

UV-Vis による医薬品分析： USP Chapter <857> および欧州薬局方 (Ph. Eur. Chapter 2.2.25) への準拠

Agilent Cary 3500 UV-Vis による各国薬局方への適合



はじめに

UV-Vis 分光法は、品質保証/品質管理 (QA/QC) や医薬品研究の分野で広く使用されている分析技法です。このような環境にあるすべてのラボでは、ラボ運用のための適切な管理を確立し、システム適合性試験 (SST) や標準操作手順書 (SOP) を含む医薬品適正製造基準 (GMP) 文書を確実に利用および遵守できることが重要です。米国薬局方 (USP) と欧州薬局方 (Ph. Eur.) のガイドラインでは、UV-Vis 分光光度計の分析性能が、分析目的の操作範囲に適合していることを検証する方法を説明しています。

Cary 3500 用 Cary UV ワークステーションソフトウェアでは、さまざまなシステム検証試験が使用可能であり、自動化されています。これらの試験は、薬局方の要件に則したのですが、独自のカスタム試験リストにも柔軟に対応します。USP 総則 <857> および Ph. Eur. Chapter 2.2.25 は、UV-Vis 分光光度計の機器性能適格性評価プロトコルの指針を示し

ています。表 1 および 2 に、各薬局方のシステム検証試験の概要とその簡単な説明を示します。Cary UV ワークステーションソフトウェアのシステムベリフィケーション試験は、機器がすべての試験に合格した場合は、USP と Ph. Eur. の両方の仕様を遵守して確実に動作するように設計されています。

表 1. Cary 3500 UV-Vis システム用に推奨される米国薬局方（USP）のシステム検証試験

試験種別	USP 試験の説明と制限値	
波長の基準 メソッド	最低 6 回の繰り返し分析により、各分析波長について平均および標準偏差のレポートを作成します。	
波長の基準 推奨される標準物質	過塩素酸溶液中のホルミウム	200 ～ 400 nm ± 1 nm 400 ～ 780 nm ± 2 nm ≤ 0.5 nm 標準偏差
	硫酸セリウム溶液	200 ～ 400 nm ± 1 nm ≤ 0.5 nm 標準偏差
	ジジミウム溶液	400 ～ 900 nm ± 2 nm ≤ 0.5 nm 標準偏差
	酸化ホルミウムガラスフィルタ	200 ～ 400 nm ± 1 nm 400 ～ 780 nm ± 2 nm ≤ 0.5 nm 標準偏差
	キセノンランプ	波長 260.6 nm で 推奨される原子線
吸光度の基準 メソッド	最低 6 回の繰り返し分析により、各分析波長について標準偏差のレポートを作成します。	
吸光度の基準 推奨される標準物質	重クロム酸カリウム (K ₂ Cr ₂ O ₇) 溶液	UV (200 ～ 400 nm) < 1 Abs、20 ～ 60 mg/L を使用 真度： < ± 0.01 Abs 精度： < ± 0.005 Abs
		> 1 Abs、80 ～ 200 mg/L を使用 真度： < ± 1 % Abs 精度： < ± 0.5 % Abs
	NIST 減光標準	VIS (400 ～ 780 nm) < 1 Abs、600 mg/L 真度： < ± 0.01 Abs 精度： < ± 0.005 Abs

