

ニトロソアミン不純物分析

— 医薬品製造工程からの規制対象遺伝毒性不純物の検出

最近の研究により、アンジオテンシンII受容体拮抗薬 (ARB) 製剤の一部に発がん性のニトロソアミン不純物が含まれることが示されました。その結果、これらの製品の多くが回収され、問題となる目標濃度を超えるニトロソアミン不純物を検出できる分析メソッドの必要性が浮き彫りになりました。アジレントでは、**米国食品医薬品局 (FDA) が指定したニトロソアミン6種だけでなく、変異原性の可能性のあるその他のニトロソアミン不純物についても同時検出できます。**

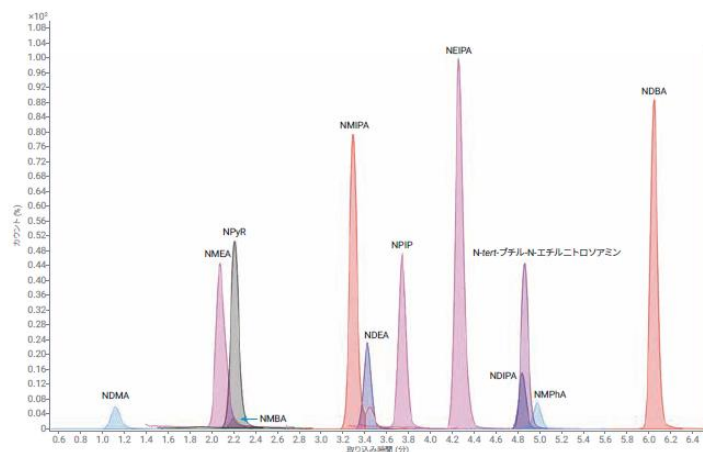


図1. 12種のニトロソアミン化合物の溶出を示す dMRM クロマトグラムの重ね表示

化合物	Agilent Ultivo TQ					
	LOD (ng/mL)	LOD (S/N)	LOQ (ng/mL)	LOQ (S/N)	R ²	直線性範囲 (ng/mL)
NDMA	0.05	9.74	0.1	13.49	0.997	0.05 ~ 100
NDEA	0.025	22.68	0.05	53.62	0.996	0.025 ~ 100
NMBA	0.05	23.88	0.1	31.18	0.998	0.05 ~ 100
NEIPA	0.025	57.37	0.05	69.67	0.999	0.025 ~ 100
NDIPA	0.025	15.72	0.05	45.18	0.998	0.025 ~ 100
NDBA	0.05	225.18	0.1	323.11	0.999	0.025 ~ 100
NMEA	0.075	7.84	0.1	12.10	0.999	0.1 ~ 100
NPyR	0.075	30.02	0.1	41.72	0.999	0.1 ~ 100
NPIP	0.1	11.60	0.15	14.11	0.998	0.15 ~ 100
NMPIA	0.075	29.58	0.1	45.34	0.994	0.075 ~ 100
NMIPA	0.025	42.17	0.05	208.86	0.996	0.025 ~ 100
N-Hert-ブチル-N-エチルニトロソアミン	0.075	54.92	0.1	81.62	0.999	0.075 ~ 100

表1. Agilent Ultivo TQの結果

S/N比、LOQ計算値、回帰係数、および検量線近似を示します。標準はすべて、1/xの重み付き検量線を用いて計算しました。

パラメータ	設定値
装置	Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A) Agilent 1290 Infinity II マルチサンプル (G7167B) Agilent 1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116B)
ニードル洗浄	メタノール: 水 / 80:20
サンプル希釈剤	水
マルチサンプル温度	6 °C
注入量	40 µL
分析カラム	Agilent InfinityLab Poroshell HPH C18, 2.1 × 100 mm 1.9 µm (p/n 695675-702)
カラム温度	40 °C
移動相 A	0.2 % 塩酸水溶液
移動相 B	メタノール
流量	0.4 mL/min
グラジエント	時間 (分) %B 0 1 2 13 5.5 80 8 95 10 95
ストップタイム	10 分
ポストタイム	3 分

