響を受けません。この製品は、開発ラボや日常的なラボにおける「働き者」です。