表 1. (続き) Cary 3500 UV-Vis システム用に推奨される米国薬局方（USP）のシステム検証試験

試験種別	USP 試験の説明と制限値	
測光直線性の基準 メソッド	必要な操作範囲に該当し、この範囲に含まれる少なくとも 3 つの異なる吸光度レベルを測定します。	
測光直線性の基準 推奨される標準物質	重クロム酸カリウム (K ₂ Cr ₂ O ₇) などの適切な認証標準物質の溶液	UV 200 ～ 400 nm において、すべての濃度が吸光度許容基準の真度に適合する必要があります。
迷光 メソッド	手順 A： 光路長が 10 mm のセルのスペクトルから 5 mm のセルのスペクトルを減算して得られた差分スペクトルを生成します。どちらのセルにも同じフィルタ溶液が充填されます。	
	手順 B： 適切なリファレンスを充填した 10 mm セルに対して指定されたカットオフ溶液フィルタの吸光度を測定し、推奨される波長で最大吸光度の値 (A) または最小 % 透過率 (%T) を記録します。	
迷光 推奨される標準物質	190 ～ 210 nm で 198 nm の %T を報告	塩化カリウム水溶液 (12 g/L)、 手順 A：sλ ≤ 0.01 または Aλ ≥ 0.7 A 手順 B：Amax ≥ 2.0 A または %Tmin < 1 %T
	210 ～ 270 nm で 220 nm の %T を報告	ヨウ化ナトリウム水溶液 (10 g/L)、 手順 A：sλ ≤ 0.01 または Aλ ≥ 0.7 A 手順 B：Amax ≥ 2.0 A または %Tmin < 1 %T
	250 ～ 330 nm で 320 nm の %T を報告	アセトン、 手順 A：sλ ≤ 0.01 または Aλ ≥ 0.7 A 手順 B：Amax ≥ 2.0 A または %Tmin < 1 %T
	300 ～ 400 nm で 370 nm の %T を報告	亜硝酸ナトリウム水溶液 (50 g/L)、 手順 A：sλ ≤ 0.01 または Aλ ≥ 0.7 A 手順 B：Amax ≥ 2.0 A または %Tmin < 1 %T
分解能 メソッドと制限値	269 と 266 nm での吸光度の比	ヘキサン中のトルエン、0.02 % v/v

表 2. Cary 3500 UV-Vis システム用に推奨される欧州薬局方 (Ph. Eur.) のシステム検証試験

試験種別	Ph. Eur. 試験の説明と制限値	
波長の基準 メソッド	1 つ以上の認証標準物質を使用し、目的のスペクトル範囲内の少なくとも 2 波長を試験することを推奨します。	
波長の基準 推奨される標準物質	過塩素酸溶液中のホルミウム	200 ~ 400 nm ± 1 nm 400 ~ 700 nm ± 3 nm
	硫酸セリウム溶液	200 ~ 400 nm ± 1 nm
	ジジミウム溶液	400 ~ 700 nm ± 3 nm
	酸化ホルミウムガラスフィルタ	200 ~ 400 nm ± 1 nm 400 ~ 700 nm ± 3 nm
	キセノンランプ	200 ~ 400 nm ± 1 nm 400 ~ 700 nm ± 3 nm
吸光度の基準 メソッド	適切な固体または液体フィルタを使用し、目的のスペクトル範囲内の適切な波長数で、分光光度計による測定吸光度が目的の波長で測定されるフィルタの既知の吸光度と一致することを確認します。吸光度レベルが異なる複数のフィルタを使用し、同一波長で吸光度真度を試験することを推奨します。	
吸光度の基準 推奨される標準物質	重クロム酸カリウム溶液	235 nm 124.5 (指定吸光度) 122.9 ~ 126.2 最大公差 257 nm 144.5 (指定吸光度) 142.8 ~ 146.2 最大公差 313 nm 48.6 (指定吸光度) 47.0 ~ 50.3 最大公差 350 nm 107.3 (指定吸光度) 105.6 ~ 109.0 最大公差 430 nm 15.9 (指定吸光度) 15.7 ~ 16.1 最大公差 波長と評価対象の吸光度の各組み合わせで、フィルタの測定吸光度と認定吸光度の違いは ≤ 0.010 です (吸光度値は 2.0 未満で有効)。より高い吸光度値の許容値はリスク評価に基づいて定義する必要があります。
測光直線性の基準 メソッドおよび制限値	適切な認証標準物質を使用し、決定係数 (R^2) が 0.999 以上の場合、測光直線性は許容範囲です。	
迷光 メソッド	迷光は、適切な固体または液体フィルタか、独自に調製した溶液を使用して、適切な波長で測定します。	
迷光 推奨される標準物質	198 nm の吸光度を報告	塩化カリウム水溶液 (12 g/L)、許容値 ≥ 2.0 A
	220 nm の吸光度を報告	ヨウ化ナトリウム水溶液 (10 g/L)、許容値 ≥ 3.0 A
	250 nm の吸光度を報告	ヨウ化カリウム水溶液 (10 g/L)、 許容値 ≥ 3.0 A
	340 および 370 nm の吸光度を報告	亜硝酸ナトリウム水溶液 (50 g/L)、許容値 ≥ 3.0 A
分解能 メソッドと制限値	269 と 266 nm での吸光度の比	ヘキサン中のトルエン、0.02 % v/v

