

田中誠司、内山奈穂子、合田隆大、飯田哲生、堀江真之介、政田さやか、新井玲子、山本栄一、袴塚高志、奥田晴宏、合田幸広

オンライン超臨界流体抽出/超臨界流体クロマトグラフィー/四重極飛行時間型質量分析計を用いたシクレソニド吸入剤に含まれる不純物の簡便かつ迅速な同時分析方法の開発

Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, Volume 204, 10 September (2021), 114253

DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2021.114253>

要約

医薬品の品質を確認する為には、それらに含まれる不純物を分析することが不可欠であり、その評価には HPLC や GC が広く用いられてきた。近年、幅広い極性の化合物の抽出や分離が可能であるとして、超臨界流体抽出 (SFE) 及び超臨界流体クロマトグラフィー (SFC) が注目されている。SFE は SFC/MS とオンライン接続することで、抽出から検出までのプロセスを自動化でき、ハイスループットな手法として有用である。また、検出器として四重極飛行時間型質量分析計 (qTOF-MS) を用いることで、精密質量から未知の不純物を推定することが可能である。しかし、オンライン SFE/SFC/qTOF-MS を医薬品分析に応用した報告はない。

本研究では、新型コロナウイルス感染症に対する治療薬候補のシクレソニド吸入剤 (CIC-MDI) をモデル製剤とし、有効成分と不純物を簡易かつ迅速に同時分析する方法を開発した。本方法では CIC-MDI をガラスディスク上に 1 回噴霧し、超臨界抽出容器に導入した後、10 分間で抽出から検出までを行った。その結果、欧州薬局方及び医薬品インタビューフォームに記載されている CIC-MDI の不純物 8 化合物のうち 5 化合物を検出し、同時に、それらに記載のない他の不純物 3 化合物を検出した。本方法は、サンプル調製に煩雑な手順を要する他の吸入用医薬品の分析や、その他の医薬品の不純物プロファイリングにも応用が可能と考えられる。