

TOC

スワブ法によるドデシルベンゼン
スルホン酸ナトリウムの回収率試験

1. 測定概要

製薬業の製造設備における洗浄工程は、薬物や洗浄剤の残留による汚染や異物混入を防止する観点から極めて重要なプロセスであり、洗浄後の残留物が許容限度以下であることを確認するために洗浄バリデーションが実施されます。洗浄バリデーションにはリンス法（洗浄工程の最終リンス液を測定する方法）およびスワブ法（製造設備の一部を拭き取り、純水に抽出して測定する方法）がありますが、一般的には残留物をより確実に検出できるスワブ法が推奨されています。

本稿では、スワブ法における有機物の検出試験として、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム溶液（以下、SDBS 溶液と略記）を用いた回収率試験の実験例をご紹介します。

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

平沼全有機炭素測定装置 TOC-2300

(2) 試薬および試験器具等

① 酸化チタン反応液

② 0.01mol/L 過塩素酸溶液

60%過塩素酸（関東化学(株)製 特級）を 1000 倍に希釈して調製します。

③ 1mgC/L フタル酸水素カリウム標準液

フタル酸水素カリウム標準物質（関東化学(株)製 容量分析用標準物質）0.1063 g を純水に溶解して 500mL に調製（100mgC/L）後、純水で 100 倍に希釈して調製します。

④ 80.6mg/L SDBS 溶液

直鎖ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム標準品（和光純薬工業(株)製 ABS 測定用）0.0806 g を純水に溶解して 1L に調製します。

⑤ スワブキット：TOC 採取キット（ITW Texwipe 製 型番：TX3340）

3. 測定手順

(1) スワブ試験液の作成

① 80.6mg/L SDBS 溶液 0.3mL をマイクロピペットで採取してガラス製のシャーレに滴下し、約 1 日間 自然乾燥させました。（本試料は 2 検体準備しました。また、乾燥中は空気中のゴミやホコリ等の混入がないように、乾燥中はシャーレに清浄な布を被せました。）

② スワブを用いて、①を拭き取りました。（より確実に拭き取りを行なうため、スワブは 3 本使用しました。1 本目はスワブ先端に超純水を数滴染み込ませて拭き取りを行い、残りの 2 本はそのまま拭き取りを行ないました。また、スワブ先端部は直接手で触れないように注意しながら拭き取りを行ないました。）（写真 1）

③ スワブ用容器に②のスワブ先端を折り入れ、超純水 30mL を加えて良く振り混ぜ、測定用試験液としました。（写真 2）

- ④ 同様の操作で、スワブblank試験液を作成しました。(拭き取りを行わないスワブをスワブ用容器に3本折り入れ、超純水 30mLを加えて良く振り混ぜました。本試料は1検体準備しました。)

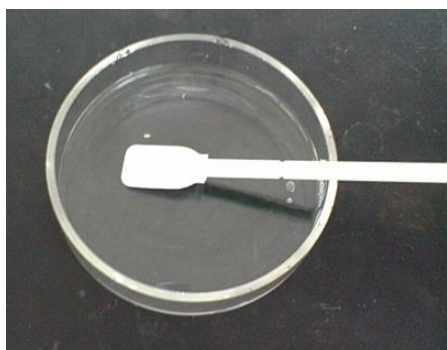


写真1



写真2

(2) スワブ試験液の理論値の計算

スワブ試験液の理論値を計算します。

まず、80.6mg/L SDBS 溶液は炭素濃度に換算すると 50.0mgC/L となります。50.0mgC/L の SDBS 溶液 0.3mL に含まれる炭素の絶対量を計算すると、 $50.0 \mu\text{gC/mL} \times 0.3\text{mL} = 15 \mu\text{gC}$ となります。

次に、上記 $15 \mu\text{gC}$ が全てスワブによって拭き取られ、かつ 30mL の超純水に全て抽出されたと仮定すると、抽出液の TOC 濃度は、 $15 \mu\text{gC}/30\text{mL} = \underline{\underline{0.500\text{mg/L}}}$ となります。

(3) TOC-2300 による測定操作

- ① 検量線ファイル、コンディションファイル、およびサンプルファイルを設定します。各ファイルの条件設定例を次ページに示します。
- ② 各ポート No.のサンプルチューブに、以下の溶液をセットします。
 - ・ポート No.1：blank水 (フタル酸水素カリウム標準液の調製に使用した純水)
 - ・ポート No.2：1mgC/L フタル酸水素カリウム標準液
 - ・ポート No.3：スワブblank試験液
 - ・ポート No.4：スワブ試験液①
 - ・ポート No.5：スワブ試験液②
- ③ 「測定開始」ボタンをタッチし、測定を開始します。検量線の作成、スワブblank試験液およびスワブ試験液 (2 検体) の順に測定が実施されます。
- ④ スワブ試験液の測定結果からスワブblank試験液の測定結果を減算し、回収率を求めます。

4. 測定条件例および測定結果

条件設定例

SMP 3-1 C.No.0

検量線 (CALB) ファイル

検量線 (CALB) No. 0 1 2 3 4 5

測定項目 TOC 測定時間1 (TC/TOC) 0 分
 IC結果保存 しない 測定時間2 (IC) 0 分
 過塩素酸注入量 0.5 mL
 相関係数下限値 0.0000
 近似式1 1次式 近似式2 1次式
 標準液数 3 繰り返し測定数 1
 測定後処理 毎回