Cary 3500 のマルチセルモジュールには可動部品がありません。そのため、1 つのリファレンスと最大 7 個のサンプルを 8 個のキュベット位置で同時測定できます。同時性の利点に加え、このデザインでは実行する測定のタイプに合わせてサンプリングモジュールを最適化できます。従来型の分光光度計と比べた場合の Cary 3500 マルチセルモジュールとエンジンのデザインの違い（図 1 を参照）は、2 つの基本的な点において、機器の稼動時適格性評価（OQ）試験の根拠に影響します。エンジンとマルチセルモジュールが分離している点と、マルチセルモジュールには各キュベット位置に重複型の光学系とエレクトロニクスがある点です。これらの違いは試験の状況下で考察されるものであるため、後述します。



図 1. Cary 3500 マルチセル分光光度計は、エンジン（右側）とマルチセルモジュール（左側）の 2 つの部分で構成されています。この 2 つの部分と接続して分光光度計全体が構成されます。

波長の基準

波長真度

波長真度試験は、UV-Vis スペクトルの波長軸が目的の動作範囲にわたって正確である（正しくて許容範囲内にある）ことを確認するために用いられます。キセノンまたは重水素の光源からの原子線スペクトルを使用して試験し、波長真度を検証することが推奨されます。また、特徴が明確な吸収バンドを持つ希土類酸化物も、UV-Vis 分光光度計の波長測定値と公表値を比較することが可能なため、使用することができます。希土類酸化物の溶液である過塩素酸溶液中の酸化ホルミウム（200 ～ 600 nm）、ジジミウム（700 ～ 860 nm）、硫酸セリウム溶液（200 ～ 300 nm）は、定評があり広く普及した認証標準物質（CRM）で、UV-Vis スペクトル範囲にわたって明確に特徴付けられたピーク（図 2A.）を示します。

波長検証試験の別の方法としては、ベースのガラスマトリックスにホルミウムなどの希土類を溶解させたガラスフィルタの使用があります。波長真度を評価するために、Cary 3500 UV-Vis 分光光度計で各物質の関連する範囲全体を波長スキャンし、対応するピークの最大値の波長の位置を特定します（図 2、3、4、5、6）。その後、ピークの位置を標準（または発光線）の認定データを用いて照合します。USP 総則 <857> では、スペクトルの UV および可視領域での波長真度をそれぞれ ± 1 0nm および ± 2 nm に収める必要があると規定されています。

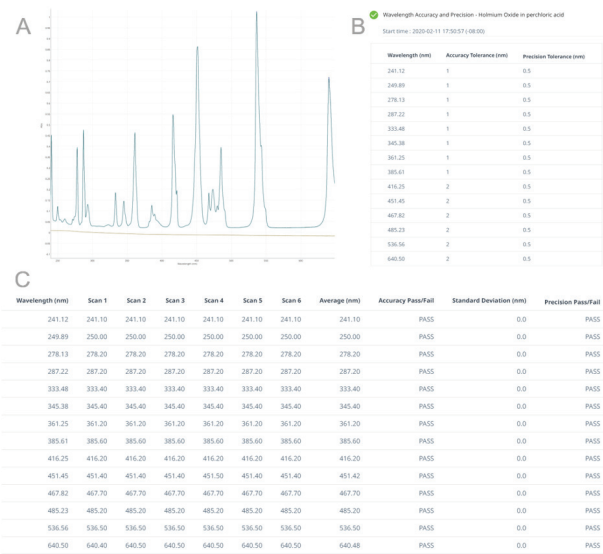


図 2. 過塩素酸溶液中の酸化ホルミウムの波長真度試験の結果。
(A) 過塩素酸溶液中の酸化ホルミウムの 6 回繰り返し波長スキャン、
(B) ピークの位置と適用した許容値、(C) 各スキャンの生のピーク位置と平均、標準偏差、合格/不合格結果の表

光の波長を決定するすべての機器コンポーネントはエンジン内にあります。この設計によって、任意の 1 つのキュベット位置を使用して機器の波長真度を求めることができます。モジュールには光の波長を変更する機能がないため、試験が必要なモジュールのキュベット位置は 1 か所のみです。

波長精度

波長精度は、吸光ピークを最低 6 回繰り返し測定し標準偏差を計算することによって試験します（図 2、3、4、5、6）。USP <857> では、UV-Vis 機器の精度を機器の操作範囲全体で 0.5 nm 未満とする必要があります。波長精度試験は、UV-Vis 分光光度計のスキャンが波長範囲内の特定の波長でどの程度の再現性で測定するかを評価します。

