

Application News

No. A594

光吸収分析

LabSolutions™ UV-Vis のスペクトル評価機能を用いた医薬品の確認試験

– 日本薬局方 紫外可視吸光度測定法 –

紫外可視分光光度計は、様々な業界において原料の受入検査や製品の品質検査にルーチンで使用されています。中でも医薬業界では、医薬品の性状及び品質が適正かどうかを判断する基準として薬局方に準拠した試験が定められています。しかし、薬局方準拠の試験を実施するには、取得したデータを用い、作業者が特定ピークを読み取る、もしくは複数ピークの吸光度比を算出するなどして、その物質の良否を判断する作業が必要となり、作業者の負担となっていました。

LabSolutions™ UV-Vis ソフトウェアには、手間と時間を要する上記の作業を効率的に行えるスペクトル評価機能が標準搭載されており、スペクトル測定後のピーク検出や数値算出等の解析及び合否判定を自動で行うことができます。

ここでは、日本薬局方 (JP) に記載されているルチン、薄層クロマトグラフィー用の確認試験を例に、スペクトル評価機能の詳細をご紹介します。

K. Hashimoto

■ スペクトル評価機能

スペクトル評価機能は、測定結果に対してあらかじめ登録した解析を自動で行い、その結果 (評価値) に対して合否判定を行うことができる機能です。図 1 にスペクトル評価の詳細設定画面を示します。

評価項目には測光値、最大値、最小値、ピーク、バレイ、面積、統計、カットオフなどがあり、これらを単独で使用したり、組み合わせることによって、様々な評価に対応することが可能です。



図 1 スペクトル評価の詳細設定画面

■ ルチンの確認試験

ルチンはビタミン様物質の一種で、高血圧等における毛細血管の補強、強化が期待される物質です。図 2 に構造式を示します。

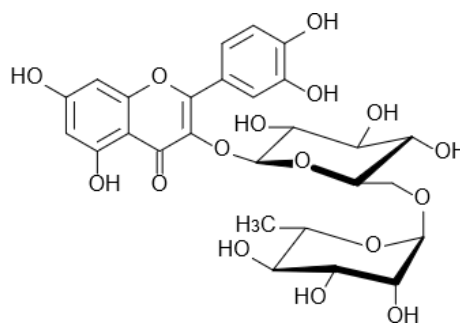


図 2 ルチンの構造式

日本薬局方におけるルチン、薄層クロマトグラフィー用の紫外可視吸光度測定法による確認試験は次のように記載されています。

「本品のメタノール溶液 (1→100000) につき、紫外可視吸光度測定により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255~259 nm 及び 356~360 nm に吸収の極大を示す。」¹⁾

上記の確認試験を LabSolutions UV-Vis のスペクトル評価機能を用いて行いました。使用した装置は、紫外可視分光光度計 UV-1900 です。図 3 に装置の外観を、表 1 に測定条件を示します。



図 3 紫外可視分光光度計 UV-1900

表 1 測定条件

測定波長範囲	: 220 nm~400 nm
スキャンスピード	: 中速
サンプリングピッチ	: 1.0 nm
スリット幅	: 1 nm
光源切替波長	: 340 nm

はじめに、スペクトル評価項目を設定します。本機能では複数の項目を設定し、同時に評価することができます。

スペクトル評価の詳細設定画面を図4、拡大図を図5に示します。ルチン、薄層クロマトグラフィー用の確認試験では、波長 255～259 nm 及び 356～360 nm に吸収の極大を示せば合格と判断します。

まず、種類から「ピーク - ピーク波長」を選択 (①) します。次に、パラメータより検出するピークの波長域を設定 (②) します。ここでは、220～400 nm としました。「合否判定を行う」にチェックを入れて (③) 判定基準を設定し、プルダウンから「評価値がしきい値の間にあれば合格」を選択 (④) します。最後に、判定したい範囲をしきい値1, 2として、1は255 nm, 2は259 nm と設定 (⑤) します。356～360 nm についても同じ手順で項目を追加します。

