응용 자료

제약

ASTM D2269-10에 따른 백색 미네랄 오일 분석을 위한 UV-Vis 분광법

Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis를 사용하여 시간 절약, 측정 오류 완화 및 데이터 분석 간소화

저자

Yasurika Heenatigala
Agilent Technologies, Inc.

개요

의약품 제조에 사용되는 백색 미네랄 오일은 규제 요건에 따라 엄격한 순도 테스트 기준을 통과해야 합니다. ASTM D2269-10 표준 분석법에 따라 Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계를 사용하여 나프탈렌을 정량화하여 미네랄 오일의 순도를 테스트했습니다. 이 분석법은 ASTM D2269-10에 명시된 정밀도 기준을 충족하여 품질 관리 분야에서의 신뢰성이 확인되었습니다. 시판되는 세 가지 미네랄 오일 시료를 측정하고 USP-NF 모노그래프에서 정의한 나프탈렌 허용 한도와 비교 평가했습니다. 세 가지 오일 중 두 가지만 순도 테스트를 통과했습니다. 또한 이 연구에서는 데이터 수집과 분석을 간소화하여 효율적인 테스트와 명확한 보고를 가능하게 하는 Agilent Cary UV Workstation 소프트웨어의 이점도 보여줍니다.

소개

백색 미네랄 오일은 정제된 원유에서 추출한 방향족 탄화수소의 복잡한 액체 혼합물입니다. 이들 물질은 식품(제조), 화장품, 제약 제형 및 산업 응용 분야 등 다양한 산업 분야에서 출발 물질, 첨가제 또는 부형제로 널리 사용됩니다.[1]

제약 산업은 약물의 안전성, 효능, 품질을 보장하고 대중의 건강을 보호하기 위해 엄격한 규제를 받습니다. 따라서 약물 제형에 사용되는 제약 등급 미네랄 오일은 엄격한 법적 통제를 받으며, 산업 표준을 충족하기 위해 미량 오염물질이 있는지 능동적으로 모니터링하고 순도를 시험해야 합니다. 유럽 및 미국 약전 모두 미네랄 오일 시료에서 나프탈렌(다환 방향족 탄화수소)과 같은 불순물의 농도를 결정하기 위해 자외선(UV) 광도 분석의 이용을 명시하고 있습니다.[2] 분석가에게 도움을 주고자 US-NF는 흡광도 단위(Abs)의 나프탈렌 상한값을 설정했습니다.[3]

ASTM은 재료 평가를 위한 표준화된 분석법을 제공하여 업계 전반에 걸쳐 일관되고 신뢰할 수 있는 측정을 보장합니다. ASTM D2269-10 표준 시험법은 기준 물질에 대한 나프탈렌의 UV 흡수율을 측정하여 의도한 용도에 대한 백색 미네랄 오일의 적합성을 평가하는 절차를 설명합니다.[4] 이 시험법은 USP-NF (US Pharmacopeia and National Formulary) 사양을 참조하므로 제약 등급 오일에 적합합니다.

이 연구에서는 Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계(그림 1)와 Agilent Cary UV Workstation 소프트웨어를 사용하여 시중에서 판매되는 세 가지 미네랄 오일 시료의 UV 흡광도를 측정할 때의 이점에 대해 설명합니다. 이들 오일의 순도는 ASTM D2269-10 표준 분석법에 따라 결정했습니다.

그림 1. 모든 측정에는 Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계를 사용했습니다.

실험

시료 및 표준물질 준비

표준 블랭크: 분광 등급 2,2,4-트리메틸펜탄(이소옥탄) (Sigma-Aldrich, 품번 1047182500, CAS 번호 540-84-1).

표준 참조물질: 나프탈렌 44.3mg(Sigma-Aldrich, 품번 147141-25G, CAS 번호 91-20-3)을 깨끗하고 건조한 100mL 용적 플라스크에 첨가했습니다. 질량을 가장 가까운 0.0001g까지 기록한 다음, 이소옥탄으로 표선까지 희석한 후 마개를 막고 완전히 혼합했습니다. 용해된 용액의 농도를 계산하고, 적절한 양을 취해 이소옥탄에 7.0mg/L의 나프탈렌을 첨가한 20mL 표준 용액을 만들었습니다.

시료: 25mL의 미네랄 오일(Agilent Technologies, 품번 5190-8716)과 25mL의 헥산(Sigma-Alrich, 품번 270504-2L, CAS 번호 110-54-3)을 분리 깔때기로 옮겨서 혼합했습니다. 그런 다음 5mL의 다이메틸 설폭사이드(DMSO)(Sigma-Aldrich, 품번 1029500500, CAS 번호 67-68-5)을 첨가하고, 혼합물을 1분간 세게 흔들었습니다. 아래층이 투명해질 때까지 혼합물을 그대로 두었습니다. 아래층을 옮겨 담고, 옮겨진 층에 헥산 2mL를 첨가했습니다. 혼합물을 흔든 다음, 아래층이 투명해질 때까지 그대로 두었습니다. 아래층을 추출하여 미네랄 오일 추출물로 지정했습니다. 추출한 시료 3mL를 표준물질 3.5mL, 10mm 광학 경로 길이의 석영 큐벳(Agilent Technologies, 품번 5061-3387)으로 옮겼습니다. 이 과정을 세 가지 다른 배치의 미네랄 오일에 대해 세 번 수행했습니다.

