

“ Prominence ”シリーズUV-VIS検出器による 医薬品中類縁物質の分析

Analysis of Impurities in Drugs by “Prominence” Series UV-VIS Detectors

医薬品中類縁物質の分析においては、高濃度の主薬に対して微量不純物を検出する必要があるため、検出器には広範囲での直線性が求められます。

“ Prominence ”シリーズUV-VIS検出器SPD-20A/20AVおよびフォトダイオードアレイUV-VIS検出器SPD-M20Aは、新開発の信号処理技術を用いた迷光補正機能により、SPD-20A/20AVでは2.5AU、SPD-M20Aでは2.0AU(いずれもASTM規格)という広い直線性領域を有していますので、医薬品中類縁物質の分析をより精度良く行うことができます。

ここでは、SPD-20AVおよびSPD-M20Aを用いたセファゾリンナトリウム類縁物質試験例をご紹介します。

M.Takahashi



“ Prominence ”

セファゾリンの直線性

Linearity of Cefazolin

高濃度試料を分析する際、検出部における光の回り込みの影響などにより、高濃度側で直線性が悪くなるのが一般的に知られています。従って、高濃度域において検出上の直線性が不十分な場合は、試料を希釈して直線関係が得られる範囲内で分析することが必要となります。

しかし、希釈を行うと低濃度成分の検出が不十分となり、高濃度成分と低濃度成分の一斉定量が困難になることも考えられます。このように幅広い濃度域の試料を分析す

る場合、検出器には広範囲の直線性が求められます。

Fig.1に、SPD-20AV(左)およびSPD-M20A(右)による紫外254nmにおけるセファゾリンの直線性を示します。(分析条件は次頁Table 1参照)いずれも2AUという高い吸光度領域でも良好な直線性が得られており、幅広い濃度域における試料成分の一斉分析が精度良く行えることがわかります。

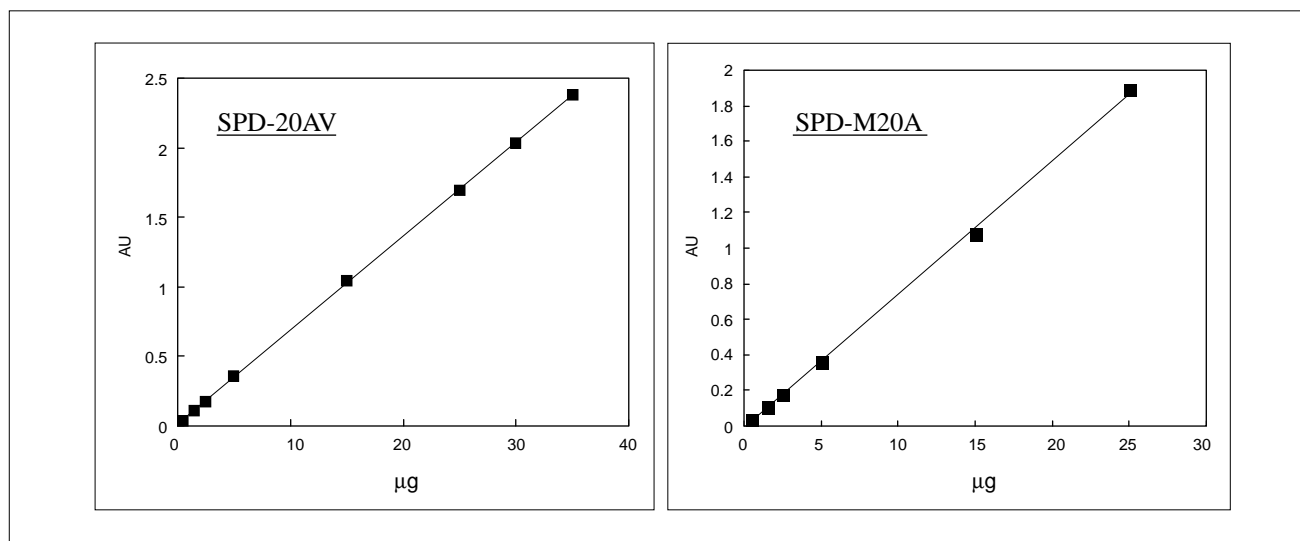


Fig.1 SPD-20AVおよびSPD-M20Aによるセファゾリンの直線性
Linearity of Cefazolin by SPD-20AV and SPD-M20A

セファゾリンナトリウムの類縁物質試験

Impurity Test of Cefazolin

日本薬局方におけるセファゾリンナトリウムの類縁物質試験では、5g/Lのセファゾリンナトリウム溶液をHPLCにより分析し、セファゾリンに対するセファゾリン以外の溶出ピークの面積値比を求めることになっています。

Fig.2は、セファゾリン標準液(5g/L)をフォトダイオードアレイUV-VIS検出器SPD-M20Aを用いて分析した結果で、その分析条件をTable 1に示します。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A:20mM(Sodium)phosphate buffer (pH=2.6) B:Acetonitrile A/B=85/15(v/v)
Flow Rate	: 1.2mL/min
Column Temp.	: 40°C
Detection	: SPD-M20A at 254nm
Injection Vol.	: 5μL