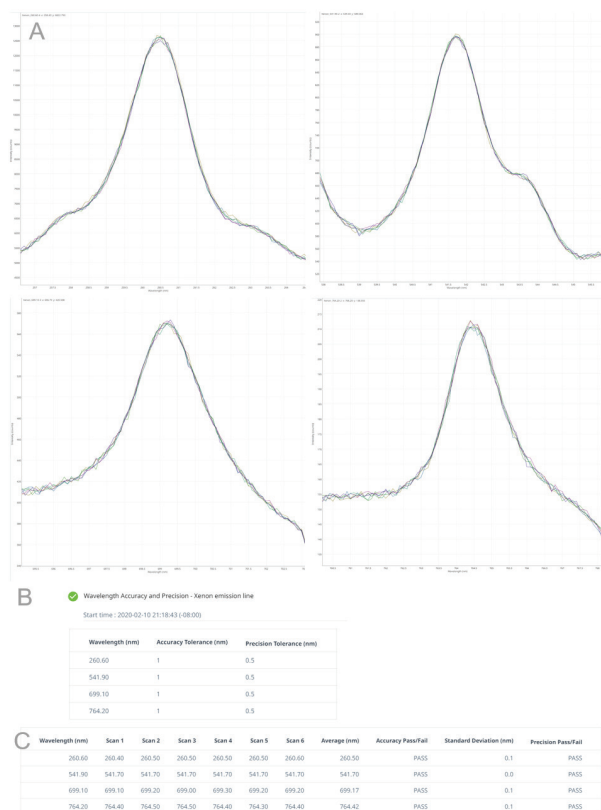


図3. 波長真度のためのキセノンの発光線の試験結果。

(A) 4つの指定した波長に対するキセノンランプの6回繰り返し波長スキャンでの強度（カウント数）のプロット、(B) ピークの位置と許容値、(C) 各スキャンの生のピーク位置と平均、標準偏差、合格/不合格結果の表

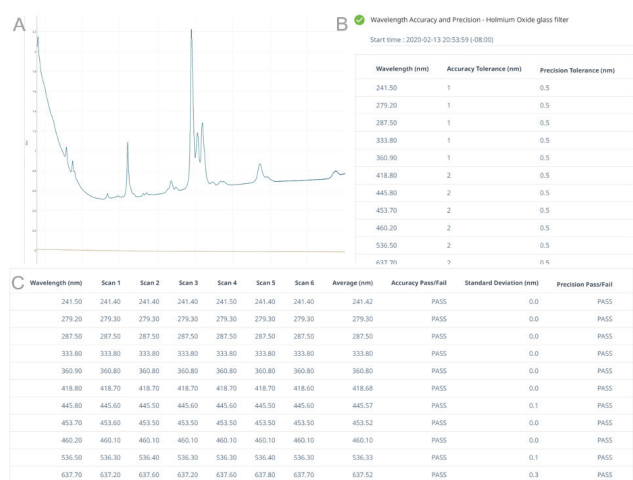


図4. 酸化ホルミウムガラスフィルタの波長真度試験の結果。

(A) 酸化ホルミウムガラスフィルタの6回繰り返し波長スキャン、(B) ピークの位置と許容値、(C) 各スキャンの生のピーク位置と平均、標準偏差、合格/不合格結果の表