용매 대조군: 분별 깔대기로 헥산 25mL에 DMSO 5mL를 첨가했습니다. 혼합물을 1분간 세게 흔든 다음, 아래층이 투명해질 때까지 그대로 두었습니다. 아래 층을 추출하여 용매 대조군으로 지정했습니다. 추출된 블랭크 3mL를 각각 10mm 석영 큐벳으로 옮겨 담은 용매 대조군 셀 3개를 준비했습니다.

기기

미네랄 오일 추출물과 용매 대조군 셀을 준비한 후, 표 1에 나타낸 파라미터를 사용하여 Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계(그림 1)로 흡광도를 측정했습니다. 이 기기의 멀티셀 설계는 최대 7개의 시료와 기준물질을 동시에 측정할 수 있으므로 최적화되고 효율적인 워크플로를 보장합니다.

표 1. Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis를 사용한 데이터 수집 파라미터.

파라미터	값
파장 범위	260-350nm
신호 평균화 시간	0.1초
데이터 간격	1nm
스펙트럼 대역폭	2nm

결과 및 토의

ASTM D2269-10 시험법은 USP-NF 모노그래프에서 정의한 미네랄 오일의 불순물(나프탈렌) 흡광도 임계값에 대한 허용 기준을 명시하고 있습니다. 모노그래프에 명시된 바와 같이, "특정 범위의 시료 용액에서 어떤 파장의 흡광도는 표준 용액 흡광도의 1/3을 넘지 않아야 합니다." 시료 용액의 특정 범위는 260-350nm로 정의되고, 표준 용액의 흡광도는 275nm에서 측정됩니다.

허용 한계 계산

ASTM D2269-10은 미네랄 오일의 불순물 허용 한도를 결정하는 절차를 설명합니다. 이를 위해 Cary UV Workstation에는 표준 분석법의 품질 관리(QC) 요구 사항을 준수하는 데 도움이 되는 End of sequence analysis(시퀀스 종료 분석)와 같은 기능적 도구가 포함되어 있습니다. 그림 2에서 보듯이, 참조 표준물질의 측정을 기반으로 한 나프탈렌의 불순물 흡광도 임계값에 대한 계산은 Analysis 1(분석 1) 시퀀스 마지막에 입력되었습니다. 스펙트럼에서 불순물 흡광도 임계값을 시각적으로 생성하기 위해 시퀀스 Analysis 2(분석 2) 마지막에 Divide Scalar(3으로 나누기) 기능이 사용되었습니다.

