

## 第十六改正日本薬局方収載医薬品の測定例（アセチルシステイン）

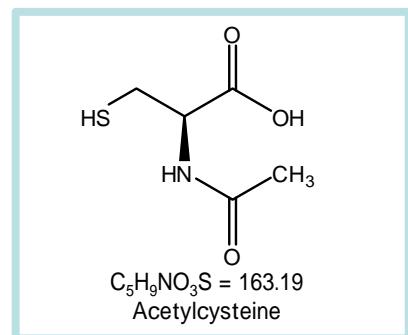
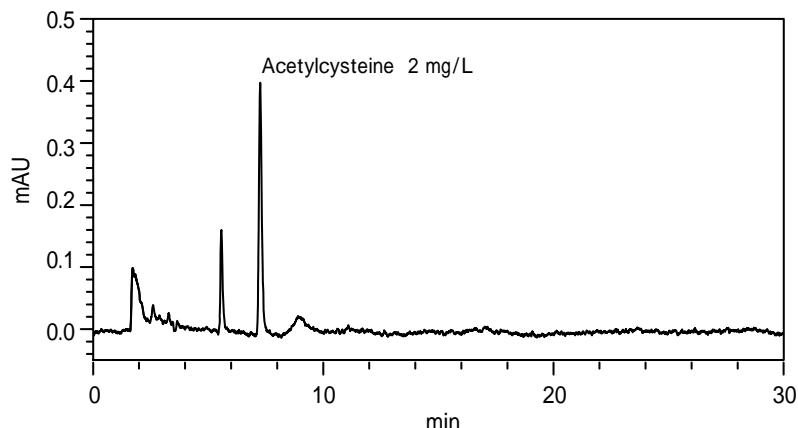
AS/LC-007

2011年4月に施行された第十六改正日本薬局方では、医薬品各条に100を超える医薬品の試験法が追加されました。

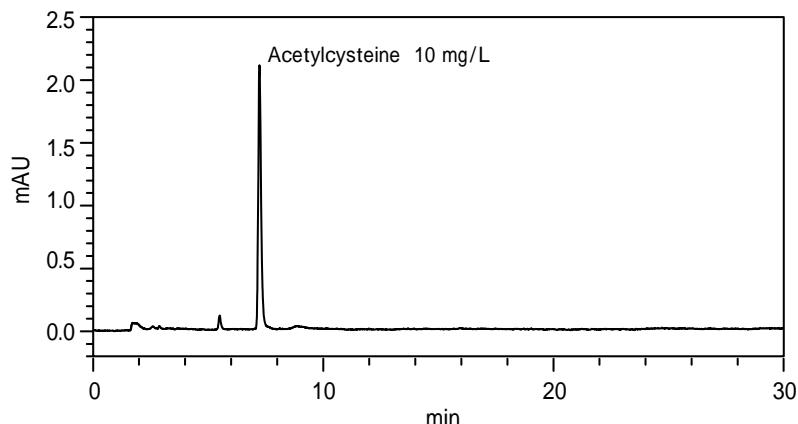
ここでは、新規収載品目の1つであるアセチルシステインの純度試験のうち、類縁物質の測定をHPLC-UVでおこないました。まず規定された試験条件に基づきシステムの適合性を確認し、その後類縁物質の確認をおこないました。類縁物質の確認には、微小なピークを正確に把握する必要があるため、検出器の性能が重要なファクターとなります。日立高速液体クロマトグラフ『Chromaster』5410UV検出器は低ノイズ・低ドリフトを実現し、高感度測定が可能です。

なお今回は医薬品のモデルサンプルとして、一般試薬のアセチルシステインを用いました。

## システム適合性の確認



[N-アセチル-L-システイン構造式]



[アセチルシステインの測定例]

## &lt;測定条件&gt;

カラム	: HITACHI LaChrom C18 (5 $\mu\text{m}$ ) 4.6 mm I.D. $\times$ 250 mm
溶離液	: 薄めたリン酸(1 2500) / アセトニトリル = 19 / 1 (v/v)
流量	: 1.1 mL/min
カラム温度	: 40
検出波長	: UV 220 nm
注入量	: 10 $\mu\text{L}$

