

医薬品残留溶媒の分析（その8）

- 各種溶媒溶液の保温温度依存性 -

Analysis of Residual Solvents in Pharmaceutical Articles (Part 8)

島津アプリケーションニュースNo.G228では「水溶液の保温温度依存性」として、水溶液の保温温度を変えることによる検出感度の変化をご紹介しました。今回は他の溶媒溶液についても同様に、保温温度を変えて検討を行いました。

Y.Nagai

各種溶媒溶液中の成分検出感度の保温温度依存性

Dependence of the sensitivities of the components in various solvents solution on thermostating temperature

一般にヘッドスペースGCでは、保温温度を高くすると揮発性成分の検出感度は高くなります。しかし保温温度依存性は成分によって異なり、保温温度を上げることにより急激に感度が上がる成分もあれば、あまり上がらない成分もあります。

No.G228でご紹介したように水溶液においては、グリコールエーテル類やアルコール類など、水に対する溶解度が比較的高い成分ほど、他の成分と比べて保温温度依存性が高い傾向がうかがえました。

今回はDMSO溶液・DMF溶液・DMI溶液について保温温度依存性の検討を行いました。G228と同様に、代表的な有機溶媒20成分の各種溶媒溶液において、それぞれの保温温度依存性を比較しました。

検討試料として、下記有機溶媒の各100ppm溶液を調製し、この溶液5mLをバイアルに封入して、80・120で60分保温した後、そのヘッドスペースを分析しました。

- 検討有機溶媒 -

メタノール (MeOH)・エタノール (EtOH)・イソプロパノール (IPA)・nプロパノール (nPrOH)・nブタノール (nBuOH)・アセトン (Actn)・アセトニトリル (AcNt)・酢酸エチル (EtAc)・酢酸プロピル (nPrAc)・酢酸イソプロピル (isoPrAc)・酢酸ブチル (nBuAc)・酢酸イソブチル (isoBuAc)・クロロホルム (CRF)・ジクロロメタン (DCM)・DMF・DMSO・トルエン (Tol)・ヘキサン (C6)・2-メトキシエタノール (Mecel)・2-エトキシエタノール (Etel)

Table.1に各成分について80 保温で得られたピーク面積を100として、120 保温で得られたピーク面積比を各種溶媒溶液ごとに表示しました。縦軸はピーク面積比を表しています。

水溶液中のグリコールエーテル類やアルコール類ほど温度依存性の高いものは認められませんが、各溶媒溶液においてもいずれの成分も保温温度を上げることにより検出感度は上がります。

Fig.1~6にクロマトグラムを示します。分析条件をTable.2に示します。(水溶液のクロマトグラムはNo.G228のFig.2,3をご参照ください)

Table 1 各種溶媒溶液中残留溶媒成分検出感度の保温温度依存性
Dependence of the sensitivities of the components in various solvents solution on thermostating temperature

ピーク面積比	水	DMSO	DMF	DMI
1300 1000 900 800	Etel Mecel nBuOH, nPrOH, EtOH IPA			
700	MeOH			DMSO
600				MeOH
500		Mecel Etel nBuOH		Etel, nBuOH Mecel nPrOH DMF
400	Actn	IPA EtOH, MeOH, DMF nPrOH	IPA nBuOH, nPrOH, EtOH nBuAc, isoBuAc Tol	IPA EtOH nBuAc isoBuAc Tol
300	AcNt EtAc nPrAc	nBuAc nPrAc, isoBuAc, CRF DCM, Tol EtAc, isoPrAc	Etel, nPrAc, isoPrAc, CRF EtAc, DCM AcNt Actn	nPrAc DCM, CRF AcNt, EtAc, isoPrAc Actn
200	isoPrAc, nBuAc isoBuAc DMF DCM	AcNt, Actn	DMSO	Mecel, C6 C6
100	CRF, Tol C6	C6		
溶媒溶液	水	DMSO	DMF	DMI

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Model	: TurboMatrix HS-40 + GC-2010
Column	: Rtx-624 30m × 0.53mm I.D. df=3.0µm
Column Temp	: 40°C(20min)-240°C at 20°C/min
Inj. Temp.	: 170°C, Det Temp.: 250°C
Carrier Gas	: He, 35cm/sec
Sample Thermostating	: 80、120°C 60min

DMSO溶液中残留溶媒成分検出感度の保温温度依存性

Dependence of the sensitivities of the components in DMSO solution on thermostating temperature

DMSO溶液のクロマトグラムです。Fig.1が80 で保温, Fig.2は120 で保温したものです。

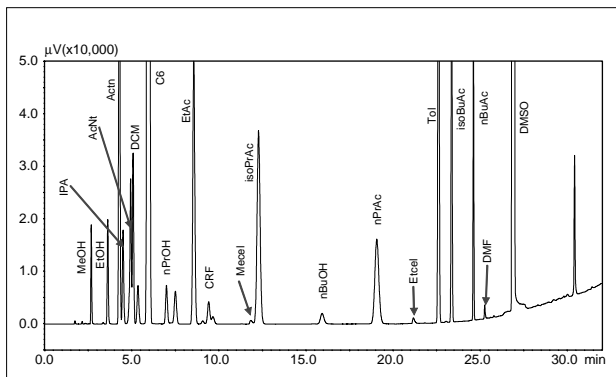


Fig.1 DMSO溶液を80 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMSO solution kept at 80°C for 60 minutes