この時のセファゾリンのピーク高さは約1.9AUですが、SPD-M20AはFig.1に示しましたように、このような高濃度領域でも高い直線性を有しています。Fig.2下に、約4分から10分における保持時間領域を拡大したクロマトグラムを示しますが、0.1%に満たないような不純物も良好に検出されており、SPD-M20Aでは希釈操作なしにセファゾリンと微量不純物の同時定量が可能となります。

なお、4.6分付近の溶出ピークは、5-メチル-1,3,4-チアジアゾール-2-チオールであり、面積値に感度係数1.43を乗じた補正面積値を用い、不純物の合計面積値を算出することになっています。これらの計算は、島津ワークステーションソフトウェアLCsolutionおよびCLASS-VPを用いて自動的に行うことができます。

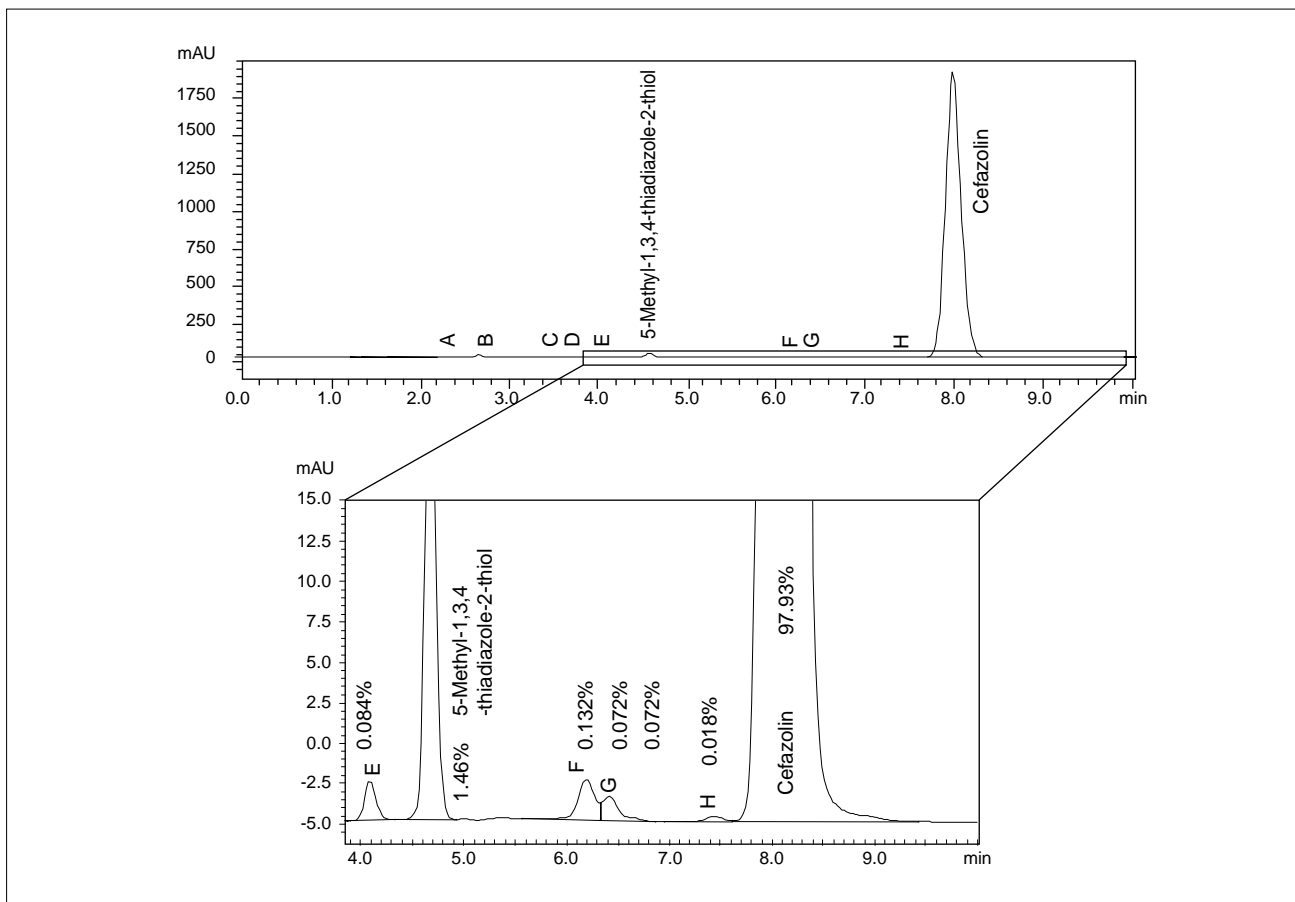


Fig.2 セファゾリンのクロマトグラム
Chromatogram of Cefazolin

[参考文献] 第十四改正日本薬局方(財団法人日本公定書協会編集)

初版発行：2005年4月
A改訂版発行：2006年7月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。