

SSM-5000Aによる洗剤残留物のスワブ/ 直接燃焼炭素測定（洗浄バリデーシオンへの適用）

Swab Direct Combustion Method of Detergent Residue by SSM-5000A

医薬品工業では製造設備の洗浄確認をする洗浄バリデーシオンにおいて、洗浄後に前の製品や洗浄に使用した洗剤の残留物、外部からの混入物などが規定の許容限度値以下であることを評価試験します。この評価には、HPLC（高速液体クロマトグラフ）が使用されることが多いのですが、洗剤は多成分で構成されているため検出が困難で、また濃縮などの前処理が必要な場合もあり測定が容易ではありません。一方、TOC（全有機体炭素）計を使用すると、構成元素に炭素をもつ物質はすべて検出することができますので、洗剤成分の残留量も容易に検出することができます。

洗浄バリデーシオンのサンプリング方法にはリンス法とスワブ法がありますが、米国FDAや厚生労働省が高く評価し推奨しているのはスワブ法です。スワブ法では、

スワブ材で設備表面の一定面積をふき取り付着残留物を物理的に採取し分析するため、リンス法では採取の困難な不溶性の付着物でもふき取って採取することができます。

島津製作所の固体試料燃焼装置SSM-5000AをTOC計に組み合わせた「スワブ/直接燃焼炭素測定法」を使用すると、無機材質のスワブ材を使用することにより、残留物をふき取りしたスワブ材をそのままSSM-5000Aで燃焼酸化させて炭素量を測定します。そのため、水では抽出困難な不溶性の残留物も測定することができ、またスワブ材からの試料の抽出操作などの前処理をする必要なく、迅速で正確な測定を行うことができます。（Fig.1）

今回は、全有機体炭素計TOC-V_{C_{SH}}と固体試料測定装置SSM-5000Aのシステムを使用して洗剤物質を測定した例についてご紹介します。

M.Tanaka

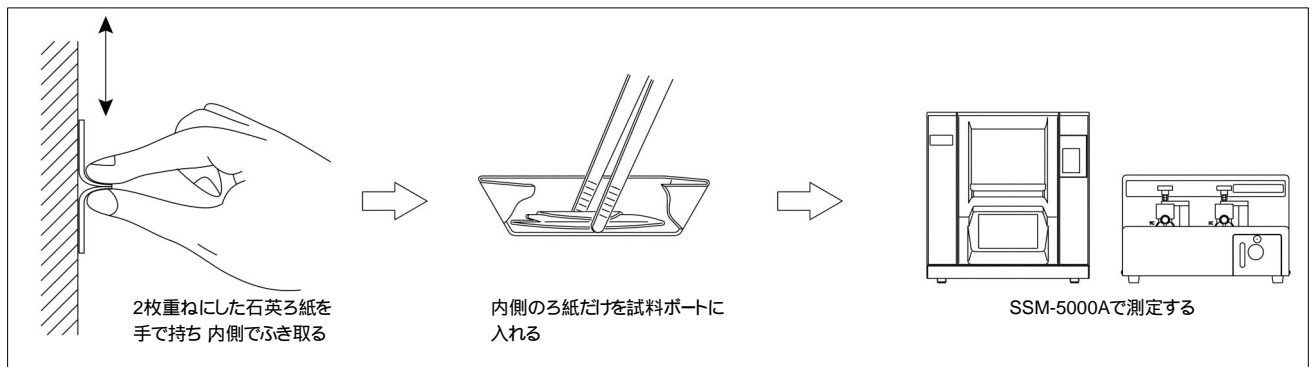


Fig.1 スワブ/直接燃焼炭素測定法による残留物評価の手順
Residue evaluation procedure using Swab Direct Combustion Method

固体試料燃焼装置SSM-5000Aによる洗剤の測定

Measurement of Detergent by SSM-5000A

まず、市販の理化学洗剤溶液とドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液について固体試料燃焼装置SSM-5000Aで炭素濃度を測定しました。ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムは日本薬局方の有機体炭素試験法の検出率の試験に使用されている物質で界面活性剤です。

理化学洗剤は、1 mLを純水で100 mLに溶解して1%溶液を調製しました。ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムは、161.2 mgを純水100 mLに溶解させて1000 mgC/L（炭素濃度が1000 mg/L）溶液を調製しました。これらの溶液の100 μ Lを加熱処理した石英ろ紙にしみこませて試料ポートにいれてSSM-5000Aで濃度測定しました。それらの結果をFig.2およびTable 1に示します。

装置は1%Cのグルコース水溶液30 μ Lで校正して検量線を作成しました。

どちらの溶液も再現性よく測定できていることからSSM-5000Aで洗剤溶液が精度よく測定できることがわかります。

<測定条件>

分析計：島津全有機体炭素計TOC-V_{C_{SH}} + 固体試料燃焼装置SSM-5000A

測定項目：TC

検量線：1%C グルコース水溶液30 μ L使用

試料：理化学洗剤の1 mLを純水100 mLに溶解させた1%理化学洗剤溶液
試薬ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（和光純薬工業）の161.2 mgを純水100 mLに溶解させた1000 mgC/L溶液

Table 1 固体試料燃焼装置SSM-5000Aによる洗剤の測定結果
Measurement data of Detergent by SSM-5000A

試料名	TC測定値[mgC/L]
1%理化学洗剤溶液	1127
1000mgC/Lドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液	982.9

