

Application News

No. G290B

ガスクロマトグラフィー

Nexis GC-2030+HS-20 による医薬品残留溶媒分析 (第17改正日本薬局方準拠)

医薬品中の残留溶媒とは、原薬又は添加剤の製造工程若しくは製剤の製造工程で使用されるか生成する揮発性有機化学物質と定義されており、ヒトの健康に及ぼし得るリスクに基づいてクラス1からクラス3に分類され厳密に管理されています。

残留溶媒の分析では主に、第17改正日本薬局方やUSP(米国薬局方) General Chapters <467> Residual Solvents で規定されるヘッドスペースGC法が用いられます。

本稿では、新型ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 による医薬品残留溶媒分析についてご紹介します。

E. Kobayashi, T. Murata



図1 Nexis GC-2030 + HS-20

■ クラス1 標準溶液分析

クラス1標準溶液のクロマトグラムを図2に、各化合物のSN比および再現性結果を表3に示します。

第17改正日本薬局方に「1,1,1-トリクロロエタンのピークのSN比は5以上、個々のピーク面積の相対標準偏差が15%以下である」と規定されています。結果より、規定を超える結果が得られました。

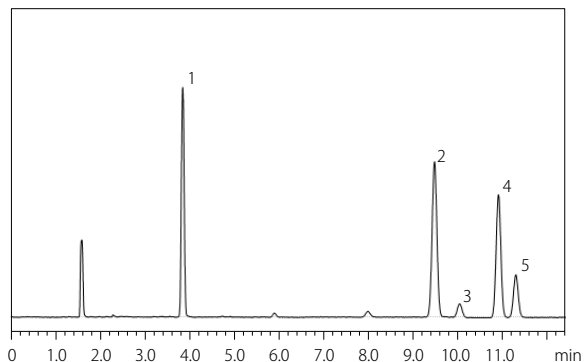


図2 クラス1標準溶液クロマトグラム

■ 装置構成と分析条件

島津ヘッドスペースガスサンプラ HS-20 を新型ガスクロマトグラフ Nexis GC-2030 に接続 (図1) し、第17改正日本薬局方に記載された水溶性試料におけるクラス1およびクラス2の標準液を操作法Aで測定しました。GC分析条件を表1に、HS-20分析条件を表2に示します。

表1 GC分析条件

Model	: Nexis GC-2030
Detector	: 水素炎イオン化検出器 FID-2030
Headspace Sampler	: HS-20
Column	: SH-I-624Sil MS (0.32 mm I.D.×30 m, d.f. = 1.8 μm) ^{*1}
Column Temperature	: 40 °C (20 min) - 10 °C/min - 240 °C (20 min) Total 60 min
Injection Mode	: Split 1 : 5
Carrier Gas Controller	: 線速度 (He)
Linear Velocity	: 35 cm/sec
Detector Temperature	: 250 °C
Injection Volume	: 1 mL

*1 P/N : 227-36077-01

表2 HS-20分析条件

Oven Temperature	: 80 °C
Sample Line Temperature	: 110 °C
Transfer Line Temperature	: 120 °C
Vial Stirring	: Off
Vial Volume	: 20 mL
Vial Heat-retention Time	: 60 min
Vial Pressurization Time	: 1 min
Vial Pressure	: 75 kPa
Loading Time	: 1 min
Needle Flush Time	: 5 min

表3 クラス1標準溶液SN比および再現性

ピーク No.	化合物	SN比	相対標準偏差 (n=6)
1	1,1-Dichloroethane	320	2.8
2	1,1,1-Trichloroethane	220	2.3
3	Carbon tetrachloride	20	2.9
4	Benzene	170	2.5
5	1,2-Dichloroethane	60	3.4

注) SN比および再現性の値は参考値であり、保証値ではありません。

■ クラス 2 標準溶液分析

クラス 2A 標準溶液クロマトグラムを図 3 に、クラス 2B 標準溶液クロマトグラムを図 4 に示します。

第 17 改正日本薬局方において、「アセトニトリルとジクロロメタンのピーク分離度は 1.0 以上である」と規定されています。結果より、規定を超える結果が得られました。

