

제약 응용을 위한 강열 잔분(Sulfated Ashing)



Introduction

제약 회사는 제품을 유통하기 전에 다양한 항목들을 분석해야 합니다. 분석은 원료, 부형제, 완제품 등의 품질 관리 과정에서 수행됩니다. 이 중 기존에 사용되던 강열 잔분 시험법은 실험자마다 편차가 크고, 여러 노하우를 필요로 하여 오차가 발생할 우려가 있었습니다. 그러나 CEM사의 마이크로웨이브 회화로 Phoenix BLACK의 Sulfate Ashing 옵션은 안전한 자동화 시스템이며 신뢰할 수 있는 결과를 제공합니다. 특히 미국, 영국, 일본 및 유럽을 포함하여 대부분의 글로벌 약전에 대한 모든 회화로의 요구 사항을 충족합니다.

Traditional Methods

기존의 분석법에서는 분젠 버너, 열 램프, 핫플레이트, 회화로 등이 필요하였습니다. 이 방법은 실험자가 뜨거운 표면과 불꽃에 직접 노출되기 때문에 안전에 있어서 높은 위험성을 지닙니다. 또한 도가니의 이동이나 칭량, 수동의 계산 단계는 실험 오차를 증가시킬 가능성이 있습니다. 다른 회화로 시스템도 존재하지만, 퍼니스 내부 온도의 균일성과 측정된 온도의 정확성, 뜨거운 표면에 대한 노출은 계속해서 문제가 되곤 합니다. 하지만 Phoenix BLACK은 강열 잔분을 자동화하여 위험은 최소화하고, 실험실의 효율성은 극대화합니다.

Phoenix BLACK Technology

Phoenix BLACK은 ASTM, USP(<281> ROI & <733> LOI), AOAC, FDA, ISO, DIN, ASTM D5630-94 및 ASTM D1506-94d 등 나열된 모든 마이크로웨이브 및 표준 회화로의 요구 사항을 충족하는 회분 함량 시스템입니다. 프로그래밍이 간편하며 사전 프로그래밍된 Method 라이브러리를 통해 한 번에 최대 15 개 시료의 회화가 가능합니다. 실리콘 카바이드 발열체가 석영 섬유 퍼니스 안에 들어있어 전체 캐비티 내부 온도를 균일하게 유지하고, 퍼니스 벽면에 있기 때문에 시스템에서 사용되는 금속 도가니를 손상시키지 않습니다. Phoenix BLACK은 석영, 백금 및 세라믹을 포함한 모든 도가니 유형에서 사용할 수 있습니다.

모든 온도 측정은 NIST-Traceable 써모 커플을 사용하여 수행되며 퍼니스의 내부 온도가 높아도 외부 온도는 만질 수 있을 정도로 충분히 낮은 온도를 유지합니다. 퍼니스 내부에 접근할 때 사용되는 퍼니스 도어는 사용자가 뜨거운 도어 표면에 노출되는 것을 방지하는 홀더에 배치됩니다. 광학 센서는 내부 퍼니스 도어의 존재를 모니터링하고, 퍼니스 도어가 알맞은 위치로 닫힐 때까지 캐비티 도어가 열린 상태를 유지하도록 안전 잠금장치를 활성화합니다. Method 가 완료되면 Active 환기가 퍼니스를 빠르게 냉각시킵니다.

강열 잔분 시험은 Sulfated Ashing 옵션의 Phoenix BLACK 으로 수행할 수 있습니다. 이때, 다른 추가 장비 없이 실험자의 작업을 최소화하고, 산을 도가니의 시료에 추가한 후에 별도 과정 없이 시스템에 직접 넣는 것으로 분석을 완료할 수 있습니다. 증기 세척(Scrubbing) 도구는 저온의 탄화/회화 단계에서 발생한 증기를 고온의 건식 회화 단계에 도달하기 전에 먼저 제거합니다. 시스템은 건식 회화 단계 이전에 탄화된 도가니를 빼서 무게를 측정할 수 있도록 이시 중지하는 단계를 프로그래밍 할 수 있습니다. Phoenix BLACK 의 Sulfated Ashing 옵션은 시스템과 연결된 세척기를 통해 유해한 산 증기를 중화하여 유해 가스를 그대로 방출하지 않아 보다 환경적이고, 실험실 친화적인 솔루션을 제공합니다. 또한 이 시스템은 실험실이 온실가스를 제거하기 위한 ISO 14000 환경 관리 요구 사항을 준수하는 데 도움이 됩니다.

Phoenix BLACK 워크스테이션은 전자저울, 프린트가 시스템과 연결된 것으로, 문서 작성을 위한 정량화가 가능하며 %ROI, %LOI 또는 %Ash 를 자동으로 계산합니다. 일단 생성된 시료 정보는 수정할 수 없으므로 21 CFR Part 11 준수에 도움이 됩니다. 모든 시료의 무게와 Method 정보는 데이터 파일에 저장되며 최종 결과에는 사용자가 입력한 시료 ID 및 시료 분석 날짜 및 시간도 포함됩니다. 모든 Method 는 자동으로 저장되며 Method 수정에 필요한 비밀번호를 설정하여 특정 권한 이상의 관리자만 수정이 가능하도록 설정할 수 있습니다. 데이터는 간편한 관리를 위해 LIMS 시스템으로 쉽게 내보내기 할 수 있습니다.

Results

Phoenix BLACK은 USP <733>, <281>에 포함된 모든 요구 사항을 준수합니다. Phoenix BLACK의 정확성과 재현성을 입증하기 위해 여러 가지 다른 제약 화합물을 강열 잔분으로 처리하여 미량 금속 분석을 수행하였습니다. 결과는 아래 표 1에 기재하였습니다. Phoenix BLACK의 분석 결과는 기존 회화로로 분석하였을 때의 결과와 거의 일치합니다. 그러나 모든 테스트는 기존의 회화로보다 훨씬 짧은 시간 안에 완료되었습니다. 기존 회화로의 회화 시간에는 도가니를 회화로에 넣기 전에 핫플레이트나 분젠 버너를 이용한 탄화 시간은 포함되지 않습니다. 이러한 과정은 약 30 분 정도의 작업 시간이 추가될 수 있으며 실험자의 지속적인 주의가 필요합니다. Phoenix BLACK의 Sulfated Ashing 옵션은 황산으로 탄화/회화 단계를 자동화하여 작업자의 위험을 줄일 수 있고, 보다 안전한 실험실 환경을 조성할 수 있습니다.

표 1. Sulfated Ashing 옵션과 함께 Phoenix BLACK을 사용한 미량 금속 분석

Sample	Conventional Muffle Furnace			Phoenix BLACK with Sulfated Ashing Option		
	Temperature(°C)	Time(min)	ROI(%)	Temperature(°C)	Time(min)	ROI(%)
Mycostatin	800	60	3.5	800	40	3.08
Amoxicillin Trihydrate (Antibacteria)	800	540	0.1~0.2	800	30	0.12
Nicotinamide (Feed Grade)	800	60	1.10	800	10	1.08
Dextromethorphan	800	60	0.1미만	800	30	0.04

Conclusion

Phoenix BLACK은 USP <733>, <281>은 물론, ASTM이나 ISO 및 기타 표준의 요구 사항을 충족합니다. 이 시스템은 높은 정확도와 최소한의 실험자 조작으로 간단하면서 자동화된 분석 방법을 제공합니다. 시스템의 안전과 자동화된 특성을 통해 작업자 친화적이며 실험실의 효율에 기여합니다.

영인에스티 담당자

영인에스티 계측기술사업부 분광분석팀 (02-6190-9865)