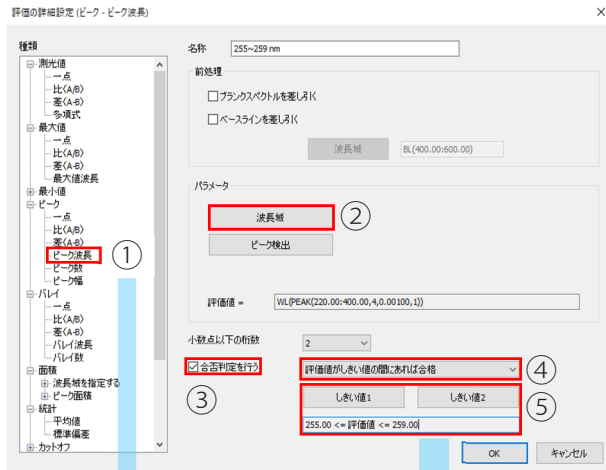


図4 合否判定の設定

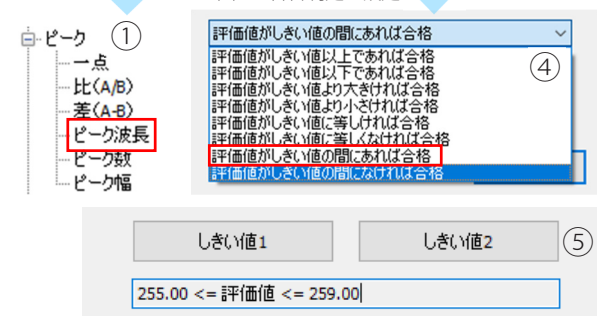


図5 評価の設定画面の拡大図
①評価の種類 ④評価の条件 ⑤しきい値の設定

最後に OK ボタンを押すと、図6に示すようにスペクトル評価項目が設定されます。

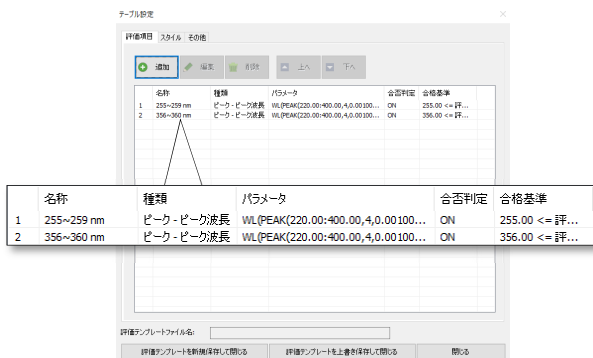


図6 ルチン、薄層クロマトグラフィー用の評価項目一覧

図6の「その他」のタブを開き、「測定後、データを自動的に評価テーブルに追加する」にチェックを入れておくと、スペクトル取得後に自動で合否判定が行われます。また、評価テンプレートを保存することにより、テンプレートを読み込むだけで、同じ試験をいつでも実施することが可能です。

日本薬局方には、前述の通り 1g のルチン、薄層クロマトグラフィー用をメタノール 100000 mL で希釈して測定することが明記されています (1→100000 と記載) ので、 1.64×10^{-5} mol/L に調製したメタノール溶液を測定しました。また比較のため、不純物として微量のオウゴンを上記溶液に混入させた混合液も調整して測定を行いました。

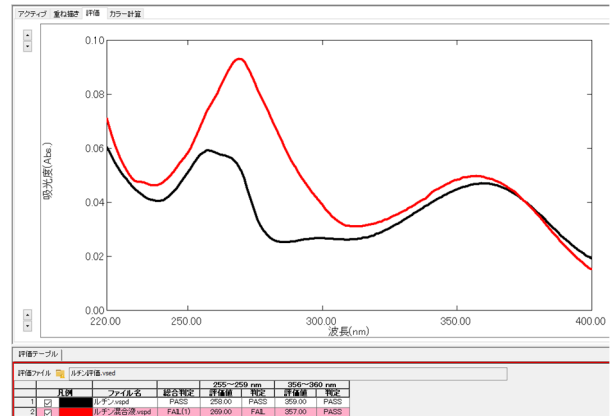


図7 得られたスペクトルと評価結果

凡例	ファイル名	総合判定	255～259 nm		356～360 nm	
			評価値	判定	評価値	判定
<input checked="" type="checkbox"/>	ルチン.vspd	PASS	258.00	PASS	359.00	PASS
<input checked="" type="checkbox"/>	ルチン混合液.vspd	FAIL(1)	269.00	FAIL	357.00	PASS

図8 評価結果の拡大図

結果

得られたスペクトルと評価結果を図7に示します (図8は評価結果の拡大図です)。なお、黒線がルチン、薄層クロマトグラフィー用のメタノール溶液、赤線が不純物を混入させた混合溶液です。

ルチン、薄層クロマトグラフィー用は 2 つの評価項目に対し「PASS (合格)」となっています。一方、混合溶液では不純物が混入したことによって、258 nm にピークが見られないために「FAIL (不合格)」となり、テーブルが赤色で表示されています。

評価結果のテーブルでは、設定した評価基準から外れた場合にはカラム色の変更され、一目で合否を確認することができます。またこのテーブル情報はコピー&ペーストや「エクセル転送」機能を用いることにより、その他のアプリケーションへの貼り付けが可能となるため、様々なレポート作成に対応することができます。

まとめ

今回は、LabSolutions UV-Vis ソフトウェアのスペクトル評価機能を用いることにより、日本薬局方に準拠した確認試験を効率的に実施可能な事例を紹介しました。この機能を用いれば、基準の決まった様々な規制に対応した確認試験を実施することが可能となります。

なお、各国薬局方では吸光度測定に用いる装置の性能についての記載があります。弊社では JP/EP (欧州薬局方) /USP (アメリカ薬局方) に準拠したバリデーション機能をご用意しております。UV-1900 についてはアプリケーションニュース No. A572 をご参照ください²⁾。

参考文献

- 厚生労働省「第十七改正日本薬局方」
- 株式会社 島津製作所 アプリケーションニュース No.A572

LabSolutions は、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。