

医薬品残留溶媒の分析（その3） ヘッドスペースGCによる標準試料の分析

Analysis of Residual Solvents in Pharmaceutical Articles (Part 3)

島津アプリケーションニュースGC No.G185の「医薬品残留溶媒の分析（その1）」でご紹介しましたように、「医薬品の残留溶媒ガイドライン」（厚生省：平成10年3月30日付け）は、平成12年4月1日以降に承認申請される医薬品について適用される事になっています。このガイドラインの中で、規制溶媒の種類や規制値が提示されており（詳細はNo.G185をご参照下さい）が、具体的な分析方法については、平成11年10月29日現在では提示されておりません。しかしながら、USP（米国薬局方）やEP（欧州薬局方）などのように、ヘッドスペースGC法が医薬品残留溶媒分析の手法として主流になることが予想されます。

そこで定量分析の対象となる、クラス1およびクラス2に指定された溶媒について、ヘッドスペースGCによる

分析を行いました。

分析対象試料（医薬品）は水（または適当な溶媒）で100倍希釈溶液とする（例えば、0.20gの医薬品を20mLの水に溶かす）と仮定し、標準試料として、各規制成分の1/100濃度の水溶液を調整しました。その溶液5mLをバイアルに封入し、80℃で1時間保温して、そのヘッドスペースガスを分析しました。

使用カラムはUSP・EPなどの医薬品残留溶媒分析でよく用いられているDB-624を使用しました。

分析はクラス1とクラス2の溶媒に分けて行い、それぞれについて検出器としてFIDおよびECDを用いたクロマトグラムをご紹介します。詳細な分析条件はTable 1にまとめます。

クラス1 指定溶媒のヘッドスペースガスクロマトグラム

Headspace Gas Chromatograms of Solvents of Class1

クラス1に指定されている5成分のガスクロマトグラムです。これらのうち、1,1,1-Trichloroethaneだけが他成分と比較して規制濃度が極端に高いため、標準水溶液はこの成分だけ規制値の1/10000の濃度（他成分は1/100）