設定する検量線項目をタッチしてください。

メニュー 結果 印刷 初期化 濃度設定

検量線ファイル (1)

SMP 3-1 C.No.0

検量線ファイル 標準液濃度設定

検量線 (CALB) No. 0 1 2 3 4 5

分割点	ポートNo.	濃度 (ppm)	注入量 (mL)	ngC
STD1	1	0.00	5.00	0.0
STD2	2	1.00	2.50	2500.0
STD3	2	1.00	5.00	5000.0
STD4	4	0.00	0.00	
STD5	5	0.00	0.00	
STD6	6	0.00	0.00	

設定する検量線項目をタッチしてください。

メニュー 戻る

検量線ファイル (2)

SMP 1-1 C.No.0

コンディションファイル

コンディションNo. 0 1 2 3 4 5

測定項目 TOC 測定時間1 (TC/TOC) 0 分
 IC結果保存 しない 測定時間2 (IC) 0 分
 過塩素酸注入量 0.5 mL
 測定単位 Auto
 検量線No. (0.0000~5000.00 ngC) 0
 希釈水 blanks 0.000 PPM
 計算式 $Conc = (Conc - \text{ blanks }) \times \text{ 希釈}$
 測定後処理 毎回

設定するコンディション項目をタッチしてください。

メニュー 印刷 初期化

コンディションファイル

CALB 0.0 ngC C.No.0 ポートNo. 1

サンプルファイル

S.No	Mode	CNo.	PNo.	試料量	希釈率	IDコード	Rpt Tbl
1	CALB	0					
2	SMP	0	3	5.00	1	Blank	2
3	SMP	0	4	5.00	1	Swab Sample	2
4	SMP	0	5	5.00	1	Swab Sample	2
5	END						
6	SMP	0	1	1.00	1		1
7	SMP	0	1	1.00	1		1
8	SMP	0	1	1.00	1		1
9	SMP	0	1	1.00	1		1
10	SMP	0	1	1.00	1		1

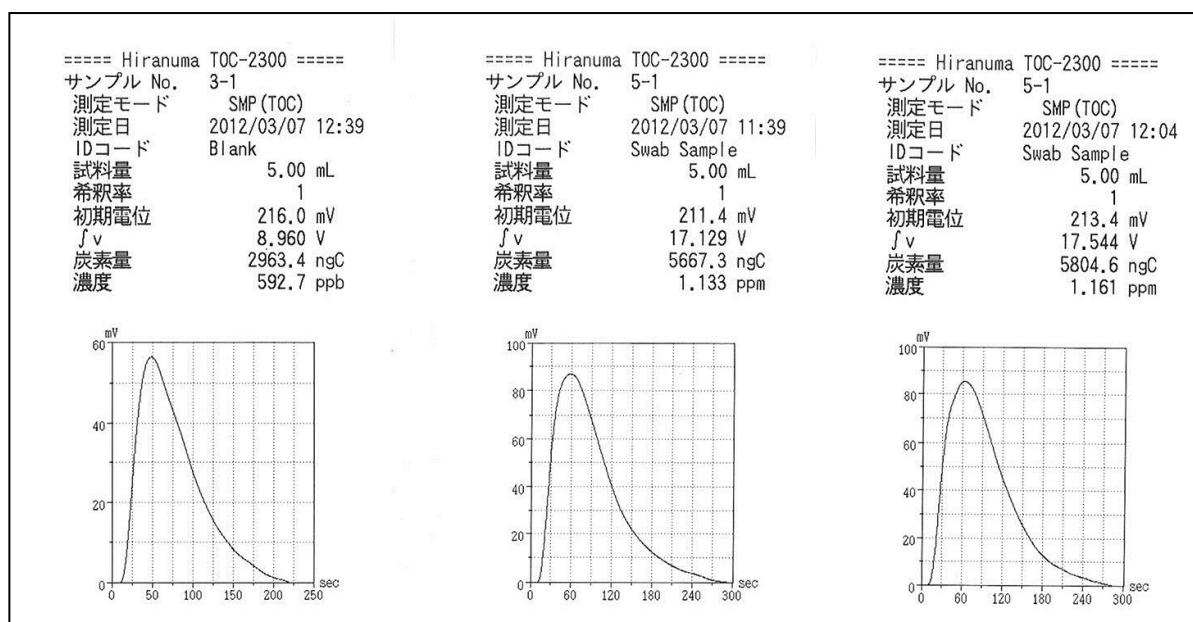
設定する項目をタッチしてください。(S.No.タッチで測定位置を決定します)

メニュー 印刷 編集 測定開始

サンプルファイル

測定結果

試料	試料量 (mL)	測定 No.	測定値 (mg/L)	平均値 (mg/L)	ブランク 減算値 (mg/L)	理論値に対 する回収率 (%)
スワブブランク	5	1	0.593	0.610	—	—
試験液		2	0.626			
スワブ試験液 ①	5	1	1.133	1.139	0.529	105.8
		2	1.144			
スワブ試験液 ②	5	1	1.161	1.172	0.562	112.4
		2	1.182			



スワブブランク試験液

スワブ試験液①

スワブ試験液②

測定曲線例

5. 摘要

2種類のスワブ試験液の結果は、いずれも回収率として100%をやや超える結果となりましたが、煩雑な手順を要するため理論値通りの測定値を得ることは難しく、ほぼ期待値通りの結果であると考えられます。本実験結果によって、スワブ法によるTOC測定がTOC-2300によって問題なく測定可能であることが確認されました。

キーワード：洗浄バリデーション、スワブ法