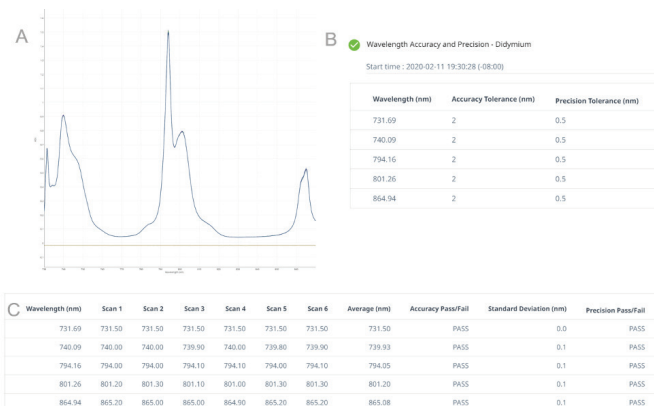


図5. ジジウムフィルタの波長真度試験の結果。

(A) ジジウムの6回繰り返し波長スキャン、(B) ピークの位置と許容値、(C) 各スキャンの生のピーク位置と平均、標準偏差、合格/不合格結果の表



図6. 硫酸セリウムフィルタの波長真度試験の結果。

(A) 硫酸セリウムの6回繰り返し波長スキャン、(B) ピークの位置と許容値、(C) 各スキャンの生のピーク位置と平均、標準偏差、合格/不合格結果の表

吸光度の基準

測光真度

測光真度と測光精度の試験は、UV-Vis 分光光度計の操作吸光度範囲にわたっての測光性能を確かめるために使用されます。これらの試験は、UV-Vis 分光光度計が信頼できる定量測定をもたらすことを確認するために用いられます。これらのパラメータのすべての試験は、吸光度とサンプル濃度との間に直線的な関係が存在するというランベルト・ベールの法則に依存しています。USP <857> の試験は、スペクトルの紫外領域に吸光ピークがある重クロム酸カリウムの認証標準物質を用いて実施されます。スペクトルの可視領域では米国国立標準技術研究所（NIST）のトレサブルフィルタ（930E）を同様に使用できます。

USP <857> に従ってスペクトルの紫外領域内の測光真度を試験するために、重クロム酸カリウム (K₂Cr₂O₇) の希釈過塩素酸溶液を測定し、235 nm、257 nm、313 nm、350 nm で吸光度を求めました (図 7)。さらに、600 mg/L 溶液の 430 nm での吸光度を求めました (図 8)。Cary 3500 では、最大 3 つの重クロム酸カリウム溶液の濃度測定が可能です (図 7)。測定される吸光度真度は、1 Abs 未満では ± 0.01 Abs、1 Abs 以上では ± 1 % となる必要があります。

USP <857> に従って、スペクトルの可視領域内の測光真度には 440 ~ 635 nm 間で吸収する NIST トレーサブルフィルタを使用します。Cary UV ワークステーションのシステムベリフィケーションアプリケーションを使用すると、吸光度、真度、精度の期待値をユーザーが入力して、最大 3 つの NIST トレーサブルフィルタを自動測定できます (図 9)。

A

K ₂ Cr ₂ O ₇ 40mg/L										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
235.00	0.490	0.490	0.490	0.490	0.490	0.490	0.490	Pass	0.000	Pass
257.00	0.568	0.568	0.568	0.568	0.568	0.568	0.568	Pass	0.000	Pass
313.00	0.190	0.190	0.190	0.190	0.190	0.190	0.190	Pass	0.000	Pass
350.00	0.423	0.423	0.423	0.423	0.423	0.423	0.423	Pass	0.000	Pass

K ₂ Cr ₂ O ₇ 60mg/L										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
235.00	0.746	0.746	0.746	0.746	0.746	0.746	0.746	Pass	0.000	Pass
257.00	0.865	0.865	0.865	0.865	0.865	0.865	0.865	Pass	0.000	Pass
313.00	0.292	0.292	0.292	0.292	0.292	0.292	0.292	Pass	0.000	Pass
350.00	0.643	0.643	0.643	0.643	0.643	0.643	0.643	Pass	0.000	Pass

K ₂ Cr ₂ O ₇ 120mg/L										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
235.00	1.491	1.491	1.491	1.491	1.491	1.491	1.491	Pass	0.007	Pass
257.00	1.728	1.728	1.728	1.729	1.729	1.729	1.728	Pass	0.010	Pass
313.00	0.574	0.574	0.574	0.574	0.574	0.574	0.574	Pass	0.000	Pass
350.00	1.271	1.271	1.272	1.272	1.272	1.272	1.272	Pass	0.026	Pass

B

Linearity (r ² ≥ 0.999)					
Wavelength (nm)	K ₂ Cr ₂ O ₇ 40mg/L	K ₂ Cr ₂ O ₇ 60mg/L	K ₂ Cr ₂ O ₇ 120mg/L	r ²	Pass/Fail
235.00	0.490	0.746	1.491	1.000	Pass
257.00	0.568	0.865	1.728	1.000	Pass
313.00	0.190	0.292	0.574	1.000	Pass
350.00	0.423	0.643	1.272	1.000	Pass

図 7. (A) 重クロム酸カリウムの 40、60、120 mg/L 標準の測光真度と測光精度の結果。ここに、測定波長、真度と精度の許容値、生の吸光度データ、平均、標準偏差、および合格/不合格判定結果のすべてが表示されます。(B) 異なる 3 つの濃度と 4 つの波長で計算された重クロム酸カリウムの測光直線性 (R²) と合格/不合格判定

Photometric Accuracy and Precision - Potassium Dichromate 600 mg/L

Start time : 2020-02-12 16:09:53 (+11:00)

Wavelength (nm)	Accuracy Tolerance (Abs)						Precision Tolerance (Abs)		
	Abs								
430.000	0.9564					0.010			0.005