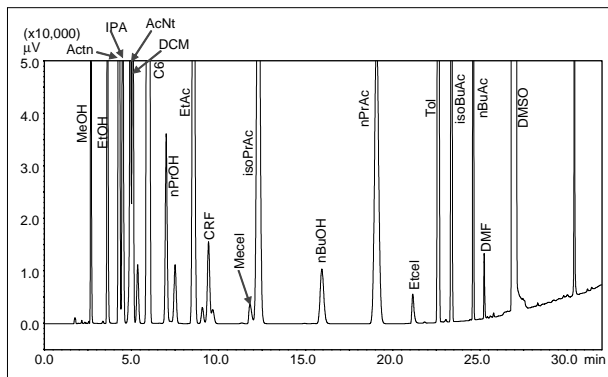


Fig.2 DMSO溶液を120 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMSO solution kept at 120°C for 60 minutes

DMF溶液中残留溶媒成分検出感度の保温温度依存性

Dependence of the sensitivities of the components in DMF solution on thermostating temperature

DMF溶液のクロマトグラムです。Fig.3が80 で保温, Fig.4は120 で保温したものです。

Mecel, Etcel, nBuOHなどは保温温度が上がるとピーク幅が広がる傾向にあります。

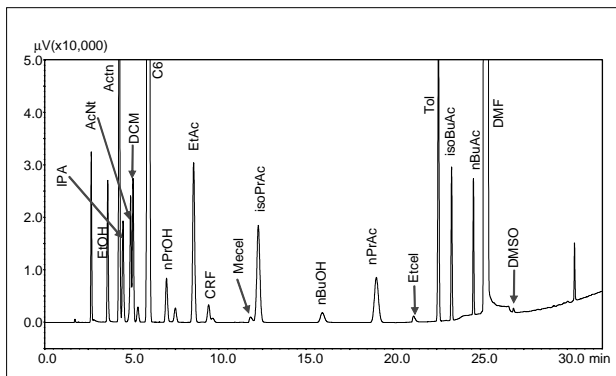


Fig.3 DMF溶液を80 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMF solution kept at 80 for 60 minutes

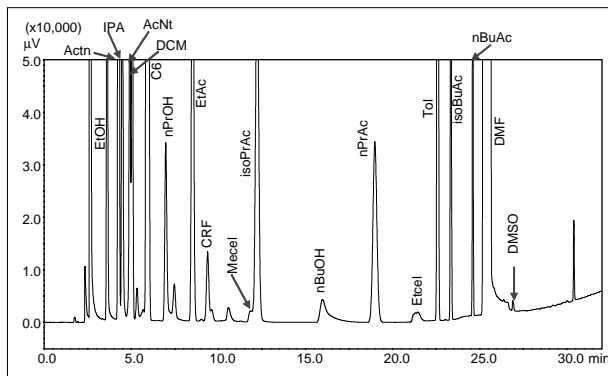


Fig.4 DMF溶液を120 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMF solution kept at 120 for 60 minutes

DMI溶液中残留溶媒成分検出感度の保温温度依存性

Dependence of the sensitivities of the components in DMI solution on thermostating temperature

DMI溶液のクロマトグラムです。Fig.5が80 で保温, Fig.6は120 で保温したものです。

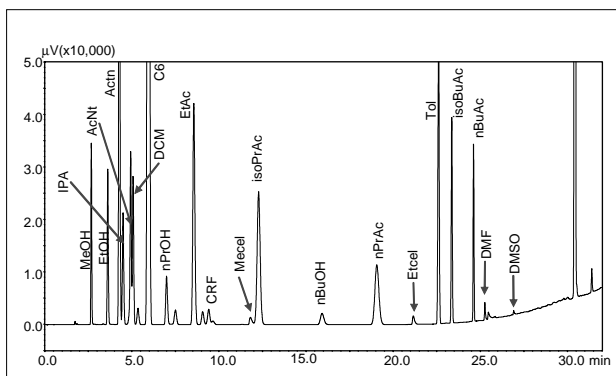


Fig.5 DMI溶液を80 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMI solution kept at 80 for 60 minutes

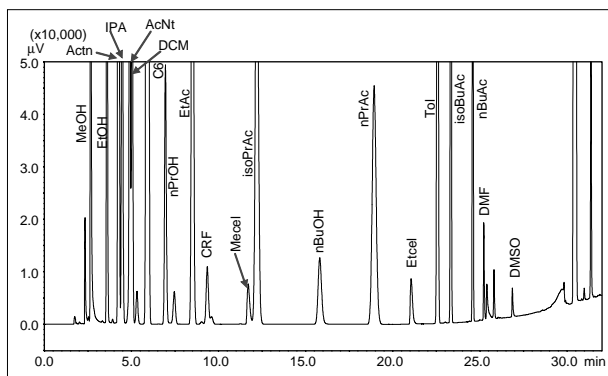


Fig.6 DMI溶液を120 で60分保温したヘッドスペースGC
Headspace gas chromatogram of DMI solution kept at 120 for 60 minutes