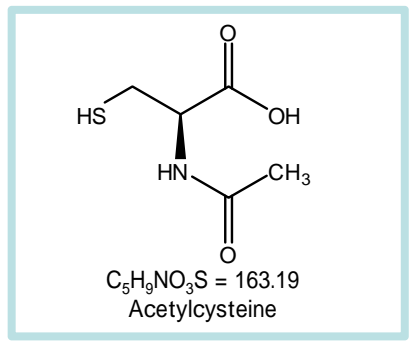
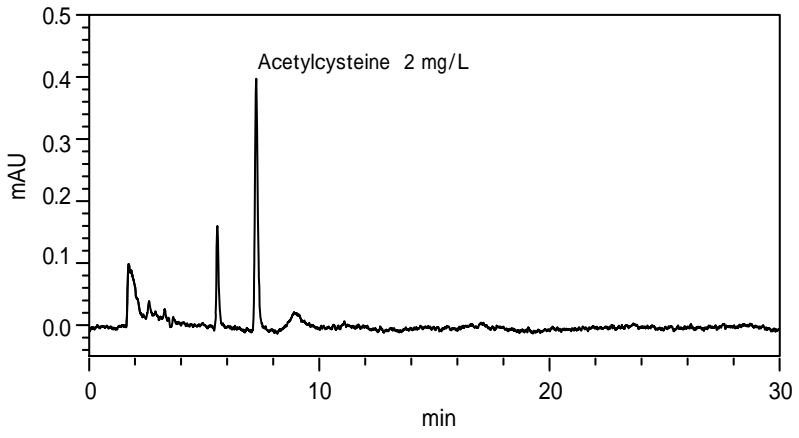
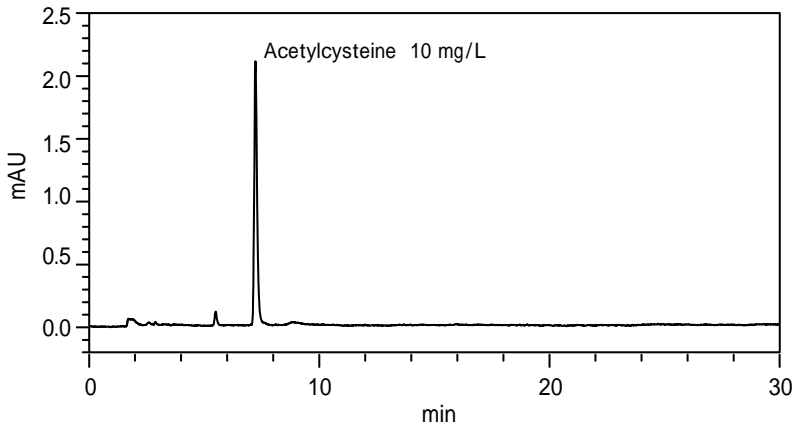


2011年4月に施行された第十六改正日本薬局方では、医薬品各条に100を超える医薬品の試験法が追加されました。ここでは、新規収載品目の1つであるアセチルシステインの純度試験のうち、類縁物質の測定をHPLC-UVでおこないました。まず規定された試験条件に基づきシステムの適合性を確認し、その後類縁物質の確認をおこないました。類縁物質の確認には、微小なピークを正確に把握する必要があるため、検出器の性能が重要なファクターとなります。日立高速液体クロマトグラフ『Chromaster』5410UV検出器は低ノイズ・低ドリフトを実現し、高感度測定が可能です。なお今回は医薬品のモデルサンプルとして、一般試薬の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】

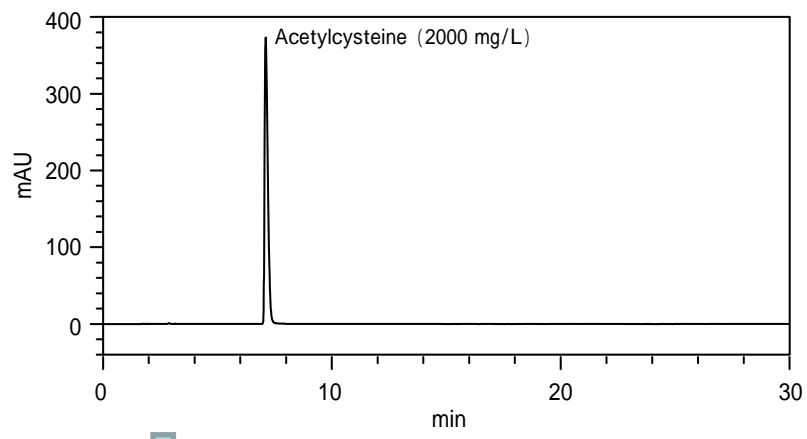
<測定条件>  
 カラム : HITACHI LaChrom C18 (5 μm) 4.6 mm I.D. × 250 mm  
 溶離液 : 薄めたリン酸(1 : 2500) / アセトニトリル = 19 / 1 (v/v)  
 流量 : 1.1 mL/min  
 カラム温度 : 40  
 検出波長 : UV 220 nm  
 注入量 : 10 μL  
 アセチルシステインの保持時間が約7分になるように流量を調整する。

【システム適合性】

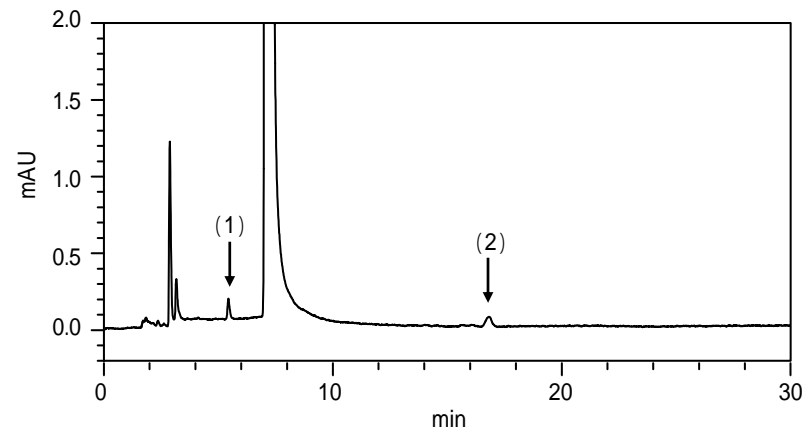
第十六改正日本薬局方では、純度試験(6)類縁物質測定システムの適合性として、「検出の確認」「システムの性能」「システムの再現性」が定められています。以下に規定値と今回の測定結果をまとめました。いずれの項目も、この要求を満たす結果が得られました。

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) × 100 (%)	15 ~ 25
システムの性能	理論段数 (10 mg/L)	17554
	シンメトリー係数 (10 mg/L)	1.29
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

類縁物質の確認



< 測定条件 >  
 カラム : HITACHI LaChrom C18 (5 μm)  
 4.6 mm I.D. × 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 μL  
 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同面積値を確保できました。

【アセチルシステインの測定例】

【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 μL 注入)

主な装置構成 : Chromaster  
 5110 ポンプ、5210 オートサンブラ、5310 カラムオープン、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。