K₂Cr₂O₇ 600mg/L

Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
430.00	0.954	0.954	0.954	0.954	0.954	0.954	0.954	Pass	0.000	Pass

図 8. 430 nm で 600 mg/L 標準から得た、重クロム酸カリウムの測光真度および精度の結果。ここに、測定波長、真度と精度の許容値、生の吸光度データ、平均、標準偏差、および合格/不合格判定結果のすべてが表示されます。

A

Filter 1 - NIST glass filter										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
440.00	1.050	1.051	1.051	1.051	1.051	1.051	1.051	Pass	0.000	Pass
465.00	0.969	0.969	0.969	0.969	0.969	0.969	0.969	Pass	0.000	Pass
546.10	0.979	0.980	0.980	0.980	0.980	0.980	0.980	Pass	0.000	Pass
590.00	1.018	1.019	1.019	1.019	1.019	1.020	1.019	Pass	0.071	Pass
635.00	0.973	0.973	0.973	0.973	0.973	0.974	0.973	Pass	0.000	Pass

Filter 2 - NIST glass filter										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
440.00	0.728	0.730	0.730	0.730	0.730	0.730	0.730	Pass	0.000	Pass
465.00	0.674	0.674	0.674	0.674	0.674	0.674	0.674	Pass	0.000	Pass
546.10	0.684	0.684	0.684	0.684	0.684	0.684	0.684	Pass	0.000	Pass
590.00	0.713	0.713	0.713	0.713	0.713	0.713	0.713	Pass	0.000	Pass
635.00	0.682	0.682	0.682	0.682	0.682	0.682	0.682	Pass	0.000	Pass

Filter 3 - NIST glass filter										
Wavelength (nm)	Read 1	Read 2	Read 3	Read 4	Read 5	Read 6	Accuracy	Pass/Fail	Precision	Pass/Fail
440.00	0.549	0.549	0.549	0.549	0.549	0.549	0.549	Pass	0.000	Pass
465.00	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	Pass	0.000	Pass
546.10	0.514	0.514	0.514	0.514	0.514	0.514	0.514	Pass	0.000	Pass
590.00	0.543	0.543	0.543	0.543	0.543	0.543	0.543	Pass	0.000	Pass
635.00	0.528	0.528	0.528	0.528	0.528	0.529	0.528	Pass	0.000	Pass

B

Linearity (r ² ≥ 0.999)					
Wavelength (nm)	Filter 1 - NIST glass filter	Filter 2 - NIST glass filter	Filter 3 - NIST glass filter	r ²	Pass/Fail
440.00	1.051	0.730	0.549	1.000	Pass
465.00	0.969	0.674	0.499	1.000	Pass
546.10	0.980	0.684	0.514	1.000	Pass
590.00	1.019	0.713	0.543	1.000	Pass
635.00	0.973	0.682	0.528	1.000	Pass

図 9. (A) NIST ガラスフィルタの測光真度および精度の結果。測定波長、真度および精度の許容値、生の吸光度データ、平均、標準偏差、合格/不合格が表示されます。吸光度は、機器の検出器、つまり各キューベット位置にある検出器で測定されます。(B) 異なる 3 つの濃度と 5 つの波長で計算された NIST ガラスフィルタの測光直線性 (R²) と合格/不合格判定

測光精度

システムの測光精度は、波長精度試験と同様に測定されます。6 回繰り返し測定の結果が要求され、UV-Vis 分光光度計がどの程度の再現性で測光吸光度を測定するかを評価します。図 7、8、9 に結果を示します。

このため、吸光度の真度、精度、直線性を、各キューベット位置において目的の操作範囲で確認する必要があります。

近年、USP および Ph. Eur. には、測光真度検証用の石英上に金属を成膜したフィルタの使用について記載されています。ただし、このフィルタは内部反射が生じるため、液体サンプル分析を取り扱うように設計されている Cary 3500 サンプルモジュールには、このフィルタが適していません。

6

測光直線性

測光直線性は、光学密度または濃度の上昇に伴って、機器がどれだけ正確に吸光度を測定するかに影響します。測光直線性が良くない場合、誤った結果となり、キャリブレーションが非直線性となる原因となります。Ph. Eur. に準拠して測光直線性を試験するには、測光真度の検証用に推奨されるフィルタを使用できます。最低 3 つの異なる濃度を測定して、決定係数 (R^2) が 0.999 以上となる必要があります。Cary 3500 と Cary UV ワークステーションのシステムベリフィケーションアプリケーションを使用すると、主な薬局方で推奨されている 3 つの異なる濃度の溶液やフィルタ (図 7B および 9B) から、測光直線性が自動的に計算されます。