表2. UHPLCの構成と設定

パラメータ	設定値
機器	Agilent Ultivo トリプル四重極 LC/MS
イオン源	大気圧化学イオン化 (APCI)
MS/MS モード	ダイナミック MRM (dMRM)
イオンモード	ポジティブ
ドライガス温度	300 °C
ドライガス流量	6 L/min
ネブライザ圧力	55 psi
APCI ヒーター	350 °C
APCI ニードル、ポジティブ	4 µA
キャピラリー電圧、ポジティブ	3,000 V
MS1/MS2 分解能	0.7/0.7 (unit/unit)
ドウェルタイム	可変

表3. トリプル四重極質量分析装置の構成およびパラメータ

5994-1383JAJP

Ultivo トリプル四重極LC/MSを用いたニトロソアミン不純物測定 参照

5994-1383JAJP

検索

ニトロソアミン不純物分析で使用しているカラム・消耗品

部品番号	品名	価格 (円、税別)
695675-702	Agilent InfinityLab Poroshell HPH 2.1 x 100 mm, 1.9 µm	¥109,000 → キャンペーン価格 ¥92,650

医薬品中の元素不純物試験を効率化 —アジレントの認定標準液

アジレントのICH Q3D/USP<233>不純物キットは、5種類の認証標準物質（CRM）で構成され、元素がICH/USPクラスごとに化学適合性に従って規制限度と同じ相対濃度で混合されています。

ICH Q3D/USP<233>用標準液を単元素標準液から独自に調整する必要がないため、準備時間を短縮し、誤差を最小化できます。

- ・アジレントの新しいICH / USP <232>元素不純物分析標準液は、規制対象元素をカバーする標準液です。
- ・これらの標準液は、ICP-OESおよびICP-MSアプリケーション向けに業界最高の品質（ISO 17025および17034）を取得しています。
- ・ICP-MSおよびICP-OES機器を使用してICH Q3DおよびUSP <232>要件に対応する医薬品分析や、USP <232>オーラルキットを使用している既存のお客様に最適です。



部品番号	品名	価格（円、税別）
5190-9766	ICH/USPターゲット標準 A : Hg 30 µg/mL, As 15 µg/mL, Cd, Pb 5 µg/mL, 2% HNO ₃ , 100mL	¥15,000 →キャンペーン価格 ¥12,750
5190-9767	ICH/USPターゲット標準 B : Ni 200 µg/mL, Ag, Se 150 µg/mL, V 100 µg/mL, Tl 8 µg/mL, Co 50 µg/mL, 2% HNO ₃ , 100mL	¥19,000 →キャンペーン価格 ¥16,150
5190-9768	ICH/USPターゲット標準 C : Au, Ir, Os, Pd, Pt, Rh, Ru 100 µg/mL, 15% HCl, 100mL	¥26,000 →キャンペーン価格 ¥22,100
5190-9769	ICH/USPターゲット標準 D : Cr 11000 µg/mL, Sn 6000 µg/mL, Cu, Mo 3000 µg/mL, Ba 1400 µg/mL, Sb 1200 µg/mL, Li 550 µg/mL, 5% HNO ₃ / トレースHF, 100mL	¥48,000 →キャンペーン価格 ¥40,800
5190-9770	医薬品内部標準 1: Te 25 µg/mL, Sc 10 µg/mL, Ge, In, Lu, Bi 5 µg/mL, 2% HNO ₃ / トレースHF, 100mL	¥18,000 →キャンペーン価格 ¥15,300

キャンペーン内容

ニトロソアミン不純物分析関連カラム消耗品・ICH-Q3D標準液をお買い上げいただけますと、キャンペーン期間中何度でも定価より**15%OFF**でご提供いたします。

キャンペーン期間 **2020年7月13日～2020年7月31日**

2週間限定！

本リーフレット記載の『希望販売価格』は参考価格であり、販売店からの実際の販売価格ではございません。ご注文の際には販売店様へご確認くださいませようお願い申し上げます。

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
フリーダイヤル 0120-477-111 www.agilent.com/chem/jp

ピーク形状を改善するJ&WウルトラライナートGCカラム

極性化合物の分析には、ポリエチレングリコール（PEG）を固定相とするGCカラムが広く使用されています。このカラムは、食品、香り、および香料アプリケーションや、品質管理ラボおよびメソッド開発ラボでの化学分析に最適です。

