

Application News No.G333K

Gas Chromatography

USP<611>에 따른 세정제 겔의 알코올 결정

Alcohol Determination of Sanitizer Gel in accordance with USP<611>

미국 약리학(USP) 일반장 <611> 알코올 결정에는 에탄올을 증류하는 경우와 가스 크로마토그래피에 의해 계량하는 두 가지 분석 방법이 명시되어 있습니다. 후자 (즉, USP <611> Method II)는 추가로 Packed 컬럼(Method II a) 또는 Capillary 컬럼(Method II b)을 사용할 수 있는 옵션을 제공합니다.

본 기사는 USP <611> Method II b에 따른 알코올 기반 살균제 겔의 에탄올 정량적 분석을 소개합니다.

■ 표준용액 및 시료용액 준비

2%(v/v) 에탄올*1과 2%(v/v) 아세토나이트릴*1(내부 표준) 각각 5 mL씩을 25 mL 부피플라스크에 피펫팅하여 물로 부피까지 만들어 불텍스하여 0.4%(v/v) 표준용액을 준비합니다.

시료용액은 시중에서 구할 수 있는 소독제 겔 (ca. 80%(v/v))을 먼저 물로 희석하여 ca. 2%(v/v) 에탄올을 만들었다. 농도를 ca. 0.4%(v/v), 준비된 ca 각각 5 mL, 2%(v/v) 시료 및 2%(v/v) 아세토나이트릴을 25 mL 부피플라스크로 증류하고 혼합물을 물로 부피까지 보충하였다.

*1 USP[611]는 표준 용액을 준비하기 위해 USP 알코올 결정-알코올 RS(2%(v/v) 에탄올) 및 USP 알코올 결정-아세토나이트릴 RS(2%(v/v) 아세토나이트릴)를 사용하도록 명시하고 있다.

■ 표준용액 및 시료용액 준비

가스 크로마토그래프 Nexis™ GC-2030을 사용해 USP<611>알코올 결정법 II b에 따라 표준용액과 샘플용액의 에탄올을 정량화했습니다. 이 실험에 대한 계측기 구성 및 분석 조건은 Table.1에 열거되어 있습니다.

Table.1 장비 구성과 분석 조건

Model	: Nexis™ GC-2030 + AOC-20i plus
Detector	: FID-2030 flame ionization detector
Column	: SH-Rxi™-624 (0.53 mm I.D. × 30 m, d.f.= 3 μm)
Column temp.	: 50 °C (5 min) - 10 °C /min - 200 °C (4 min) Total 24 mins
Injection mode	: Split 1:5
Carrier gas controller	: Linear velocity (He)
Linear velocity	: 34 cm/sec
Detector temp.	: 280 °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

*2 수용액 내 시료를 AOC-20i Plus용 표준 시린지로 분석하면 분석 중 플런저 움직임이 둔해질 수 있어 반복성에 영향을 준다. 티타늄으로 만든 플런저가 장착된 AOC(P/N: 221-49548)용 탄성 시린지를 사용하면 안정적인 샘플 도입이 가능하다.

이 분석에서 Glass insert는 USP <611>의 시스템 적합성 시험 (SST) 요건을 충족하도록 Fig.2와 같이 구체적으로 구성되었다. Glass insert의 위에서 20mm 떨어진 위치에 비활성화된 Glass wool 20mg을 채워 넣었습니다. 기본 양인 10 mg에 비해 wool의 양을 늘리고 wool을 기본 위치(즉, 위에서 22 mm)보다 약간 높게 (즉, 2 mm) 배치하면 재현성이 향상되었습니다.

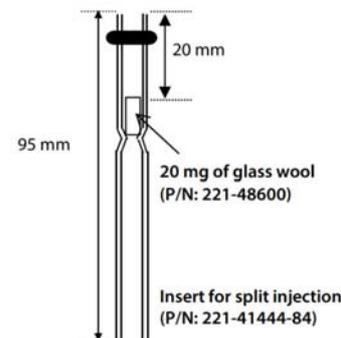


Fig.2 Insert 내부 wool의 위치와 양

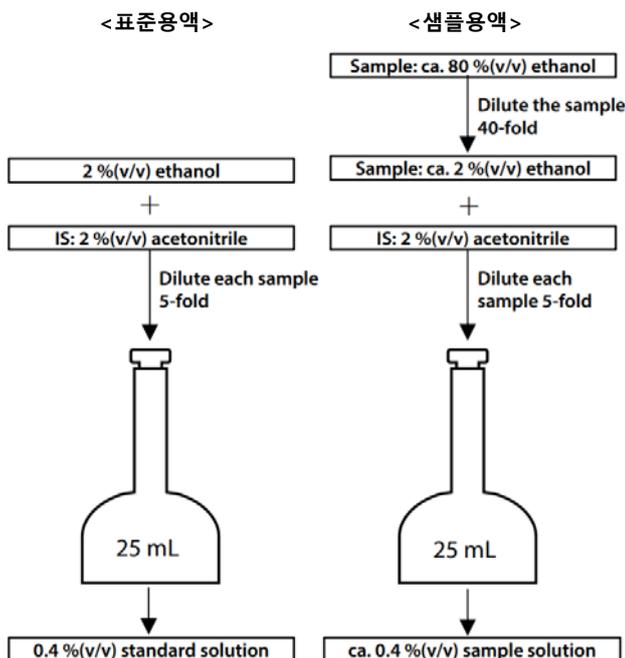


Fig.1 샘플 준비 과정

■ 표준용액의 크로마토그램 및 검정곡선

표준용액의 크로마토그램과 검정곡선은 Fig.3, 4와 같습니다. 표준용액의 SST 결과는 Table.2에 요약되어 있습니다. SST 기준은 다음과 같습니다.