迷光の制限値

迷光の試験では、UV-Vis 分光光度計によって検出され、選択した以外の波長で検出器に入射する光を定量化します。機器に搭載された検出器は測定対象の光の種類を区別できないため、すべての入射光が測定されます。これは、測光選択性が低下して非直線性の測光応答 (ランベルト・ベールの法則の関係の劣化) となる可能性があるため、検出される迷光によって定量分析が不正確となり、問題につながる場合があります。迷光試験においては、指定した波長範囲では透過しない溶液を使用するので、検出器に到達する任意の光が迷光の存在を示します。表 1. に示すように、薬局方の試験では、機器内の迷光レベルを定量化するために、塩化カリウム (KCl)、ヨウ化ナトリウム (NaI)、亜硝酸ナトリウム (NaNO_2)、アセトンによる 4 種類のカットオフフィルタを測定する必要があります。図 10 に、各迷光試験溶液のスキャンを示します。USP Chapter <857> で規定されている別の手順による迷光上限値の測定では、光路長が 10 mm のセルのスペクトルから 5 mm のセルのスペクトルを減算して得られた差分スペクトルを生成します。どちらのセルにも同じフィルタ溶液 (KCl、NaI、 NaNO_2 、アセトン) が充填されています。迷光比試験は Cary UV ワークステーションのシステムベリフィケーションで実行し、図 11 に示す許容限界内に機器の試験結果が収まるかどうか自動的に検証されます。

迷光は指定されたバンド幅から外れた波長の光です。機器システムにおける迷光の重大な原因は、エンジンのモノクロメータ部分の光学コンポーネントの傷や汚れです。これらの傷はすべてのキュベット位置に等しく影響を与えるため、マルチセルモジュールの 1 つのキュベット位置のみ試験を行う必要があります。

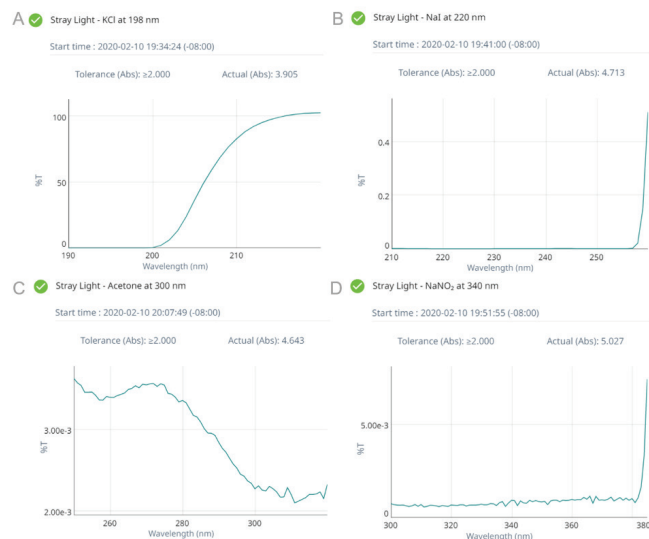


図 10. フィルタスキャンでの %T と指定した波長での該当する吸光度を示す、(A) KCl、(B) NaI、(C) アセトン、(D) NaNO_2 の迷光の結果

