

コンパクトモデルBrevis GC-2050を用いた 医薬品残留溶媒分析の効率化 (2) —JP18、USP467 非水溶性試料—

東 祐衣、小林永佑

ユーザーベネフィット

- ◆ スリムでコンパクトなBrevis GC-2050 は、ラボでの稼働台数を増やすことでハイスループットに分析できます。
- ◆ Brevis GC-2050 はコンパクトでありながら、薬局方に準拠した分析ができます。
- ◆ ICH Q3C(R8)で新たにクラス2溶媒へ追加された *tert*-Butyl alcohol およびCyclopentyl methyl etherも分析可能です。

■はじめに

医薬品残留溶媒の試験法は、第十八改正日本薬局方(JP18)やUSP (米国薬局方) General Chapters<467> Residual Solventsに規定されており、厳密に管理されています。このように分析条件が試験法で規定されている医薬品残留溶媒試験を効率的に行うには、限られた実験室のスペースの中で装置の稼働数を上げることが重要です。Brevis GC-2050 (図1) はコンパクトな設計で既存GCと比較してシステム幅を約35%を削減可能です。さらに省スペーストランスファラインのヘッドスペースサンプラを併用して実験室での稼働台数を増やすことで分析効率を上げることができます。

本稿では、第十八改正日本薬局方第二追補に準拠し、Brevis GC-2050 (図1) を用いてクラス1・クラス2の非水溶性試料の分析結果を紹介します。溶媒にはDMFを使用しました。

■装置構成と分析条件

表1 非水溶性試料 分析条件

GC分析条件 (操作法A・操作法B)	
Model	: Brevis GC-2050
Detector	: 水素炎イオン化検出器 FID
Column	: A) SH-I-624Sil MS (0.53 mm I.D.×30m, d.f.= 3.0 μm) B) SH-PolarWax (0.32 mm I.D.×30m, d.f.= 0.25 μm)
Column temperature	: A) 40°C (20min) – 10°C/min – 240°C (20min) Total 60min B) 50°C (20min) – 6°C/min – 165°C (20min) Total 59.17min
Injection Mode	: A) Split 1:5 B) Split 1:10
Carrier Gas Controller	: 線速度 (He)
Linear Velocity	: 35 cm/sec
Detector Temperature	: 250°C
FID H ₂ Flow Rate	: 32 mL/min
FID Make up Flow Rate	: 24 mL/min (N ₂)
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min
Injection Volume	: 1 mL

HS-20 NX 分析条件 (操作法A・操作法B 共通)

Model	: HS-20 NX USTL (Ultra Short Transfer Line)
Oven Temperature	: 80 °C
Sample Line Temperature	: 90 °C
Transfer Line Temperature	: 105 °C
Vial Shaking Level	: Off
Vial Volume	: 20 mL
Vial Equilibrating Time	: 45 min
Vial Pressurizing Time	: 1 min
Vial Pressure	: 68.9 kPa
Loading Time	: 0.5 min
Load Equilib. time	: 0 min
Needle Flush Time	: 5 min



図1 HS-20 NX USTL (Ultra Short Transfer Line)
+ Brevis™ GC-2050

■クラス1標準溶液分析 (非水溶性試料)

図2、3にクラス1標準溶液のクロマトグラムを示します。

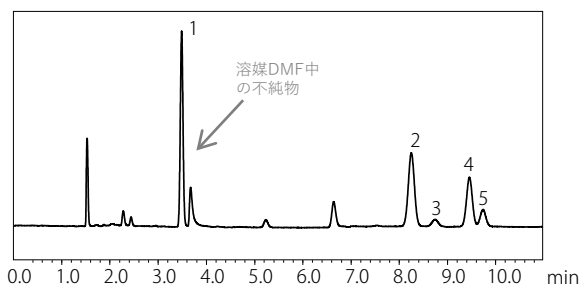


図2 操作法Aによるクラス1標準溶液クロマトグラム (非水溶性試料)
1. 1,1-Dichloroethane、 2. 1,1,1-Trichloroethane、
3. Carbon tetrachloride、 4. Benzene、 5. 1,2-Dichloroethane

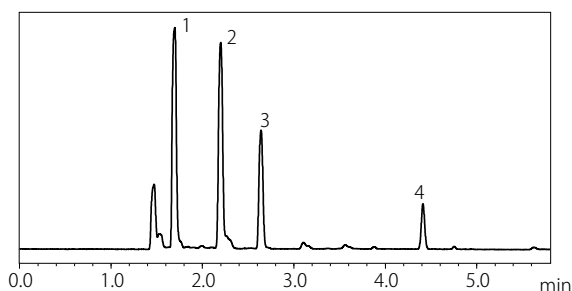


図3 操作法Bによるクラス1標準溶液クロマトグラム (非水溶性試料)
1. 1,1-Dichloroethane、
2. 1,1,1-Trichloroethane+ Carbon tetrachloride、
3. Benzene、 4. 1,2-Dichloroethane

■ クラス2標準試料分析（非水溶性試料）

図4に操作法Aの分析結果を、図5に操作法Bの分析結果を示します（クラス2A：黒、クラス2B：ピンク、TBA, CPME, MiBK：青）。システム適合性は、操作法Aでは「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」、操作法Bでは「アセトニトリルと *cis*-1,2-ジクロロエテンのピーク分離度は1.0以上」と規定されていますが、共に良好な結果が得られました。

* 図中に示している分離度の値は参考値であり、保証値ではありません。

* *tert*-Butyl alcohol(TBA)およびCyclopentyl methyl ether (CPME), Methyl isobutyl ketone(MiBK)の混合標準試料は規定の濃度となるように別途調製しました。

