

第十八改正日本薬局方新規収載医薬品 クロペラスチンフェンジゾ酸塩の分析

豊田 悠介

■はじめに

クロペラスチンは急性気管支炎などに伴う咳嗽の症状を鎮めるための医薬品として、主に日本で使用されています。本稿では、高速液体クロマトグラフ“Nexera XR”を用い、日本薬局方に準拠して分析を行った例をご紹介します。

■日本薬局方準拠の分析

日本薬局方医薬品各条には、液体クロマトグラフを用いた「純度試験」と「定量法」が設定されており、これらの試験において「検出の確認」、「システムの性能」、「システムの再現性」などのシステム適合性を確認することが求められています。クロペラスチンフェンジゾ酸塩に関する試験は以下の通りです。

純度試験：「検出の確認」では、純度試験用標準溶液（1.25 mg/L 4-クロロベンゾフェノン、移動相Aで調製）を移動相Aで5倍に希釈した溶液を測定し、4-クロロベンゾフェノンのピーク面積値と標準溶液の面積値を比較します。「システムの性能」では、標準溶液を測定し、4-クロロベンゾフェノンのピークの理論段数およびシンメトリー係数をそれぞれ確認します。「システムの再現性」では、標準溶液を6回繰り返し分析し、4-クロロベンゾフェノンのピーク面積値の相対標準偏差を確認します。

これらの試験に用いた分析条件を表1、得られた結果を表2、「システムの性能」の試験において得られたクロマトグラムを図1に示します。

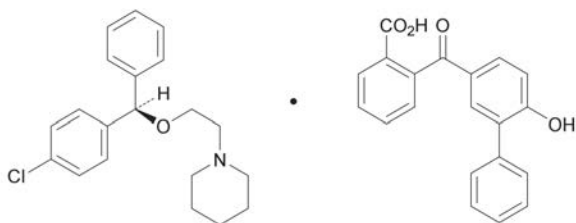


図1 クロペラスチンフェンジゾ酸塩の構造式

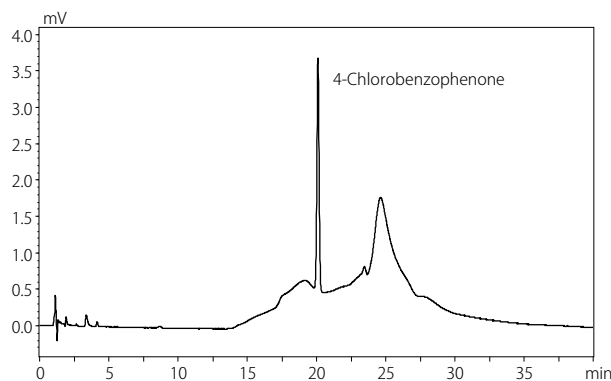


図2 日本薬局方に準拠したクロマトグラムシステムの性能

表1 分析条件

System	: Nexera XR
Column	: Shim-pack™ VP-ODS*1 (150 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile Phase A	: 0.1 mol/L Potassium dihydrogen phosphate test solution*/acetonitrile/perchloric acid = 400:320:1
Mobile Phase B	: 0.1 mol/L Potassium dihydrogen phosphate test solution/acetonitrile/perchloric acid = 450:1050:1
Time Program	: B conc. 0% (0 min – 12 min) → 100% (12 – 22 min)
Flow Rate	: 1.2 mL/min
Column Temp.	: 25 °C
Injection Volume	: 20 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal for LC 1.5 mL, Glass*3
Detection	: UV at 226 nm (SPD-40V with a standard flow cell)

*1 P/N :228-34937-91

*2 リン酸二水素カリウム13.61 gを水に溶かし、1000 mLとする。

*3 P/N :227-34001-01

■まとめ

本稿では、高速液体クロマトグラフNexera XRを用いて、第十八改正日本薬局方新規収載のクロペラスチンフェンジゾ酸塩のシステム適合性試験に従い、分析を行いました。その結果、検出の確認、システムの性能、およびシステムの再現性はいずれも日本薬局方の基準を満たすことを確認しました。

表2 システム適合性試験結果

Test		Test item	Criteria	Result	Judgement
Purity	Detectability	Area ratio	14% - 26%	19.7%	PASSED
	System performance	Theoretical plate number	≥ 10000	77396	PASSED
		Symmetry factor	≤ 2.0	1.0	PASSED
	Repeatability	Relative standard deviation	≤ 2.0%	0.2%	PASSED

Nexera、Shim-pack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。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00332-JP 初版発行：2022年 2月

島津コールセンター ☎ 0120-131691