

# Application News

## No. G287

气相色谱法

### 羟丙基纤维素的系统适用性试验

在厚生劳动省第 64 号告示（2016 年 3 月 7 日）中，告示了“基于关于医药品、医疗器械等的质量、有效性及安全性的确保等的法律（1954 年法律第 145 号）第 41 条第 1 项之规定，修订日本药局方（2011 年厚生劳动省第 65 号告示）的全部内容”，第十七次修订日本药局方于同年 4 月 1 日开始适用。

本应用报告将介绍修订药局方中羟丙基纤维素定量分析的系统适用性的研究结果。

Y. Nagao, T. Murata

#### ■ 系统适用性

按第十七次修订日本药局方所记载的，制备了内标溶液（甲基环己烷的邻二甲苯溶液）和异丙基碘标准溶液。

在表 1 的系统及条件下，标准溶液进样 2.0  $\mu\text{L}$ ，得到色谱图如图 1 所示。

系统性能：按 Table 1 的条件进行操作时，规定必须“按异丙基碘、内标物的顺序流出，异丙基碘相对于内标物的相对保留时间约为 0.8，其分离度不得低于 2.0。”。在图 1 的色谱图中，异丙基碘和内标物（甲基环己烷）的相对保留时间为 0.77，分离度为 15.70。

系统重现性：取标准溶液 2.0  $\mu\text{L}$ ，规定“重复进行 6 次试验时，响应因子 F 的相对标准偏差不得过 2.0%。”。确认了重现性的合计 6 次的色谱图如图 2 所示。此时，响应因子 F 的相对标准偏差为 0.32%。

此外作为参考值，异丙基碘和内标物的分析结果如表 2、表 3 所示。

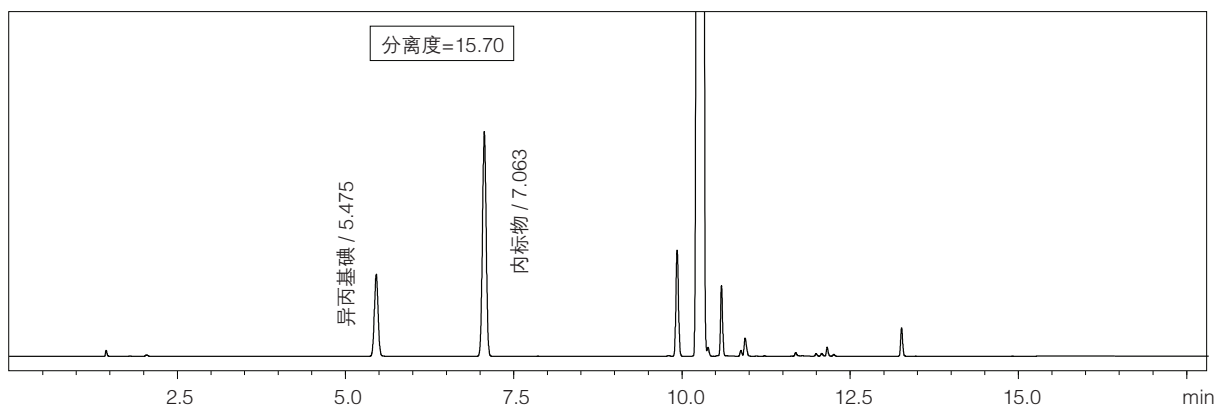


图 1 标准溶液的色谱图

表 1 分析条件

型号	: GC-2010Plus AF (230 V) /AOC-20i
色谱柱	: SH-Rtx-1 (30 m × 0.53 mm × 3.0 $\mu\text{m}$ )
柱温程序	: 40 $^{\circ}\text{C}$ (3 min) _ 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _ 100 $^{\circ}\text{C}$ _ 50 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _ 250 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)
检测器	: FID
载气	: He, 52 cm/sec
进样口温度	: 180 $^{\circ}\text{C}$
检测器温度	: 280 $^{\circ}\text{C}$
分流比	: 50
进样体积	: 2.0 $\mu\text{L}$

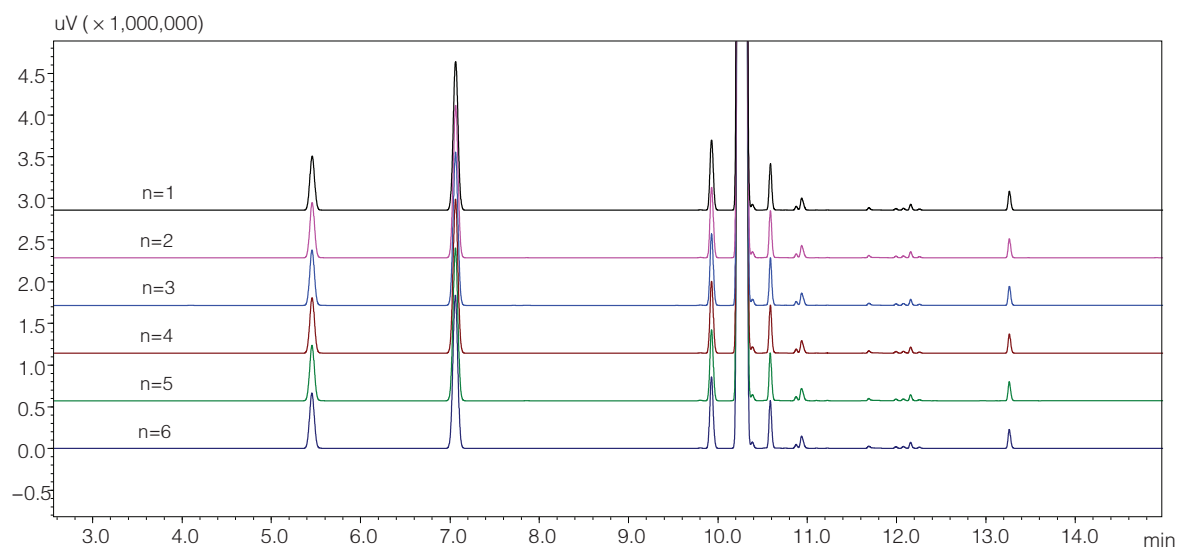


图 2 色谱图的重现性确认 (n=6)

表 2 异丙基碘的分析结果

	保留时间 Retention time (min)	峰面积 Peak area ( $\mu V \cdot sec$ )	峰高 Peak height ( $\mu V$ )
n=1	5.457	2500496	648329
n=2	5.456	2543782	660353
n=3	5.455	2554064	663212
n=4	5.456	2562147	662210
n=5	5.455	2555863	662440
n=6	5.454	2555863	661868
%RSD	0.024	0.886	0.859

表 3 内标物 (甲基环己烷) 的分析结果

	保留时间 Retention time (min)	峰面积 Peak area ( $\mu V \cdot sec$ )	峰高 Peak height ( $\mu V$ )
n=1	7.063	6907258	1778606
n=2	7.063	7072027	1824079
n=3	7.062	7118386	1832215
n=4	7.061	7145447	1838619
n=5	7.061	7110825	1827032
n=6	7.059	7078672	1835287
%RSD	0.020	1.232	1.219

注) 上述值均为参考值, 并非保证值。

(参考文献)

厚生劳动省第 64 号告示 (2016 年 3 月 7 日)



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2017 年 4 月