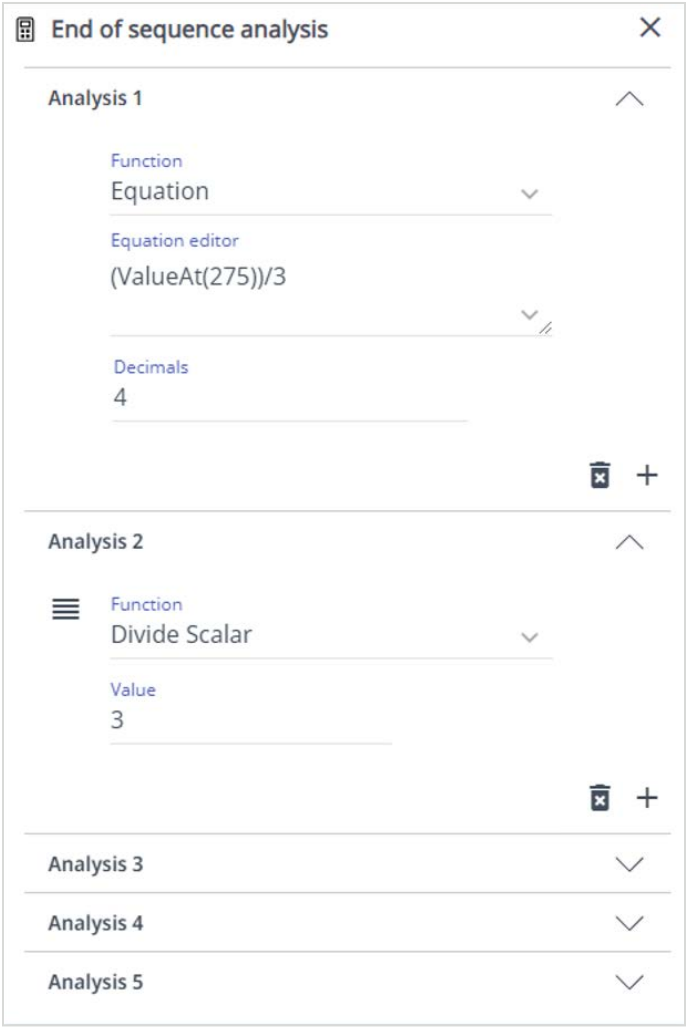


그림 2. 나프탈렌 참조 표준물질을 측정한 후, Agilent Cary UV Workstation에 내장된 "시퀀스 종료 분석" 소프트웨어 기능을 사용하여 두 가지 분석이 자동으로 완료되었습니다. 분석 1: 불순물 흡광도 임계값(y = (x = 275에서의 값)/3). 분석 2: Divide Scalar 기능을 사용하여 275nm에서의 흡광도 한계를 시각화합니다.

나프탈렌 참조 표준물질은 Cary 3500 Multicell UV-Vis의 Scan 응용 모드를 사용하여 측정하였고, 스펙트럼은 Cary UV Workstation에서 시각화했습니다. 소프트웨어는 0.0997 Abs의 불순물 흡광도 허용 한계를 반환했습니다.

정량 분석

3개의 미네랄 오일 시료에서 나프탈렌을 측정하기 위해 새로운 Scan 배치가 사용되었습니다. End of sequence analysis (시퀀스 종료 분석) 기능은 지정된 파장 범위에서 시료 흡광도를 계산하고 이를 불순물 흡광도 임계값인 0.0997 Abs와 비교하는 데 사용되었습니다. 이 과정에서는 시료가 USP-NF 모노그래프에 정의된 허용 기준을 충족하는지 평가했습니다.

용매 대조군을 기준선으로 측정한 후, 그림 3에 표시된 순서대로 Cary 3500 Multicell UV-Vis를 사용하여 3가지 미네랄 오일 시료의 스펙트럼을 동시에 수집했습니다.

Cary UV Workstation은 시퀀스 설정에 따라 흡광도 값 표를 자동으로 생성했습니다. 이러한 값은 ASTM D2269-10 분석법에 명시된 요구 사항에 따라 보고되었습니다.

각 시료의 최대 흡광도(다음 수식을 사용하여 계산됨: 시료 x(YMax))를 불순물 흡광도 한계 0.0977에서 뺐습니다. 양의 값은 시료가 시험법을 통과했음을 나타내고(나프탈렌 흡광도 및 농도가 미미함) 음의 값은 시료가 시험에 실패했음을 나타냅니다(스펙트럼 영역에서 상당한 흡광도는 상당한 나프탈렌 농도를 나타냄). 그림 4에서 볼 수 있듯이, 3가지 미네랄 오일 중 2개가 순도 시험법을 통과했습니다.

Results and Analysis

Calculator results (2025-03-12 19:05:18 (-07:00))

0.0997-Y Max(260,350)

Sample name	Results
Mineral oil extract 1	0.0043
Mineral oil extract 2	0.0069
Mineral oil extract 3	-0.0452

그림 4. 미미한 나프탈렌 농도는 양의 값으로 표시되었습니다(시료가 순도 시험법을 통과했음을 의미). 반대로, 상당한 나프탈렌 농도는 ASTM D2269-10에 따라 불순물이 있는 시료를 나타내는 음수 값으로 표시되었습니다.