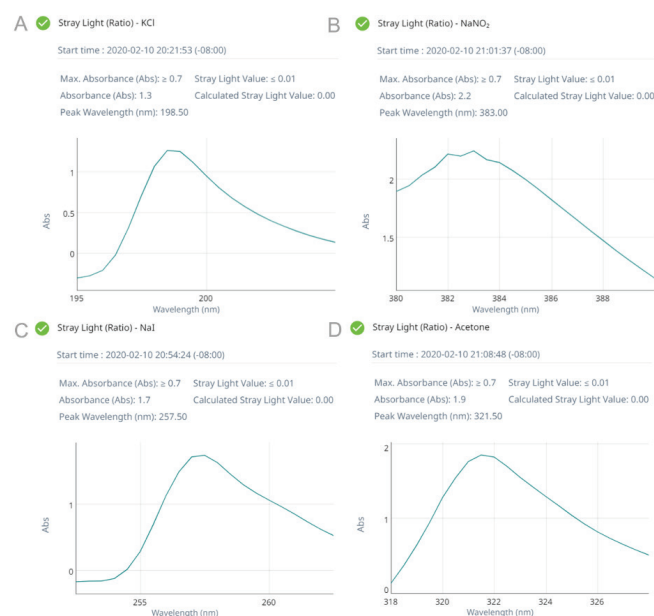


図 11. (A) KCl、(B) NaNO_2 、(C) NaI、(D) アセトンの迷光 (比) の結果と計算された迷光値

分解能の基準

UV-Vis 分光光度計の分解能は、機器が実現できる最も狭いスペクトルバンド幅です。このパラメータは、吸光ピークが近傍に重なりあって複数あるような複雑なスペクトルを持つサンプルを測定する場合に重要です。分解能試験には、275 ~ 265 nm のヘキサン中のトルエン (UV グレード) の認定サンプルの 0.020 % v/v 溶液のスペクトルの測定と、約 269 および 266 nm にそれぞれある最大および最小の吸光度の比の計算が含まれます。計算される吸光度比は、使用する機器のスペクトルバンド幅に依存します。代わりに、ベンゾノイド化合物など、吸光バンドがシャープな化合物 (半値幅が 15 nm 未満) を使用する方法もあります。図 12 に、ヘキサン中のトルエンの波長スキャンを示します。

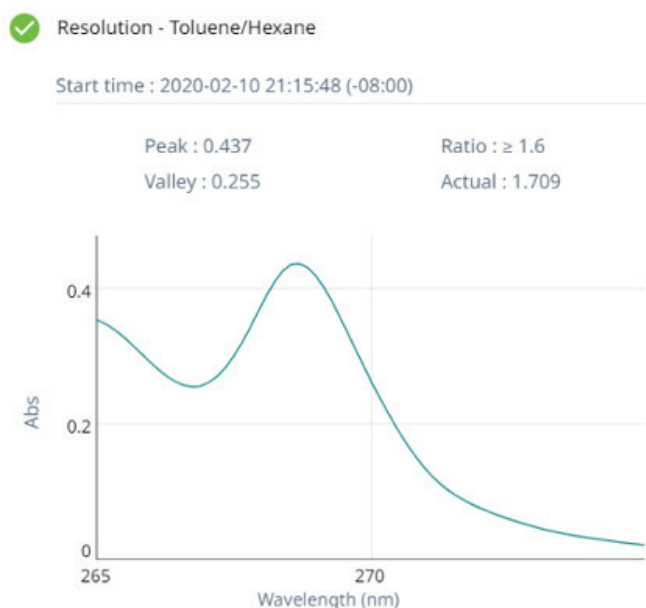


図 12. トルエン/ヘキサンの分解能試験の結果

エンジンによって、モジュールに入射する単色光のスペクトルバンド幅、そして機器の分解能が決まります。光のバンド幅を決定する機器システムのすべての部品はエンジン内にあります。十分な光が存在する限り (これは別の試験でテストします)、モジュール内の任意のキュベット位置を使用して機器システムの分解能を求めることができます。モジュールには光の分解能 (スペクトルバンド幅) を変更する機能がないため、試験が必要なモジュールのキュベット位置は 1 か所のみです。

結論

製薬ラボにおいては、UV-Vis 分光光度計が、使用される QA/QC の測定ニーズに適合するように確実に機能することが重要となります。各国の薬局方には、機器の目的の操作範囲を試験する方法が記載されていますが、これらの試験は Cary UV ワークステーションソフトウェアで容易に自動化できます。Cary 3500 を用いてシステム検証試験をシンプルかつ容易に実施することで、機器の性能を速やかに確認することができます。

Agilent Cary 3500 UV-Vis 分光光度計は、医薬品業界がデータ品質とデータインテグリティを高めるための独自の同時測定機能を提供しています。この利点は独自の光学系によるものです。本テクニカルノートでは、世界的な薬局方の要件に従って Cary 3500 の適格性評価を確実なものとする方法を説明しました。加えて、Cary 3500 は、ISO 9001 で認定された品質管理システムに従って製造されており、主な薬局方の性能要件以上の性能を備えています。Cary 3500 UV-Vis 分光光度計は、21 CFR Part 11 および EU Annex 11 のコンプライアンスを実現する包括的なソフトウェアパッケージも提供しています。このソフトウェア製品は、Cary 3500 UV-Vis 分光光度計の操作に関連するすべての電子記録のためのデータインテグリティとトレーサビリティを実現します。また、本テクニカルノートに記載した機器性能試験を実行するために使用されるシステムベリフィケーションアプリケーションを含んでいます。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2020
Printed in Japan, March 30, 2020
5994-1188JAJP
DE.698275463