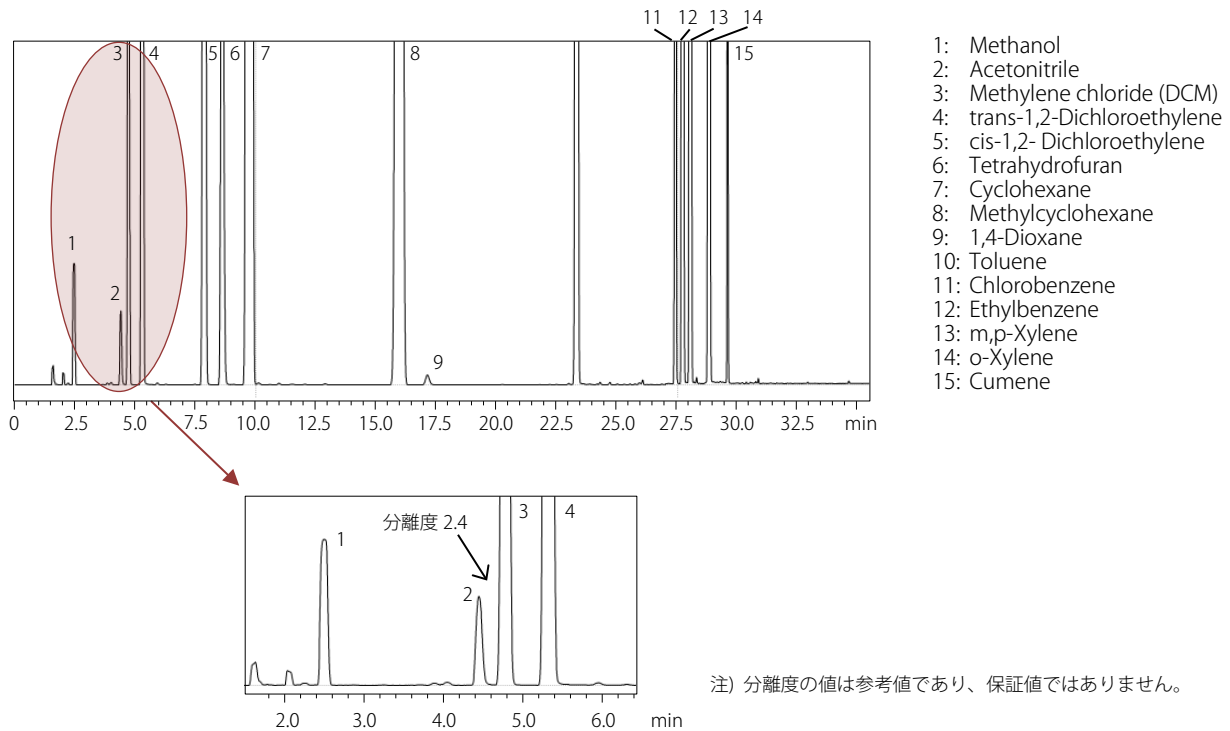


図 3 クラス 2A 標準溶液クロマトグラム

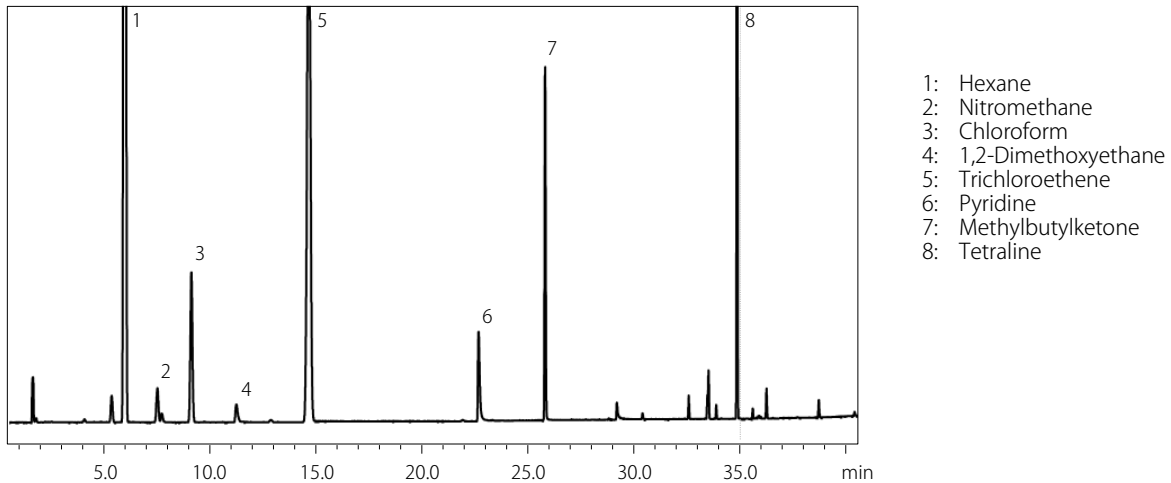


図 4 クラス 2B 標準溶液クロマトグラム