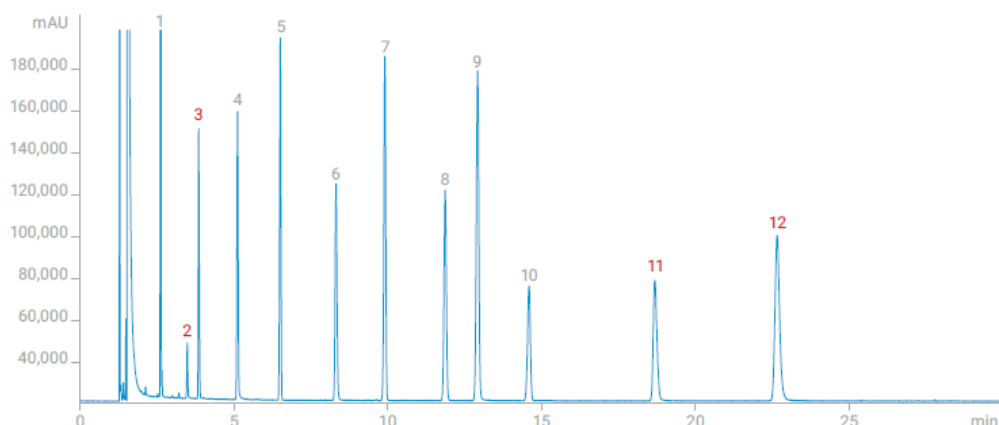
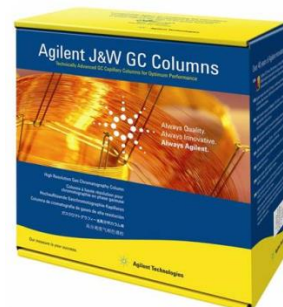


図1. DB-WAXウルトラライナートによるテスト混合物の分析

各ピークの成分：

- | | |
|--------------|----------------|
| 1. 2-ノナン | 7. デカン酸メチル |
| 2. デカナール | 8. 2-クロロフェノール |
| 3. プロピオン酸 | 9. 1-ウンデカノール |
| 4. エチレングリコール | 10. ノナデカン |
| 5. ヘプタデカン | 11. 2-エチルヘキサン酸 |
| 6. アニリン | 12. エチルマルトール |



<新製品> フリット付ライナ



- ・焼結ガラスフリットを中央、または下部に設置したライナになります。ガラスウールを使用していないため、ウールの繊維がGCフローパスに流れ込む心配がありません。
- ・ガラスウールを使用する時と同等の気化特性を持ち、性能と品質の一貫性があります。
- ・ミッドフリットシングルテーパライナ：一般的なスプリット/スプリットレス分析や、塩基性薬物の分析に最適です。
- ・ローフリットシングルテーパライナ：SVOCおよびOC/OP農薬のスプリットレス分析に最適です。

部品番号	品名	価格（円、税別）
5190-5105	スプリットレス、UI、ミッドフリットライナ、4mm、1本	¥6,800 → キャンペーン価格 ¥5,780
5190-5105-005	スプリットレス、UI、ミッドフリットライナ、4mm、5本	¥26,000 → キャンペーン価格 ¥22,100
5190-5112	スプリットレス、UI、ローフリットライナ、4mm、1本	¥6,800 → キャンペーン価格 ¥5,780
5190-5112-005	スプリットレス、UI、ローフリットライナ、4mm、5本	¥26,000 → キャンペーン価格 ¥22,100

キャンペーン内容

食品分析でJ&Wウルトラライナートカラム・フリット付ライナをお買い上げいただくと、キャンペーン期間中何度でも定価より**15%OFF**でご提供いたします。

キャンペーン期間 2020年8月3日～2020年8月14日

2週間限定！

本リーフレット記載の『希望販売価格』は参考価格であり、販売店からの実際の販売価格ではございません。ご注文の際には販売店様へご確認くださいませようお願い申し上げます。

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
フリーダイヤル 0120-477-111 www.agilent.com/chem/jp



Trusted Answers

飲料水中のPFAS(ペル／ポリフルオロアルキル化合物)分析

ペル／ポリフルオロアルキル化合物 (PFAS) は環境への懸念が高まっている化合物の1つです。米国環境保護庁 (US EPA) は飲料水の健康に関する勧告を発表しており、ペルフルオロオクタン酸 (PFOA) とペルフルオロオクタンスルホン酸 (PFOS) の合計濃度を70 ng/Lとしています。

アジレントUltivoトリプル四重極LC/MSでは、US EPAメソッド537に記載された14種類のPFASを含む17種類のPFASの分析が可能で、すべての分析対象物が、US EPAメソッドの規定よりも低い濃度レベル、短い分析時間、半分の注入量で検出されました。

