

Rückstandsanalytik Katalysatorelemente



Metallische Rückstände in pharmazeutischen Rohstoffen und pharmazeutischen Produkten

ICH Q3D bzw. EMA/CHMP/ICH/353369/2013
Guideline on elemental impurities

Allgemeines

Mit dem Inkrafttreten der ICH Q3D bzw. EMA/CHMP/ICH/353369/2013 zu metallischen Verunreinigungen (für Neuzulassungen ab Juni 2016, für zugelassene Produkte ab Dezember 2017) sind neben den aus der Rückstandsanalytik etablierten Elementen wie Blei, Cadmium, Quecksilber und Arsen zusätzliche Elemente in den Fokus gerückt, die bisher wenig oder keine Beachtung gefunden haben. Diese hauptsächlich durch den Herstellprozess von Rohstoff, Zwischenprodukten und Endprodukt auftretenden Elemente müssen durch den Hersteller in einer Risikobetrachtung für jedes Produkt beurteilt werden.

den. Die Einteilung der 24 in der Norm genannten Elemente in 4 Gruppen erfolgte anhand Ihrer Toxizität und der Wahrscheinlichkeit Ihres Auftretens in Arzneimitteln.

Die Grundlage für die Analytik bildet das Kapitel 2.4.20 der europäischen Arzneibuchs (2.4.20 Bestimmung von Rückständen von Metallkatalysatoren oder Metallreagenzien).

Verfahren

Die Probe wird mit konzentrierter Salpetersäure oder Säuregemischen bei 200 °C und sehr hohem Druck in entsprechenden Druckaufschlussystemen möglichst vollständig mineralisiert.

Die gesuchten Elemente werden anschließend bestimmt durch:

→ Induktiv gekoppeltes Plasma Massenspektrometrie (ICP-MS)

Zum Einsatz kommen 0,1 bis 2 g Probe pro Bestimmung. Die Proben werden zum Aufschluss homogenisiert und mit einer Fliehkraft-Zentrifugalmühle schonend und kontaminationsfrei zerkleinert.

Unsere Leistungen:

- Generelle Durchführung von Doppelbestimmungen
- Aufwändige, ICH konforme, matrixspezifische Methodenvalidierung
- Absicherung der Ergebnisse über zusätzliche Dotierung jeder Probe mit allen gesuchten Stoffen über das Gesamtverfahren, unabhängige Kontrollstandards und Blindproben
- GMP-Bestätigung durch das Regierungspräsidium Tübingen, Leitstelle Arzneimittelüberwachung
- Kundenorientiert
- Direkte Ansprechpartner, partnerschaftlich, vielseitig, anspruchsvoll
- Keine zusätzlichen Dokumentationskosten bei regelmäßiger Beauftragung

Kontaminanten Metallkatalysatoren, metallische Rückstände

Methodenbezeichnung, Normbezug	ICH Q3D bzw. EMA/CHMP/ICH/353369/2013
	EP 2.4.20 Bestimmung von Rückständen von Metallkatalysatoren oder Metallreagenzien
Methodenbeschreibung	Druckaufschluss der Probe mit Salpetersäure, Salpetersäure/Wasserstoffperoxid, Salpetersäure/Salzsäure oder anderen Säuremischungen. Anschließende element-spezifische Massenspektrometrie nach geeigneter Anregung.
Bestimmungsverfahren	Druckaufschluss, ICP-MS
Qualitätssicherung	Absicherung der Messung über zusätzliche Dotierung jeder Probe mit allen Analyten über das Gesamtverfahren. Es werden generell Doppelbestimmungen durchgeführt. Unabhängige Kontrollstandards und Blindproben mitbestimmt.
Umfang	Gruppe 1 (big four): Cadmium, Blei, Arsen, Quecksilber Gruppe 2A: Cobalt, Vanadium, Nickel Gruppe 2B: Thallium, Gold, Palladium, Iridium, Osmium, Rhodium, Ruthenium, Selen, Silber, Platin Gruppe 3: Lithium, Antimon, Barium, Molybdän, Kupfer, Zinn, Chrom

Ihre Ansprechpartner

Bernd Kapp | Geschäftsführer | T +49.7071.9878-20 | bernd.kapp@berghof.com
 Wolfgang Steinbrecher | Laborleitung | T +49.7071.9878-30 | wolfgang.steinbrecher@berghof.com