第十七改正日本薬局方通則 34 に収載予定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の通則 34 の一般試験法の残留溶媒に関わる規定に関する改正案に記載のカラムで、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

第十七改正日本薬局方の通則 34 の一般試験法の残留溶媒に関わる規定に関する改正案は、日本薬局方原案審議委員会で審議が行われております。

2015 年 9 月現在、厚生労働省ホームページ、パブリックコメントより
http://search.e-gov.go.jp/servlet/Public?CLASSNAME=PCMMSTDETAIL&id=495150122&Mode=0

・クラス 1 溶媒：第十七改正から（2016/4）
・クラス 2-3 溶媒： 第一追補をめどに適用

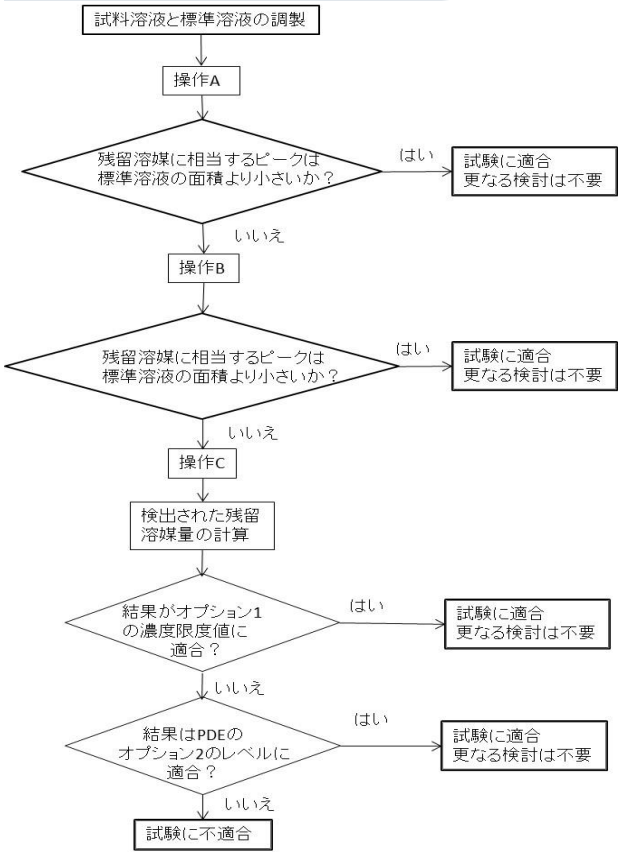
操作 A でサンプルから残留溶媒の濃度の高い検出が認められた場合、操作 B, C と進めることとなります。(次頁フローチャート参照)

2. 分析条件

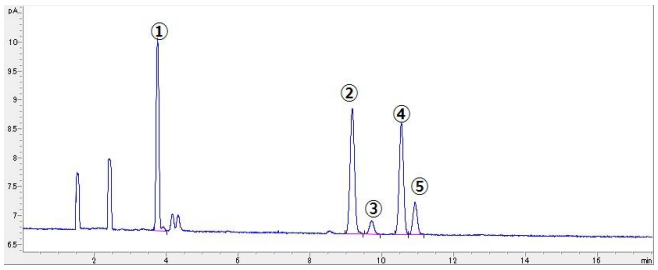
・操作 A 用分析条件
GC: 7890B
注入口温度: 140℃
スプリット比: 5:1
カラム: DB-Select 624UI for USP<467>
30m, 0.32mm, 1.80 μm (製品番号 123-0334UI)
キャリアガス: ヘリウム
カラム流量: コンスタントフロー、35cm/sec
オーブン温度:
40℃(20min)-10℃/min-240℃(20min)
FID: 250℃ （メークアップガス,N2).

・操作 B 用分析条件
GC: 7890B
注入口温度: 140℃
スプリット比: 5:1
カラム: DB-WAX 30m, 0.32mm, 0.25 μm
(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
オーブン温度:
50℃(20min)-6℃/min-165℃(20min)
FID: 250℃ （メークアップガス,N2)

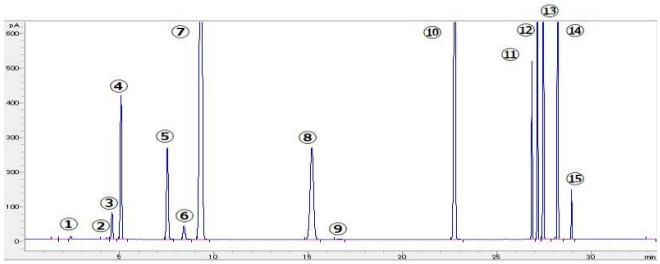
・各操作共通ヘッドスペースサンプラ条件
ヘッドスペースサンプラ: 7697A
オーブン温度: 80℃
ループ温度: 85℃
トランスファライン温度: 85℃
バイアル平衡化時間: 60min
注入時間: 1min
バイアル充填モード: 指定圧力まで一定流量



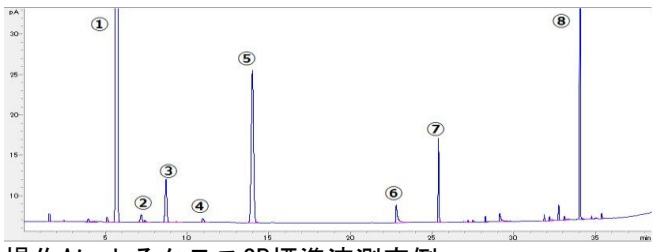
残留溶媒の同定、限度試験及び定量試験の適用の為のフローチャート(改正案より抜粋)



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-201512WN-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