で調整してあります。

左側がECD、右側がFIDのクロマトグラムです。Benzene以外の成分はECDの方がより感度良く分析が可能です。

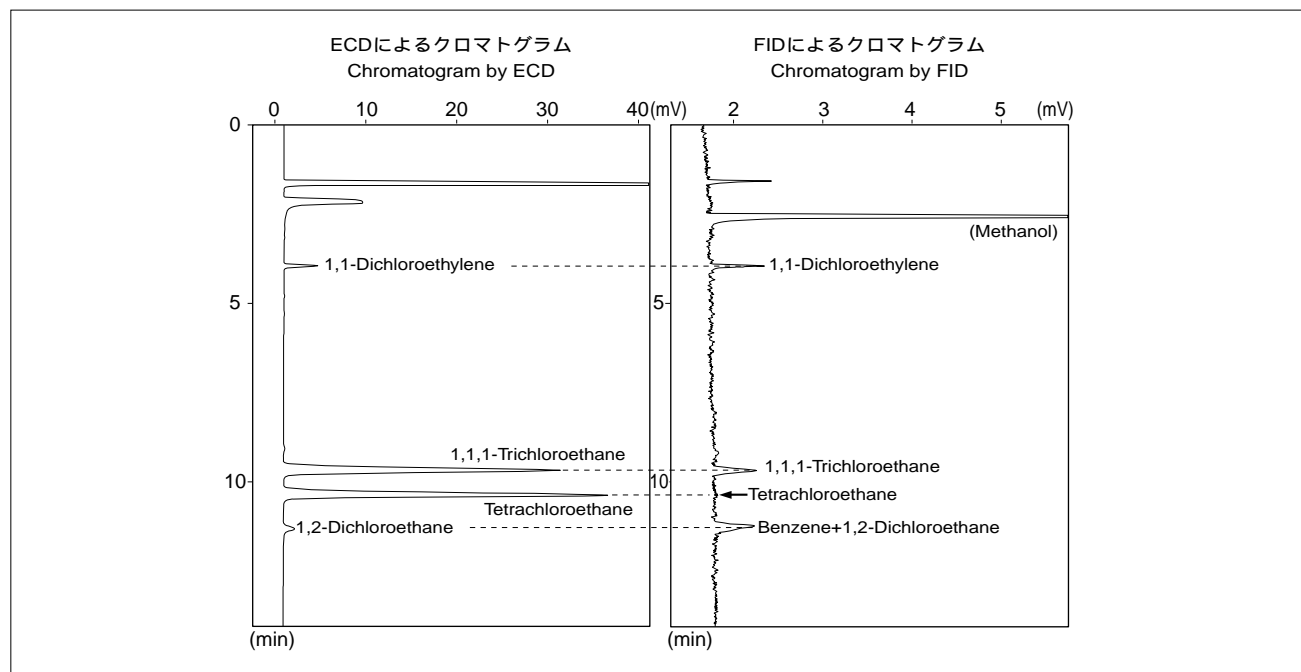
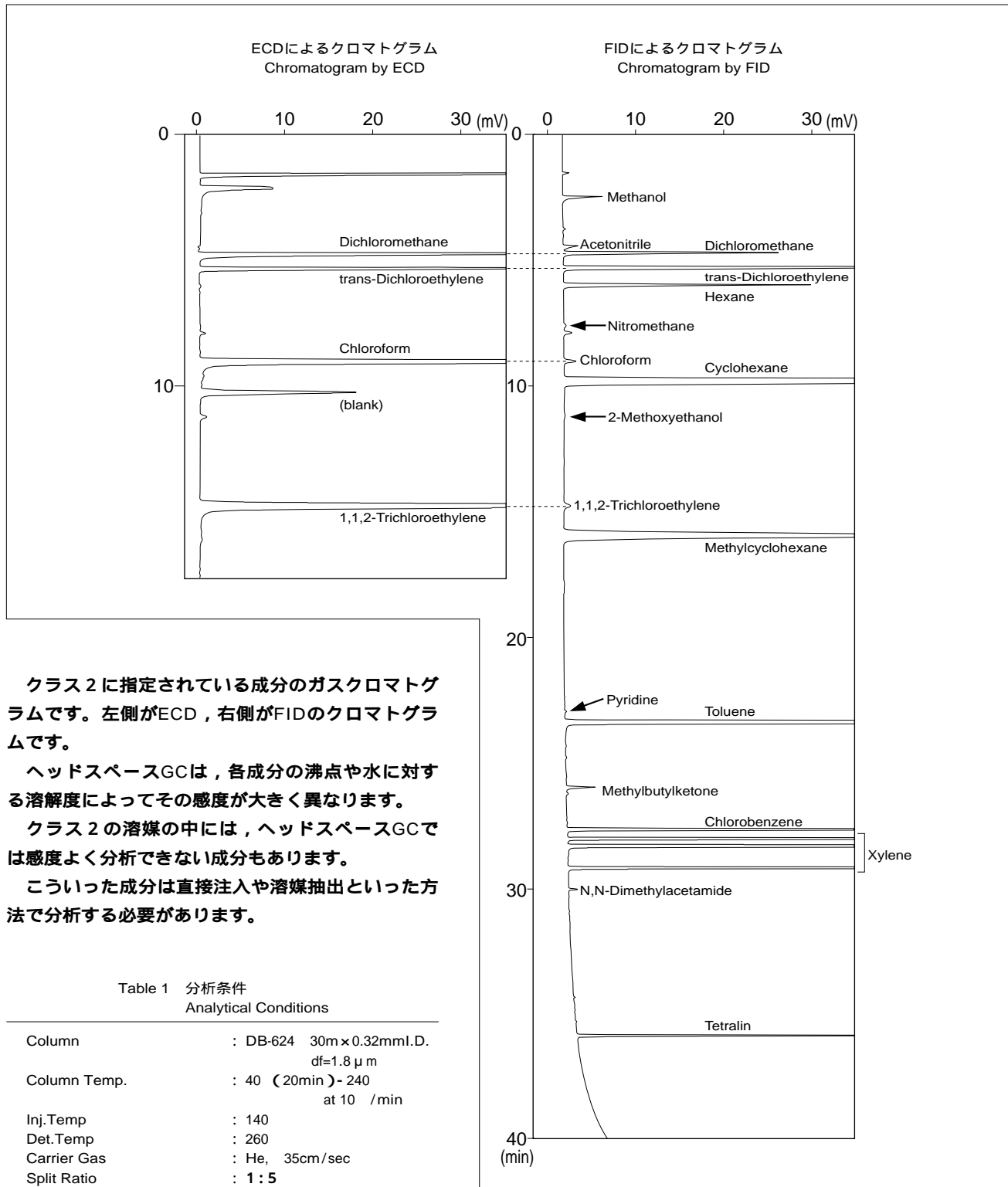


Fig.1 クラス1 指定溶媒のヘッドスペースガスクロマトグラム
Headspace Gas Chromatograms of Solvents of Class1

クラス2 指定溶媒のヘッドスペースガスクロマトグラム

Headspace Gas Chromatograms of Solvents of Class2



クラス2に指定されている成分のガスクロマトグラムです。左側がECD、右側がFIDのクロマトグラムです。

ヘッドスペースGCは、各成分の沸点や水に対する溶解度によってその感度が大きく異なります。

クラス2の溶媒の中には、ヘッドスペースGCでは感度よく分析できない成分もあります。

こういった成分は直接注入や溶媒抽出といった方法で分析する必要があります。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: DB-624 30m×0.32mmI.D. df=1.8 μm
Column Temp.	: 40 (20min)-240 at 10 /min
Inj.Temp	: 140
Det.Temp	: 260
Carrier Gas	: He, 35cm/sec
Split Ratio	: 1:5
Sample Thermostatting	: 80 60min
Headspace Injection Volume	: 2mL

Fig.2 クラス2 指定溶媒のヘッドスペースガスクロマトグラム
Headspace Gas Chromatograms of Solvents of Class2

島津製作所 分析機器事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(075)813-1691

SHIMADZU CORPORATION
INTERNATIONAL MARKETING DIVISION

3, Kanda-Nishikicho 1-chome, Chiyoda-ku, Tokyo 101-8448, Japan
Phone : (03) 3219-5641 FAX : (03) 3219-5710
Cable Add. : SHIMADZU TOKYO

3100-12908-18A-ADI