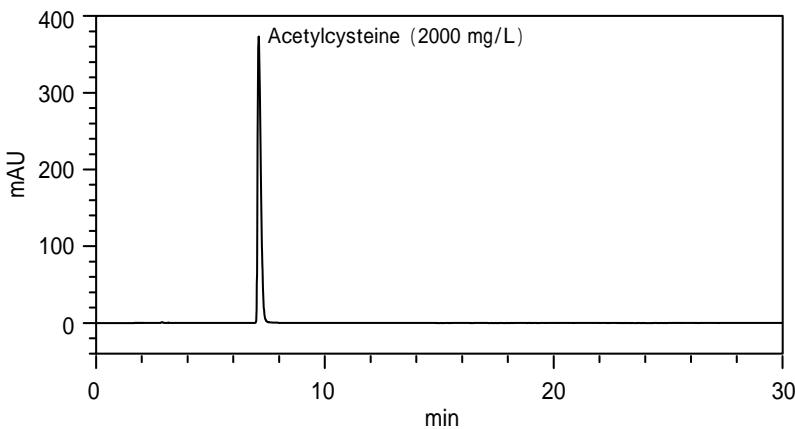
アセチルシステインの保持時間が約7分になるように  
流量を調整する。

## [システム適合性]

第十六改正日本薬局方では、純度試験(6)類縁物質測定のシステム適合性として、「検出の確認」「システムの性能」「システムの再現性」が定められています。以下に規定値と今回の測定結果をまとめました。いずれの項目も、この要求を満たす結果が得られました。

項目	システム適合性 規定値	測定結果
検出の確認	(2 mg/L ピーク面積値 / 10 mg/L ピーク面積値) $\times 100$ (%)	15 ~ 25
システムの性能	理論段数(10 mg/L)	15000以上
	シンメトリー係数(10 mg/L)	1.5以下
システムの再現性	ピーク面積の相対標準偏差( $n = 6$ ) (10 mg/L)	2.0 % 以下
		0.58 %

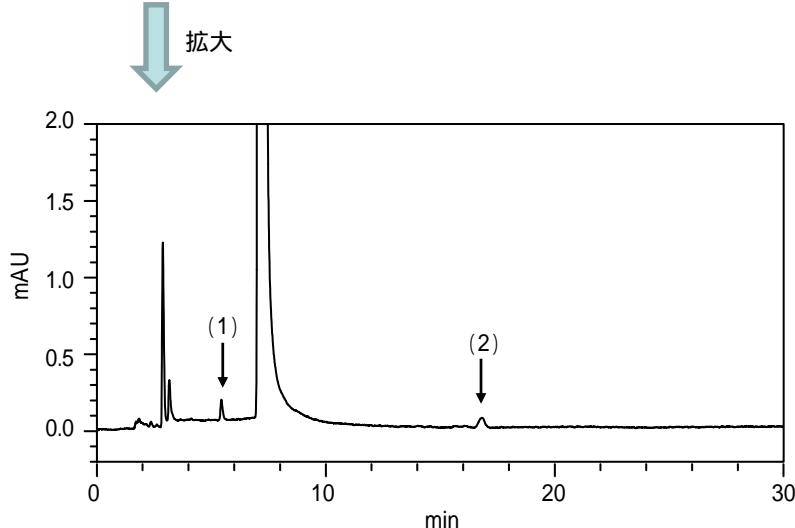
## 類縁物質の確認



## &lt;測定条件&gt;

カラム : HITACHI LaChrom C18 (5  $\mu$ m)  
 4.6 mm I.D.  $\times$  250 mm  
 溶離液 : 薄めたリン酸(1 : 2500) / アセトニトリル  
 = 19 : 1 (v/v)  
 流量 : 1.1 mL/min  
 カラム温度 : 40  
 検出波長 : UV 220 nm  
 注入量 : 10  $\mu$ L

アセチルシステインの保持時間が約7分になるように  
 流量を調整する。



【アセチルシステインの測定例】

アセチルシステインの類縁物質として複数のピークが確認されました。

(1)(2)の微小なピークは、それぞれアセチルシステイン 2000 mg/L の面積値の約 0.03 % に相当します。本測定例ではそれぞれ S/N = 28, S/N = 13 であり、十分信頼できるピーク高さと面積値を確保できました。

## 【類縁物質の確認】

第十六改正日本薬局方では、純度試験(6)類縁物質の確認として、アセチルシステイン以外のピーク面積について2種類の数値が定められています。以下に規定値と今回の測定結果をまとめました。いずれの項目も、この要求を満たす結果が得られました。

	類縁物質の確認 規定値	測定結果
アセチルシステイン以外のピーク面積	それぞれ 0.3 % 以下	それぞれ 0.16 % 以下
	合計 0.6 % 以下	合計 0.31 %

(2000 mg/L, 10  $\mu$ L 注入)

主な装置構成 : Chromaster

5110 ポンプ、5210 オートサンプラー、5310 カラムオーブン、5410 UV検出器

注意: 本資料に掲載のデータは測定例を示すもので、性能を保証するものではありません。