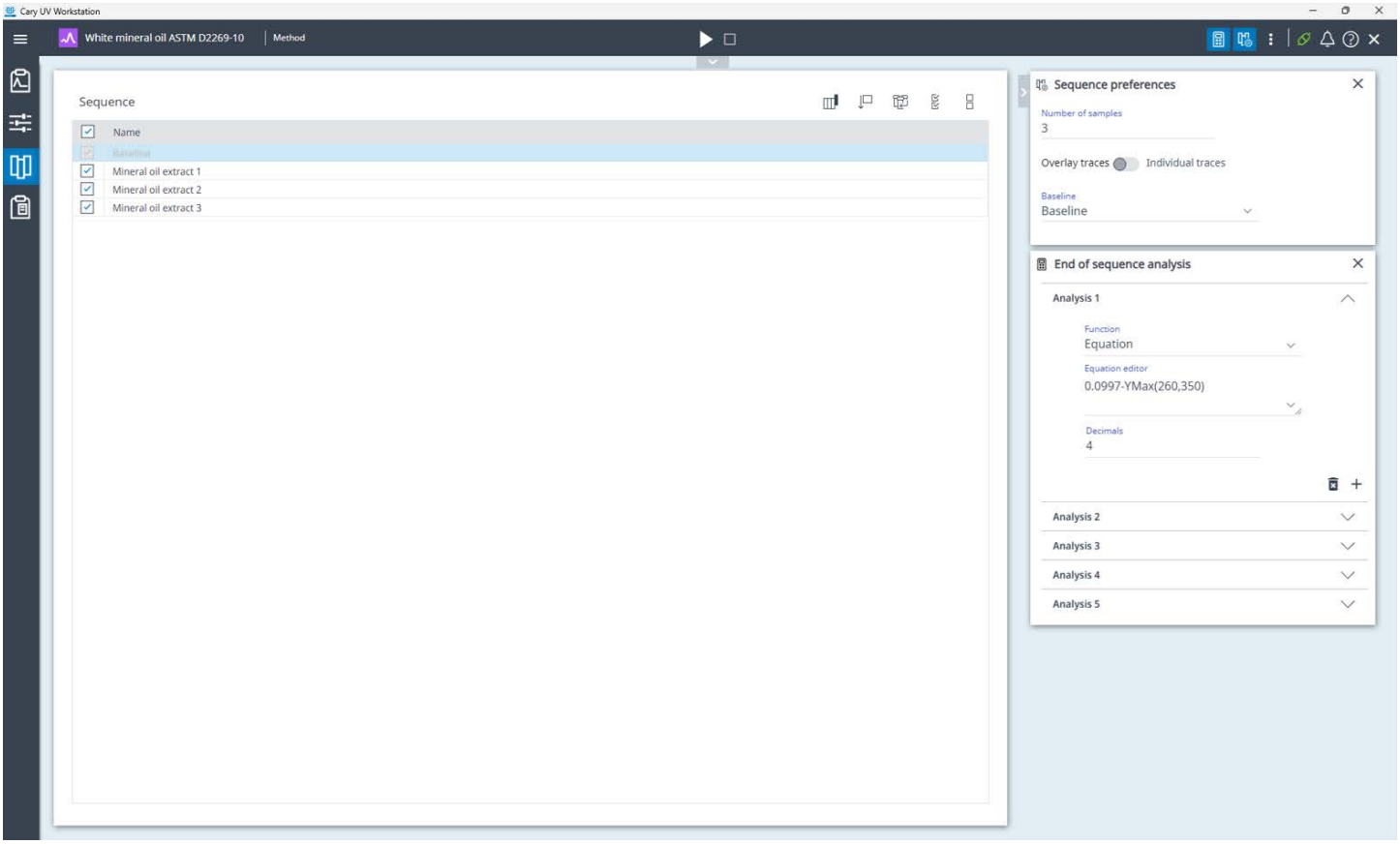


그림 3. Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계를 사용하여 3개의 미네랄 오일 시료를 동시에 측정하기 위한 Agilent Cary UV Workstation의 시퀀스 설정 페이지입니다.

정성 분석

Load Spectrum(스펙트럼 로드)은 사용자가 Scan 애플리케이션을 사용하여 수집한 시료를 보안 데이터베이스에서 검색할 수 있게 해주는 소프트웨어 도구입니다. 스펙트럼 로드 기능을 사용하여 불순물 흡광도 임계값 스펙트럼을 현재 시료의 스펙트럼에 중첩시켰습니다(그림 5 참조).

Load Spectrum(스펙트럼 로드) 기능은 그림 6에서 볼 수 있듯이 사용될 때마다 특정 감사 추적 항목을 기록하여 추적성과 책임 소재 파악을 보장합니다.

