

フルルプリミドール

(1) 装置

ガスクロマトグラフィー (GC) を用いる。

(2) 試薬試液

アセトン、ヘキサン、ベンジン、塩化ナトリウム、無水硫酸ナトリウム：試薬特級

フロリジル：和光純薬

アルミナ：メルク

純品フルルプリミドール：塩野義製薬(株)

(3) 試験溶液の調製

ア 抽出 (ベンゼン抽出)

試料 10 を 1.20 容分液漏斗に秤り取り、アセトン 25 mL、塩化ナトリウム約 25g およびベンゼン 100 mL を順次加えて 10 分間振とう抽出する。静置分離後、ベンゼン層は無水硫酸ナトリウムをのせたろ紙を通過させ、脱水しながら 300 mL 容ナス型フラスコに受ける。水層には新たにベンゼン 100 mL を加えて同様の操作を繰り返す。ベンゼン層を合わせ、ロータリーエバポレーター (水浴 40°C 以下) を用いて数 mL まで減圧濃縮後、通風で乾固する。残留物は直ちに 5%アセトン含有ヘキサン 5 mL を用いて溶解する。

イ 精製 (フロリジルカラムクロマトグラフィー)

少量のヘキサンを入れたクロマト管の底部に無水硫酸ナトリウム約 5 g を敷いた後、フロリジル 5 g をヘキサンを用いて湿式充填する。更にその上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層したのち、ヘキサン 50 mL を流下させてカラムを洗浄する。先の溶解液を 5%アセトン含有ヘキサン 20 mL を数回に分けてナス型フラスコを洗いながらカラムに移し入れ、流速 2~3 mL/分でカラムの上端まで流下させたのち、5%アセトン含有ヘキサン 70 mL を同様に流下させ、流出液は捨てる。受器を 200 mL 容ナス型フラスコに替え、10%アセトン含有ヘキサン 120 mL を同様に流下させ、フルルプリミドールを溶出する。溶出液はロータリーエバポレーター (水浴 40°C 以下) を用いて約 5 mL まで減圧濃縮する。

ウ 精製 (アルミナカラムクロマトグラフィー)

少量のヘキサンを入れたクロマト管の底部に無水硫酸ナトリウム約 5 g を敷いた後、アルミナ 5 g をヘキサンを用いて湿式充填する。更にその上に無水硫酸ナトリウム約 5 g を積層したのち、ヘキサン 50 mL を流下させてカラムを洗浄する。先の濃縮液を 10%アセトン含有ヘキサン 20 mL を数回に分けてナス型フラスコを洗いなが

らカラムに移し入れ、流速 2~3 mL/分でカラムの上端まで流下させたのち、10%アセトン含有ヘキサン 50 mL を同様に流下させ、流出液は捨てる。受器を 200 mL 容ナス型フラスコに替え、20%アセトン含有ヘキサン 70 mL を同様に流下させ、フルルプリミドールを溶出する。溶出液はロータリーエバポレーター（水浴 40℃以下）を用いて数 mL まで減圧濃縮後、アセトンを用いて 2 mL に定容し、測定溶液とする。

(4) 分析条件

充填剤	: 3% Superox 4/Chromosorb W (H.P) 100~120 mesh
カラム	: 内径 2.0 mm、長さ 1.0 m のガラス製
温度	: カラム 225℃、注入口 280℃、検出器 280℃
ガス流入	: 窒素 30 mL/min、水素 3 mL/min、空気 100 mL/min
感度	: Range 0、データ処理アテネータ 5
チャートスピード	: データ処理装置 5 mm/min
感度	: フルルプリミドール 0.1 ng が十分確認できるよう感度を調整する。

(5) 検量線の作成

フルルプリミドール純品 250 mg を正確に秤り取り、アセトンに溶解し、250 mL に定容して 1000 ppm 標準原液とする。この原液をヘキサンで希釈して 0.025、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 ppm 標準溶液を調製する。この各 4 μ L をガスクロマトグラフィーに注入し、データ処理装置を用いてクロマトグラフィーを記録させる。得られたピーク高さを縦軸に、重量 (ng) を横軸に、それぞれプロットして検量線を作成する。

(6) 定量

測定溶液の各 4 μ L をガスクロマトグラフィーに注入する。データ処理装置を用いてピークの高さを測定し、あらかじめ作成した検量線よりフルルプリミドール量の濃度を算出する。