- 알코올과 내부 표준 사이의 분해능 계수 R은 4 이상.
- 알코올 피크 Tailing 계수는 2.0 이하.
- 표준용액의 6회 반복 주입 시 알코올 피크 대 내부 표준의 피크 비율에서 4.0% 이하의 상대 표준 편차.

표준용액으로 얻은 결과는 세 가지 SST 기준을 모두 만족시켰습니다. 재현성 요건(즉, 4%)은 0.4%의 RSD로 쉽게 충족되었습니다.

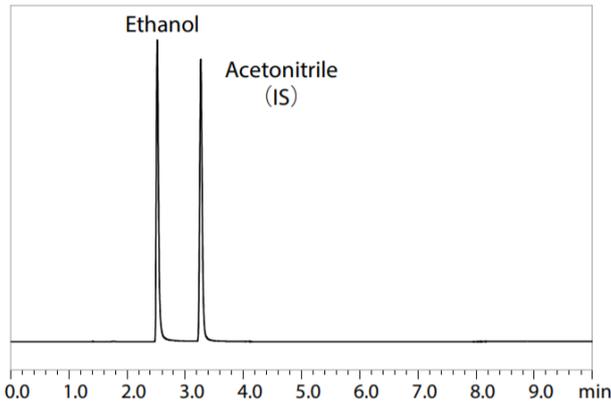


Fig.3 표준용액의 크로마토그램

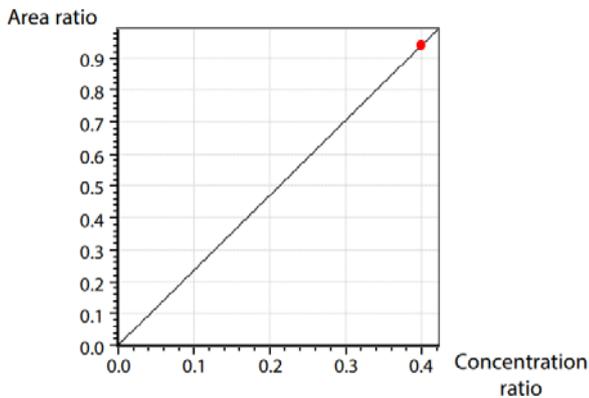


Fig.4 보정곡선

Table.2 Class 1 표준용액(절차 A)의 S/N 비율과 반복성

Compound	Peak area	Area ratio	Area ratio %RSD	Symmetry (tailing) factor	Resolution (USP)
Ethanol	627440	0.941074	0.405	1.467	---
Acetonitrile (IS)	666723	---	1.255	10.265	10.265

Table.2에서 시스템 적합성 시험에서 명시한 항목은 빨간색으로 표시되었습니다.

참고: 표시된 값은 보증 값이 아니라 기준 값입니다.

■ 에탄올 용액의 크로마토그램 및 정량적 결과

시료용액의 크로마토그램은 Fig.5와 같으며, 정량적 결과와 반복성 (n=3)은 표 3에 수록되어 있습니다.

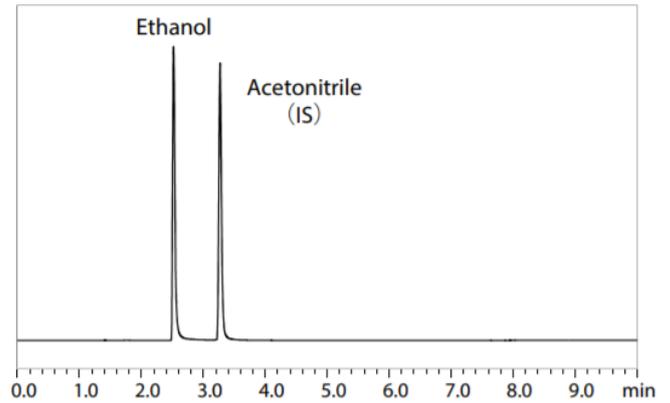


Fig.5 샘플용액의 크로마토그램

Table.3 에탄올 정량값과 반복성(n=3)

	Area ratio	Quantitative value (%)
Data 1	0.929279	78.997
Data 2	0.925411	78.668
Data 3	0.929298	78.998
Average	0.927996	78.888
%RSD	0.241	0.241

참고: 표시된 값은 기준 값이며 보장된 값이 아닙니다.

■ 결과

세정제 젤의 알코올 농도는 USP <611> 방법 Method b에 따라 Capillary 컬럼을 사용하여 결정되었습니다.

SST는 표준용액으로 실시되었으며 에탄올과 아세토나이트릴 사이의 분해능 10.3(cf. > 4), Tailing 계수 1.5 (cf. < 2), 반복성 0.4% RSD (cf. 4% 한계)를 만족했습니다.

반복성은 샘플 용액으로 실시 했을때도 잘 유지되어 가스크로마토그래프 Nexis™ GC-2030의 견고성을 입증했습니다.