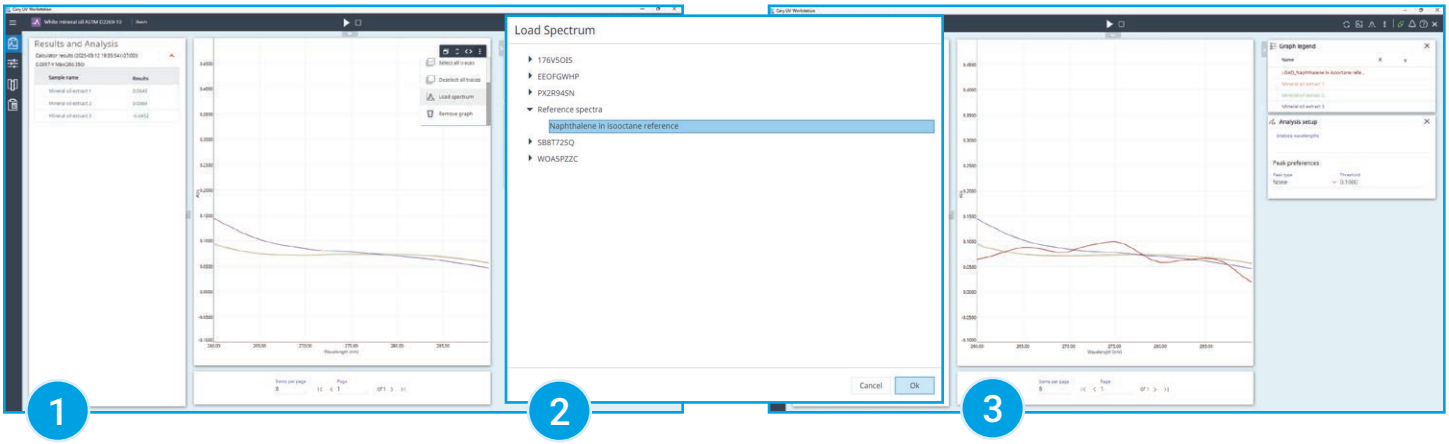


그림 5. Load Spectrum(스펙트럼 로드) 기능을 사용하면 소스 배치에서 현재 열려 있는 배치로 스펙트럼을 로드할 수 있습니다. 사용자 인터페이스에서 직관적으로 배치를 탐색하고 원하는 스펙트럼을 선택할 수 있습니다.

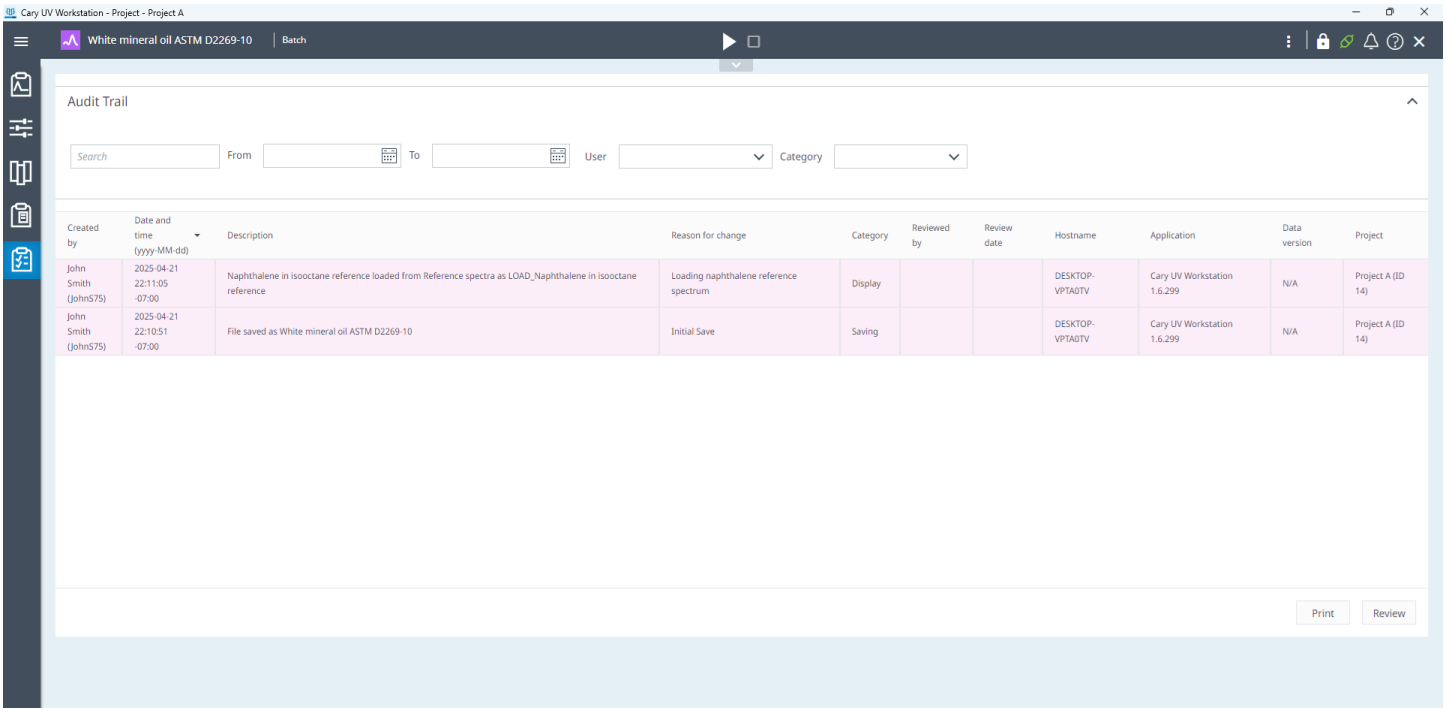


그림 6. 스펙트럼 로드 기능을 사용하여 생성된 감사 추적입니다.