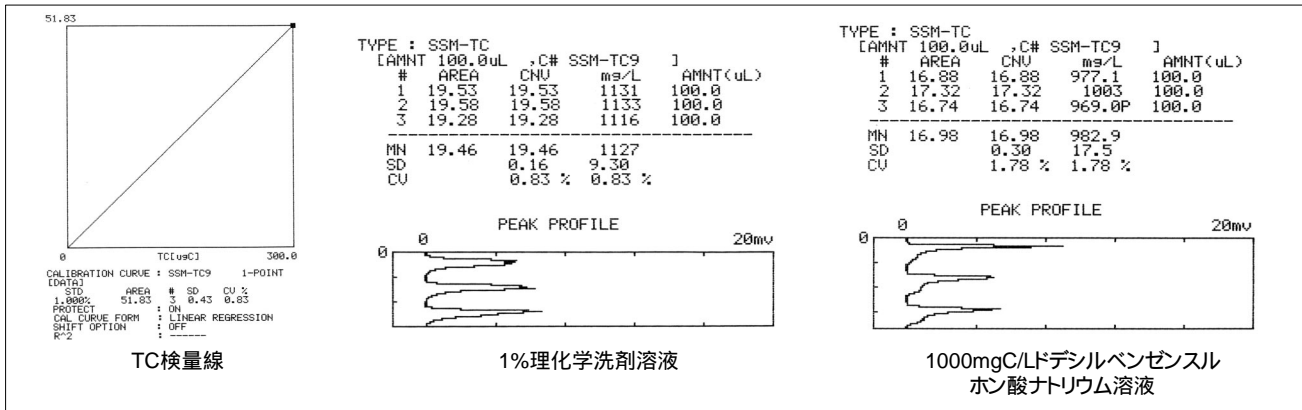


Fig.2 固体試料燃焼装置SSM-5000Aによる洗剤の測定結果
Measurement data of Detergent by SSM-5000A

固体試料燃焼装置SSM-5000Aによる洗剤のスワブ/直接燃焼炭素測定による回収率試験
Recovery data of Detergent with Swab Direct Combustion Method by SSM-5000A

次に、これらの洗剤溶液100 μLを清浄なガラス板に展開し、それを石英ガラスろ紙でふき取り試料ポートに入れ、固体試料燃焼装置SSM-5000Aで炭素濃度を測定し回収率試験をしました。ふき取り操作によるブランクを測定するため純水を同様に展開してふき取り測定しましたがブランクはゼロでした。

それらの結果をFig.3およびTable 2に示します。どちらの溶液も回収率は95%以上あり、スワブ/直接燃焼炭素測定で洗剤溶液を精度良く測定できることがわかります。

< 測定条件 >

分析計：島津全有機体炭素計TOC-V_CSH + 固体試料燃焼装置SSM-5000A

測定項目：TC

スワブ材：ADVANTEC石英ガラスろ紙QR-100(サイズ45 mm)を600 で15分加熱処理したもの

測定方法：試料溶液100 μLを5 cm × 5 cmのガラス板に展開し、400 μL純水で湿らせたスワブ材でふき取り、スワブ材ごと燃焼測定した。

Table 2 SSM-5000Aによる洗剤のスワブ/直接燃焼炭素測定による回収率試験結果
Recovery data of Detergent with Swab Direct Combustion Method by SSM-5000A

試料名	TC測定値[μgC]	理論値[μgC]	回収率(TC測定値/理論値)
ブランク (純水)	0	0	
1%理化学洗剤溶液	113.1	112.7	100.4%
1000mgC/Lドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液	97.3	98.3	98.9%

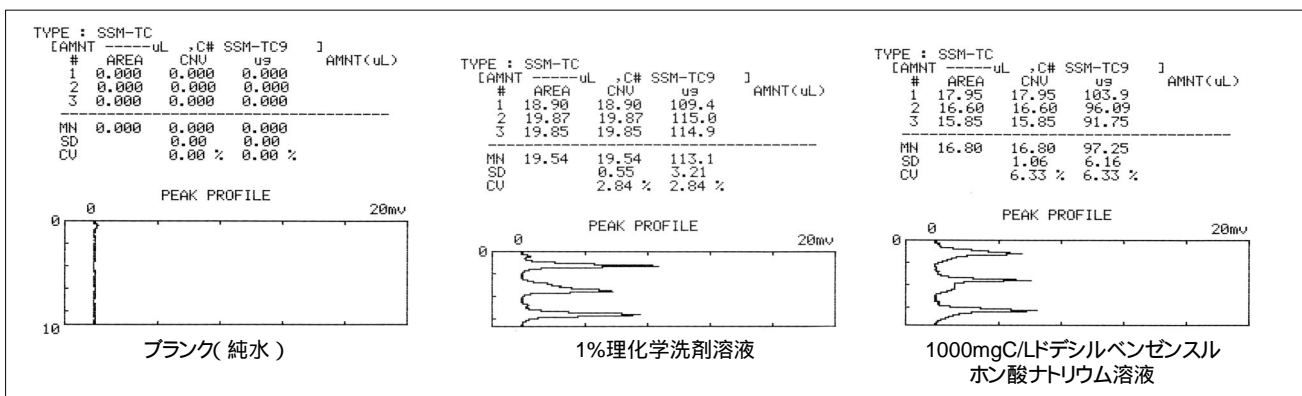


Fig.3 SSM-5000Aによる洗剤のスワブ/直接燃焼炭素測定による回収率試験データ
Recovery data of Detergent with Swab Direct Combustion Method by SSM-5000A

初版発行：2008年3月