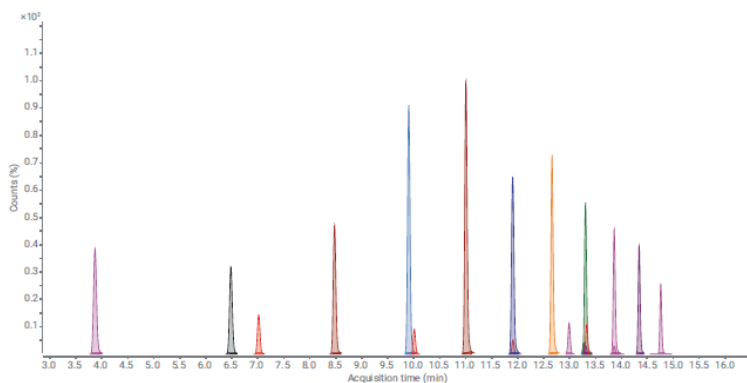


図1. 分析対象17種類のPFASに関する1 ppb標準溶液のLC/MS MRMクロマトグラム

パラメータ	設定値
液体クロマトグラフシステム	Agilent 1290 Infinity II ハイスピードポンプ (G7120A) Agilent 1290 Infinity II マルチサンブラ、冷却器付き (G7167B) Agilent 1290 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116B)
ディレイカラム	Agilent Eclipse Plus C18, 4.6 × 50 mm, 3.5 μm (p/n 959943-902)
分析カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18, 3.0 × 50 mm, 1.8 μm (p/n 959757-302)
注入量	5 μL
カラム温度	50 °C
移動相	A) 5 mM 酢酸アンモニウム / 水 B) 5 mM 酢酸アンモニウム / 95 % MeOH
流量	0.4 mL/min
グラジエント	時間 (分) % B 0.0 10 0.5 10 2.0 30 14.0 95 14.5 100
分析時間	16.5 分
ポストタイム	5.5 分

表1. LCの分析条件

PFAS分析で使用しているカラム・消耗品

部品番号	品名	価格 (円、税別)
959943-902	Agilent Eclipse Plus C18 4.6 x 50 mm, 3.5 μm	¥56,000 → キャンペーン価格 ¥47,600
959757-302	Agilent Eclipse Plus C18 3.0 x 50 mm, 1.8 μm	¥81,000 → キャンペーン価格 ¥68,850

化合物	R ²	CCV RSD (%)
PFBA	0.9965	2.1
PFPeA	0.9996	2.7
PFBS	0.9964	3.1
PFHxA	0.9988	3.0
PFHpA	0.9985	3.4
PFHxS	0.9995	1.7
PFOA	0.9971	1.2
PFOS	0.9991	1.9
PFNA	0.9811	3.7
PFDA	0.9941	3.6
N-MeFOSAA	0.9999	3.6
PFDS	0.9999	2.3
PFUDA	0.9940	2.3
N-EtFOSAA	0.9996	5.2
PFDoA	0.9974	3.6
PFTDA	0.9984	3.5
PFTeDA	0.9986	3.2

表2. 26時間にわたる定期キャリブレーション確認 (CCV) サンプル1ppbの直線性 (R²) と%RSD

5991-8969JAJP

Agilent Ultivo トリプル四重極LC/MSによる飲料水中のペル/ポリフルオロアルキル化合物(PFAS)の分析 参照

5991-8969JAJP

検索

特定悪臭物質 規制対象アルデヒド6成分の高速分析

特定悪臭物質であるアルデヒドの測定の方法に、高速液体クロマトグラフ法が追加されました。
Agilent InfinityLab Poroshell120 PFPカラムを用いますと、ODSカラムでは分離が困難なイソブチルアルデヒドとノルマルブチルアルデヒドが良好に分離します。また、これらの2成分を含めた規制対象6成分が、20分程度のイソクラチック分析で分離可能です。