Cary UV Workstation을 사용하면 그래프를 확장/축소하여 더욱 쉽게 비교할 수 있습니다. 그림 5(및 그림 7)에서 볼 수 있듯이 260-290nm 범위를 나타내도록 그래프를 확대했습니다. 테스트 시료의 경우, 275nm에서 불순물 흡광도 한계(0.0977 Abs)를 초과하는 파장 영역에서의 흡수는 상당한 나프탈렌(불순물) 농도를 나타냅니다. 그래프는 미네랄 오일 시료 1과 2에 미미한 수준의 나프탈렌이 포함되어 있음을 보여주는데, 두 스펙트럼 모두 불순물 흡광도 임계값을 넘지 않았기 때문입니다. 그러나 시료 3은 한계를 초과했는데, 시료 전처리 과정에서 오염이 발생했을 가능성이 높습니다.

보고서 생성

Cary UV Workstation이 결과를 단일 보고서로 통합했습니다. 값의 분석 표, 축척된 그래프, 감사 추적 등의 관련 정보가 보고서에 포함되도록 선택되었습니다(그림 7). 최종 보고서가 PDF 형식으로 자동 생성되고 원활한 정보 전송을 위해 사용자가 정의한 위치로 내보내졌습니다.

데이터 수집 파라미터, 시퀀스 종료 분석 설정 및 보고서 기본 설정은 Cary UV Workstation에 분석법으로 저장되었습니다. 최적화된 분석법을 사용하면 사용자 정의 위치로 자동 내보내기를 포함하여 계산과 보고를 자동화하여 향후 미네랄 오일 측정을 간소화할 수 있습니다.

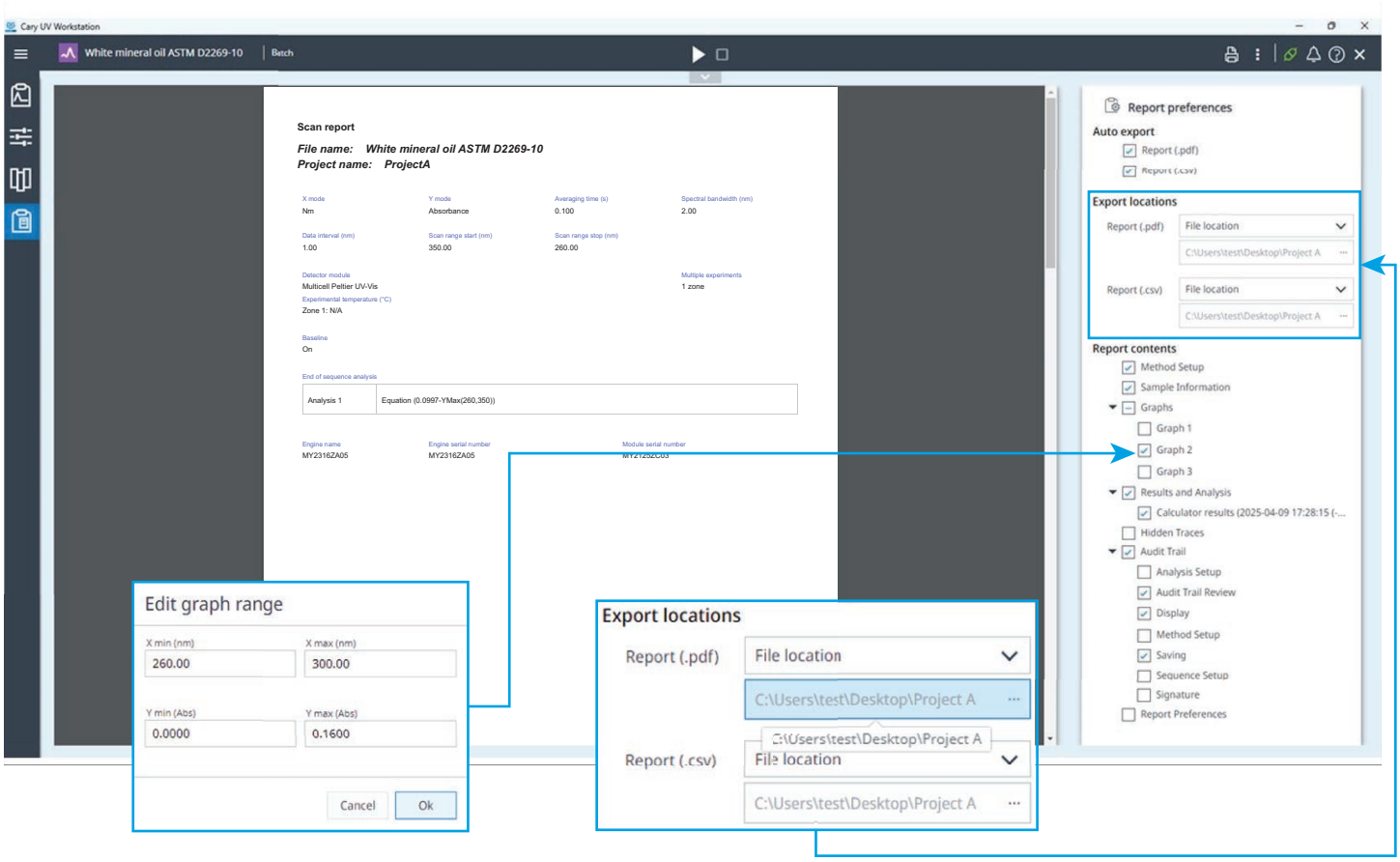


그림 7. Agilent Cary UV Workstation을 사용하면 사용자의 선호도에 따라 보고서 내용을 선택하거나 선택 취소할 수 있습니다.

