

HPLC によるトラネキサム酸の分析

Analysis of Tranexamic acid by HPLC

人工アミノ酸の一種であるトラネキサム酸は、その抗プラスミン作用により、止血剤や抗炎症剤として歯磨き粉や医薬品に使用されています。最近では、更に、肝斑を改善する美白作用を有することも確認され、化粧品にも添加されています。今回、トラネキサム酸の日本薬局方に準拠した分離例、及び、より単純な溶離液条件を用いた OTC 医薬品中の分析例について紹介します。

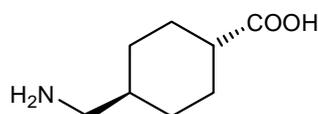


図1 トラネキサム酸の構造式

1) 日本薬局方に準拠した分離例

日本薬局方に準拠した分析条件を用いて、分離カラムとして TSKgel ODS-100V 5 μ m を使用した結果、流速を 0.6 mL/min 設定とした場合に、トラネキサム酸の保持時間が、日本薬局方の基準である約 20 分となりました。システム適合性試験(溶出順序、分離度、相対標準偏差)についても、規格を満たす結果が得られました。

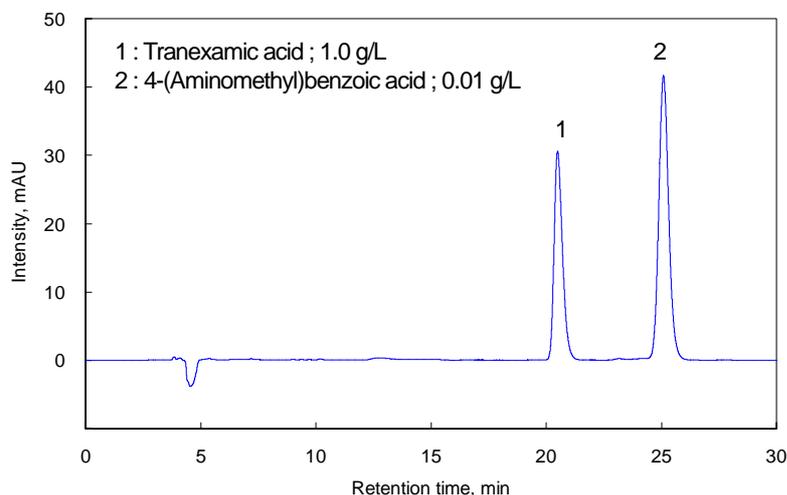


図2 トラネキサム酸標準試料のクロマトグラム

システム適合性

1) トラネキサム酸、4-アミノメチル安息香酸の順に溶出	順番通り
2) トラネキサム酸、4-アミノメチル安息香酸の分離度 R_s 5.0	$R_s = 6.45$
3) トラネキサム酸のピーク面積の相対標準偏差 $RSD(n=6)$ 0.6%	$RSD = 0.42\%$

表1 分析条件

Column:	TSKgel ODS-100V 5 μ m (4.6 mmI.D. x 25 cm)
Eluent*:	Phosphate buffer including triethylamine and SDS
Flow rate:	0.6 mL/min
Column temp.:	25
Detector:	UV 220 nm
Injection vol.:	20 μ L

*) 無水リン酸二水素ナトリウム11.0 gを水500 mLに溶解し、トリエチルアミン 5 mL及びラウリル硫酸ナトリウム1.4 gを加えて溶解する。リン酸を加えて pH2.5に調整した後、水を加えて600 mLとする。更にメタノール400 mLを加えて混和する。

2) TSKgel NH2-100 DC 3 μ m を使用した OTC 医薬品の分析例

アミノ基を導入したシリカゲルカラム TSKgel NH2-100 DC 3 μ m を ODS カラムに接続して使用することにより、ODS カラムによる疎水の相互作用に加えて、親水性相互作用及びイオンの相互作用を利用した分離を行うことが可能です。トラネキサム酸は、イオン対試薬を使用しない場合、ODS カラムのみでは、十分な保持が得られませんでした。このカラム系の使用により、十分に保持され、口腔咽喉用薬中の他配合成分(グリチルリチン酸、水溶性ビタミン類)との分離も達成されました。

表2 分析条件

Column:	TSKgel NH2-100 DC 3 μ m + TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmI.D. x 5.0 cm + 4.6 mmI.D. x 15 cm)
Eluent:	30 mmol/L NaH ₂ PO ₄ / CH ₃ CN = 25 / 75
Flow rate:	1.0 mL/min
Column temp.:	40
Detector:	UV 220 nm
Injection vol.:	10 μ L

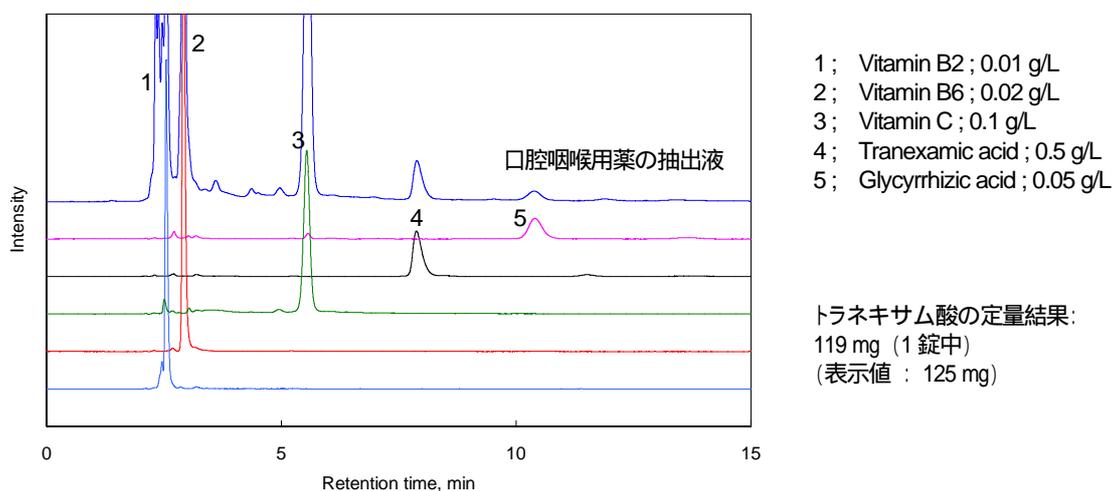


図3 口腔咽喉用薬の抽出液及び標準試料のクロマトグラム

前処理

- 錠剤1錠(330 mg)をメノウ乳鉢ですり潰す。
- 全量に、50%メタノール水溶液50 mLを加え、超音波洗浄機で10分間抽出。
- フィルター(細孔0.45 μ m)でろ過を行い、ろ液を溶離液で5倍に希釈したものを測定試料とした。