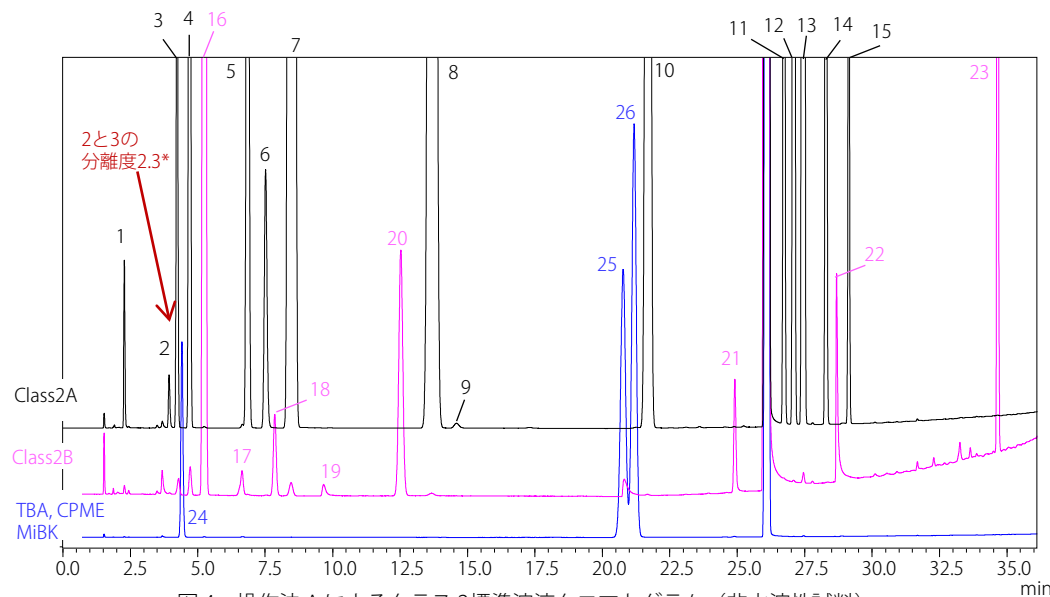


図4 操作法 A によるクラス 2 標準溶液クロマトグラム（非水溶性試料）

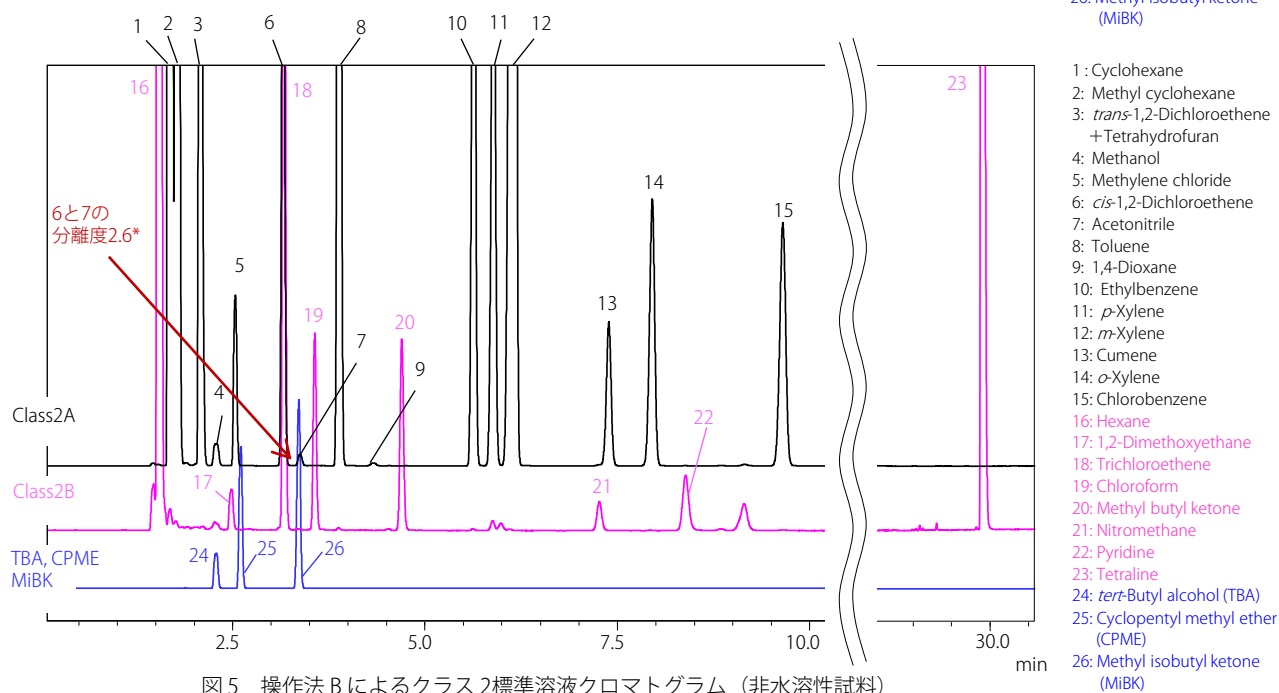


図5 操作法 B によるクラス 2 標準溶液クロマトグラム（非水溶性試料）

■ まとめ

Brevis GC-2050はコンパクトでありながら第十八改正日本薬局方(JP18)およびUSP General Chapter <467> Residual Solventsに準拠した医薬品残留溶媒分析が可能です。また、ハイエンドモデルと比較して実験室に設置可能な台数を増やすことができるため、医薬品の残留溶媒分析を効率的に行えます。

Brevisは、株式会社 島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00517-JP 初版発行：2023年 9月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
本文中では「TM」、「®」を明記していません。

© Shimadzu Corporation, 2023