스캔 보고서

파일 이름: 백색 미네랄 오일 ASTM D2269-10

프로젝트 이름: ProjectA

X 모드	Y 모드	평균 시간(초)	스펙트럼 대역폭(nm)
nm	흡광도	0.100	2.00

데이터 간격(nm)	스캔 범위 시작(nm)	스캔 범위 정지(nm)
1.00	350.00	260.00

검출기 모듈	다중 샘플
Multicell Peltier UV-Vis	1 구역

샘플 온도(°C)
구역 1: N/A

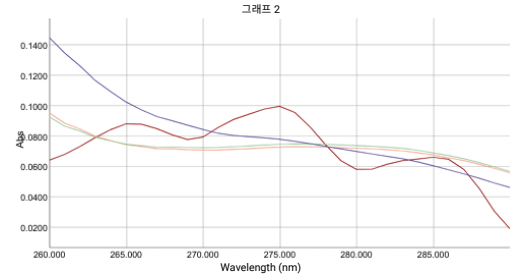
기준선
커짐

시퀀스 분석 종료

분석 1	수식 (0.0997-YMax(260,350)). 소수점: 4.

엔진 이름	엔진 일련 번호	모듈 일련 번호
MY2316ZA05	MY2316ZA05	MY2125ZC03

그래프 2



그래프 범례(사용자 정의)			
불순물 흡광도 임계값	미네랄 오일 추출물 1	미네랄 오일 추출물 2	미네랄 오일 추출물 3

계산기 결과 (2025-03-12 19:35:54 (-07:00))
0.0997-Y Max(260,350)

시료 이름	결과
미네랄 오일 추출물 1	0.0043
미네랄 오일 추출물 2	0.0069
미네랄 오일 추출물 3	0.0452

감사 추적

생성자	날짜와 시간	검토자	검토 날짜	카테고리	응용	데이터 버전	프로젝트	호스트 이름
John Smith (JohnS75)	2025-04-21 22:11:05 -07:00	John Smith (JohnS75)		디스플레이	Cary UV Workstation 1.6.299	N/A	프로젝트 A (ID 14)	DESKTOP-V PTA0TV
설명:	이소옥탄 참조물질의 나프탈렌이 참조 스펙트럼에서 LOAD_Naphthalene in isooctane reference으로 로드되었습니다.							
사유:	나프탈렌 참조 스펙트럼을 로딩합니다.							
John Smith (JohnS75)	2025-04-21 22:10:51 -07:00	John Smith (JohnS75)		비용 절감	Cary UV 워크스테이션 1.6.299	N/A	프로젝트 A (ID 14)	데스크톱 - VPTA0TV
설명:	파일이 White mineral oil ASTM D2269-10으로 저장되었습니다.							
사유:	초기 저장.							

그림 8. 스캔 보고서(4페이지: (1) 스캔 보고서, (2) 그래프, (3) 계산 결과, (4) 감사 추적).

분석법 정밀도

Cary 3500 Multicell UV-Vis를 사용하여 세 가지 미네랄 오일 시료에 대한 정밀도 테스트를 실시했습니다. ASTM D2269-10에 따라 각 시료에 대해 파장 범위 275-280nm에서 흡광도를 20회 측정했습니다.

반복성 테스트로 기기 내 일관성을 평가했습니다. 테스트 기준에 따르면, 연속적인 테스트 결과의 차이가 20개 중 단 하나에서만 0.014 Abs를 초과할 수 있었습니다. 이 연구에서는 계산된 모든 표준 편차(n = 20)가 ± 0.014 Abs 내에 있었으며, 미네랄 오일 시료 3의 경우 최대 변동폭이 ± 1.28×10^{-3} Abs로 관찰되었습니다 (표 2 참조).

표 2. 스캔한 파장 범위 275-280nm에서 20회 실행에 걸친 최대 변화입니다.