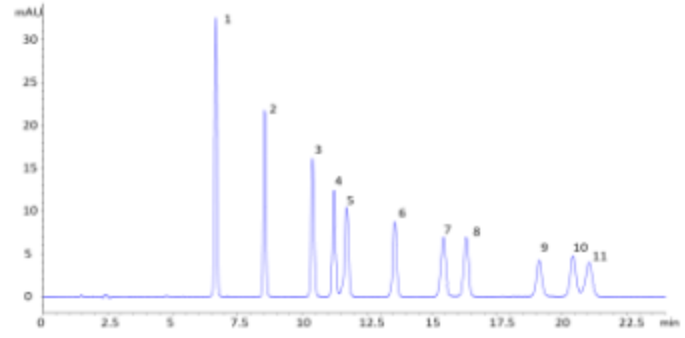
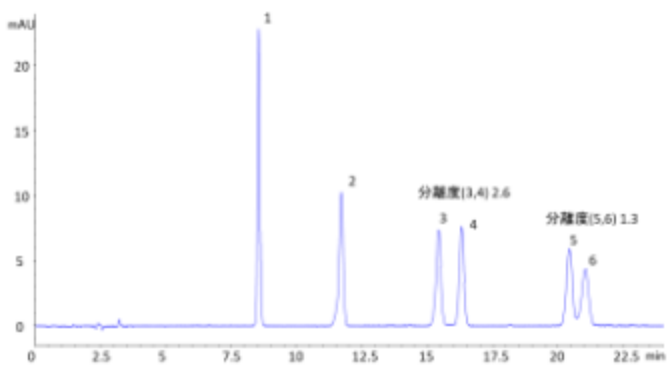


図1. 規制対象6成分のクロマトグラム
1) アセトアルデヒド-DNPH、2) プロピオンアルデヒド-DNPH、
3) ノルマルブチルアルデヒド-DNPH、4) イソブチルアルデヒド-DNPH、
5) イソパレルアルデヒド、6) ノルマルパレルアルデヒド、
試料：DNPH化したアルデヒド類各0.1 mg/L (アルデヒド類として) を含む
アセトニトリル溶液を水で2倍希釈した溶液、注入量：20 μ L

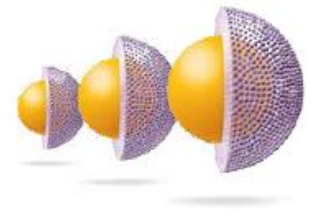
図2. 規制対象6成分と近傍に溶出するアルデヒド類のクロマトグラム
1) ホルムアセトアルデヒド-DNPH、2) アセトアルデヒド-DNPH、
3) アクロレイン-DNPH、4) アセトン-DNPH、5) プロピオンアルデヒド-DNPH、
6) クロトンアルデヒド-DNPH、7) ノルマルブチルアルデヒド-DNPH、
8) イソブチルアルデヒド-DNPH、9) ベンズアルデヒド-DNPH、
10) イソパレルアルデヒド-DNPH、6) ノルマルパレルアルデヒド-DNPH、
試料：DNPH化したアルデヒド類各0.1 mg/L (アルデヒド類として) を含む
アセトニトリル溶液を水で2倍希釈した溶液、注入量：20 μ L

システム

- 1260 Infinity II バイナリポンプ (G7112B)
- 1260 Infinity II バイアルサンプラ (G7129A)
- 1260 Infinity II マルチカラムサーモスタット (G7116A)
- 1260 Infinity II ダイオードアレイ検出器 (DAD) (G7117C)
(セル:G4212-60007、60mm)

分析条件

カラム	InfinityLab Poroshell120 PFP (4.6 x 250 mm、4 μ m) 部品番号 690970-408
移動相	水/アセトニトリル/メタノール (5:4:2)
流速	1 mL/min
カラム温度	50 $^{\circ}$ C
測定波長	360 nm
注入量	各クロマトグラムを参照



LC-201812MA-001
特定悪臭物質のアルデヒド6種が分離可能な、
Agilent InfinityLab Poroshell120 PFPカラム 参照

LC-201812MA-001

表1. LCの分析条件

アルデヒド分析で使用しているカラム・消耗品

部品番号	品名	価格 (円、税別)
690970-408	Agilent InfinityLab Poroshell120 PFP 4.6 x 250 mm, 4 μ m	¥96,000 → キャンペーン価格 ¥81,600

キャンペーン内容

PFAS・アルデヒド分析関連カラム消耗品をお買い上げいただけますと、
キャンペーン期間中何れでも定価より**15%OFF**でご提供いたします。

キャンペーン期間 **2020年8月17日～2020年8月31日**

2週間限定!

本リーフレット記載の『希望販売価格』は参考価格であり、販売店からの実際の販売価格ではございません。ご注文の際には販売店様へご確認くださいませようお願い申し上げます。