



第十七改正日本薬局方一般試験法収載の 残留溶媒試験方法該当 GC カラム



<要旨>

第十七改正日本薬局方一般試験法の残留溶媒に関わる規定に記載のカラムで、アジレント製品での相当品をご紹介します。

7697A ヘッドスペースサンプラ (HSS) と 7890B GC を使用し、FID のデータ取り込みを行いました。その結果、感度、再現性が十分に確保できることを確認しました。

Key Words: 7697A HSS, 7890B GC, 残留溶媒, JP17

* * * * *

1. はじめに

平成 29 年 12 月 1 日厚生労働省告示第 348 号の第十七改正日本薬局方第一追補では、一般試験法の 2.46 に残留溶媒の規定があり、原薬や添加剤及び製剤中に残留する有機溶媒の管理及び確認、定量法が記載されております。

<http://www.mhlw.go.jp/file/06-Seisakujouhou-11120000-Iyakushokuhinkyoku/17-1.pdf>

操作 A でサンプルから残留溶媒の濃度の高い検出が認められた場合、操作 B, C と進めることとなります。(次頁フローチャート参照)

2. 分析条件

・操作 A 用分析条件

GC: 7890B
注入口温度: 140°C
スプリット比: 5:1
カラム: DB-Select 624UI for USP<467>
30m, 0.32mm, 1.80 μ m (製品番号 123-0334U1)
キャリアガス: ヘリウム
カラム流量: コンスタントフロー、35cm/sec
オープン温度:
40°C (20min) - 10°C/min - 240°C (20min)
FID: 250°C (メーカーアップガス, N2).

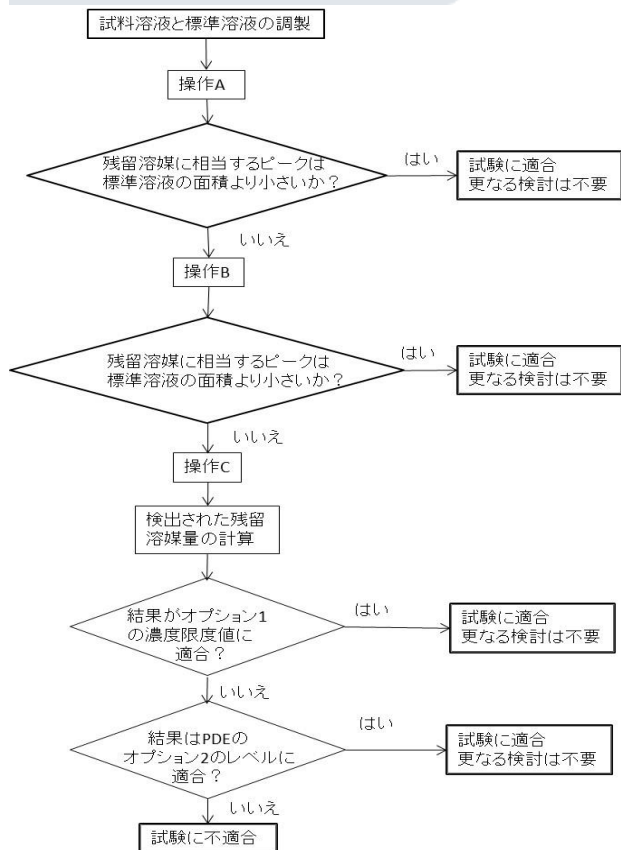
・操作 B 用分析条件

GC: 7890B
注入口温度: 140°C
スプリット比: 5:1
カラム: DB-WAX 30m, 0.32mm, 0.25 μ m
(製品番号 123-7032)
キャリアガス: ヘリウム
カラム流量: コンスタントフロー、35cm/sec
オープン温度:
50°C (20min) - 6°C/min - 165°C (20min)
FID: 250°C (メーカーアップガス, N2)

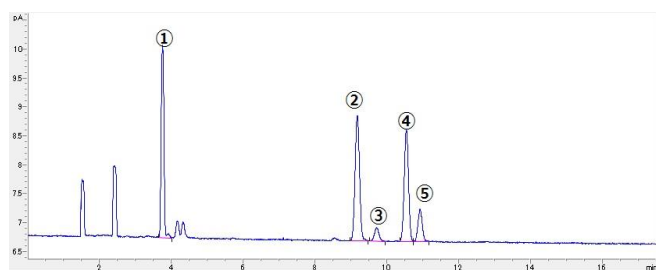
・各操作共通ヘッドスペースサンプラ条件

ヘッドスペースサンプラ: 7697A
オープン温度: 80°C
ループ温度: 85°C
トランスファライン温度: 85°C
バイアル平衡化時間: 60min
注入時間: 1min
バイアル充填モード: 指定圧力まで一定流量

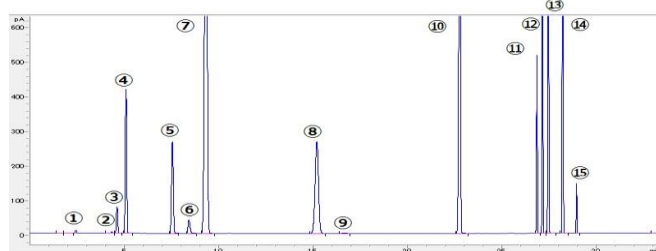




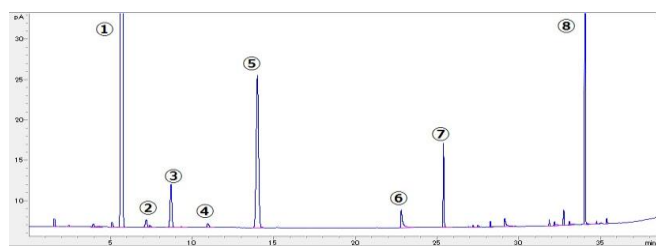
残留溶媒の同定、限度試験及び定量試験の適用の
為のフローチャート (JP17 第一追補より抜粋)



操作Aによるクラス1標準液測定例



操作Aによるクラス2A標準液測定例



操作Aによるクラス2B標準液測定例

3. 各クラス該当溶媒

・クラス1

- ①. 1,1-ジクロロエテン
- ②. 1,1,1-トリクロロエタン
- ③. 四塩化炭素
- ④. ベンゼン
- ⑤. 1,2-ジクロロエタン

・クラス2A

- ①. メタノール
- ②. アセトニトリル
- ③. ジクロロメタン
- ④. *trans*-2,3-ジクロロエテン
- ⑤. *cis*-1,2-ジクロロエテン
- ⑥. テトラヒドロフラン
- ⑦. シクロヘキサン
- ⑧. メチルシクロヘキサン
- ⑨. 1,4-ジオキサン
- ⑩. トルエン
- ⑪. クロロベンゼン
- ⑫. エチルベンゼン
- ⑬. *m*-キシレン、*p*-キシレン
- ⑭. *o*-キシレン
- ⑮. クメン

・クラス2B

- ①. ヘキサン
- ②. ニトロメタン
- ③. クロロホルム
- ④. 1,2-ジメトキシエタン
- ⑤. トリクロロエテン
- ⑥. ピリジン
- ⑦. 2-ヘキサノン
- ⑧. テトラリン

【GC-201804WN-001】

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる障害について一切免責とさせていただきます。また、本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更することがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

〒192-8510 東京都八王子市高倉町 9-1
www.agilent.com/chem/jp



Agilent Technologies