시료	275-280nm에서 최대 변화 파장 범위(절대)
미네랄 오일 추출물 1	1.93×10^{-4}
미네랄 오일 추출물 2	3.05×10^{-4}
미네랄 오일 추출물 3	1.28×10^{-3}

재현성 테스트로 기기 간의 일관성을 평가했습니다. 테스트 기준에 따르면, 두 개의 단일 테스트 결과와 독립 테스트 결과의 차이가 20개 중 하나에서만 0.044 Abs를 초과할 수 있었습니다. 독립 연산자 사이(ΔSD)에서 표준 편차의 차이(n = 20)를 계산했습니다. 관찰된 모든 차이는 ± 0.044 Abs 범위 내에 있었으며, 표 3에 나타낸 대로 미네랄 오일 시료 3의 경우 최대 ± 1.16×10^{-3} Abs의 차이가 관찰되었습니다.

표 3. 작업자 1과 작업자 2 사이의 변동 차이로 계산된 기기 간 최대 변동입니다. 275-280nm 파장 범위에 걸쳐 표준 편차를 산출하기 위해 20회의 실험을 실시했습니다.

시료	275-280nm 범위에서 작업자 간 최대 변동(절대)
미네랄 오일 추출물 1	3.05×10^{-5}
미네랄 오일 추출물 2	1.79×10^{-4}
미네랄 오일 추출물 3	1.16×10^{-3}

ASTM D2269-10 시험법은 이 UV-Vis 분광 분석법을 사용하여 순도를 안정적으로 결정할 수 있도록 광도 정밀도에 대해 엄격한 요건을 규정하고 있습니다. 정밀도 테스트 결과는 Cary 3500 UV-Vis가 미네랄 오일 시료의 순도 테스트에 신뢰성이 있음을 보여주었습니다.

결론

Agilent Cary UV Workstation 소프트웨어를 포함한 Agilent Cary 3500 Multicell UV-Vis 분광 광도계는 시중에서 판매되는 3가지 백색 미네랄 오일의 순도(나프탈렌)를 효율적으로 측정했습니다. ASTM D2269-10 시험법을 사용하여 USP-NF 모노그래프에 정의된 한계에 따라 나프탈렌에 대한 오일의 허용 한계를 시험했습니다. Cary 3500 UV-Vis 분석법은 나프탈렌 측정에 대해 ASTM D2269-10에 명시된 정밀도 기준을 충족함으로써 제약 등급 오일의 품질 관리에 적합한 것으로 나타났습니다.

8개의 셀 위치를 사용할 수 있는 Cary 3500 UV-Vis의 멀티셀 설계 덕분에 최대 7개의 시료와 참조물질을 동시에 측정할 수 있어 생산성이 향상되었습니다. 멀티셀 구성은 시료 측정 시 환경, 작업자 및 기기 조건의 변화를 방지하여 측정의 정확성과 정밀도를 보장합니다. Cary UV Workstation 소프트웨어는 사용자가 이전에 수집한 스펙트럼을 비교를 위해 로드하고, 보고를 위한 명확한 그래프를 생성할 수 있도록 하여 실험 테스트와 데이터 분석을 간소화했습니다.

이 연구에서는 산업 표준에 따라 석유 기반 제약 원료의 순도를 정기적으로 테스트하기 위해 Cary UV Workstation과 함께 Cary 3500 Multicell UV-Vis를 사용하는 것이 적합함을 입증했습니다.

참고 자료

1. Pirow, R.; Blume, A.; Hellwig, N.; Herzler, M.; Huhse, B.; Hutzler, C.; Pfaff, K.; Thierse, H.-J.; Tralau,T.; Vieth, B.; *et al.* Mineral Oil in Food, Cosmetic Products, and in Products Regulated by Other Legislations. *Critical Reviews in Toxicology* ***2019***, *49(9)*. https://doi.org/10.1080/10408444.2019.1694862
2. Weber, S.; Schrag, K.; Mildau, G.; Kuballa, T.; Walch, S. G.; Lachenmeier, D. W. Analytical Methods for the Determination of Mineral Oil Saturated Hydrocarbons (MOSH) and Mineral Oil Aromatic Hydrocarbons (MOAH)—A Short Review. *Analytical Chemistry Insights* **2018**, *13*. https://doi.org/10.1177/1177390118777757
3. The United States Pharmacopeial Convention. USP-NF Mineral Oil, 2024, Retrieved from United States Pharmacopeia: https://doi.org/10.31003/USPNF_M54081_02_01
4. ASTM International. ASTM D2269-10 (2020) Standard Test Method for Evaluation of White Mineral Oils by Ultraviolet Absorption. *ASTM Volume 05.01: Petroleum Products, Liquid Fuels, and Lubricants*. doi: 10.1520/D2269-10R20

www.agilent.com

DE-005995

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2025

2025년 4월 25일 한국에서 인쇄
5994-8265KO

한국애질런트테크놀로지스㈜
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,
DF타워 9층, 06621
전화: 82-80-004-5090(고객지원센터)
팩스: 82-2-3452-2451
이메일: korea-inquiry_lsca@agilent.com

Agilent
Trusted Answers