

# Application News

## No. G290

气相色谱法

### 利用 Nexis GC-2030 + HS-20 分析药物残留溶剂（遵循第 17 次修订日本药局方）

药物中的残留溶剂被定义为在原料药、添加剂或制剂的生产工艺中使用或产生的挥发性有机物，根据可能对人体健康造成影响的风险被分为一类至三类，受到严格管理。

分析残留溶剂时主要采用第 17 次修订日本药局方和 USP（美国药典）General Chapters <467> Residual Solvents 中规定的顶空 GC 法。

本文将介绍采用新型气相色谱仪 Nexis GC-2030 进行的药物残留溶剂分析。

E. Kobayashi, T. Murata



图 1 Nexis GC-2030 + HS-20

#### ■ 第一类标准溶液分析

第一类标准溶液的色谱图如图 2 所示，各化合物的 S/N 值以及重现性结果如表 3 所示。

第 17 次修订日本药局方规定“1,1,1-三氯乙烷峰的 S/N 值不得低于 5，各个峰面积的相对标准偏差不得过 15%”。分析得到了优于规定的结果。

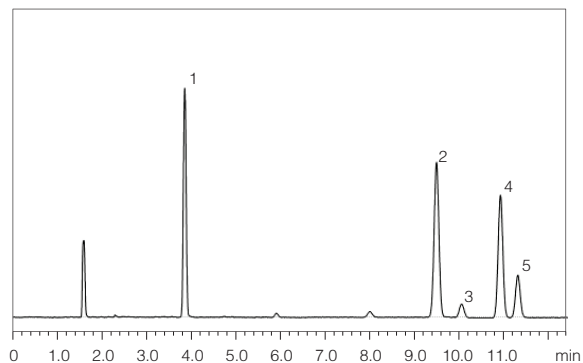


图 2 第一类标准溶液色谱图

#### ■ 系统配置和分析条件

将岛津顶空自动进样器 HS-20 连接到新型气相色谱仪 Nexis GC-2030 上（图 1），按照操作法 A 对第 17 次修订日本药局方中记载的水溶性样品的第一类和第二类标液进行了分析。GC 分析条件如表 1 所示，HS-20 分析条件如表 2 所示。

表 1 分析条件

型号	: Nexis GC-2030
检测器	: 氢火焰离子化检测器 FID-2030
顶空自动进样器	: HS-20
色谱柱	: SH-Rxi-624 Sil MS (0.32 mm × 30 m × 1.8 μm)
柱温程序	: 40°C (20min) _ 10 °C /min_ 240°C (20 min), 总程序 60 min
进样模式	: 分流, 分流比 5
载气控制模式	: 恒线速度 (He)
线速度	: 35 cm/sec
检测器温度	: 250 °C
FID H <sub>2</sub> 流速	: 40 mL/min
FID 尾吹气流速	: 30 mL/min (He)
FID 空气流速	: 400 mL/min
进样体积	: 1 mL

表 2 HS-20 分析条件

恒温炉温度	: 80 °C
样品流路温度	: 110 °C
传输线温度	: 120 °C
搅拌样品瓶	: Off
顶空瓶体积	: 20 mL
恒温时间	: 60 min
样品瓶加压时间	: 1 min
样品瓶加压用气压	: 75 kPa
导入时间	: 1 min
进样针冲洗时间	: 5 min

表 3 第一类标准溶液 S/N 值和重现性

峰编号	化合物	S/N 值	相对标准偏差 (% , n=6)
1	1,1- 二氯乙烷	320	2.8
2	1,1,1- 三氯乙烷	220	2.8
3	四氯化碳	20	2.9
4	苯	170	2.5
5	1,2- 二氯乙烷	60	3.4

注) S/N 值和重现性的值为参考值，并非保证值。

## ■ 第二类标准溶液分析

第二类 A 标准溶液色谱图如图 3 所示，第二类 B 标准溶液色谱图如图 4 所示。

第 17 次修订日本药局方中规定“乙腈和二氯甲烷的分离度不得低于 1.0”。分析得到了优于规定的结果。

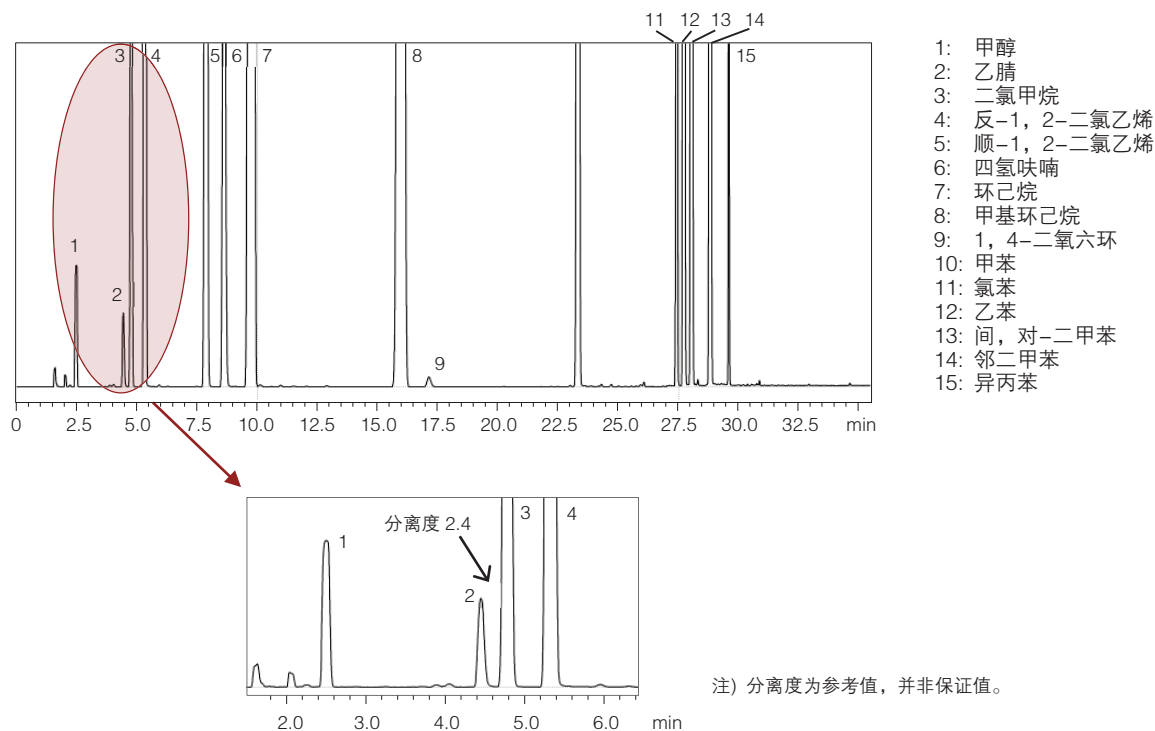


图 3 第二类 A 标准溶液色谱图

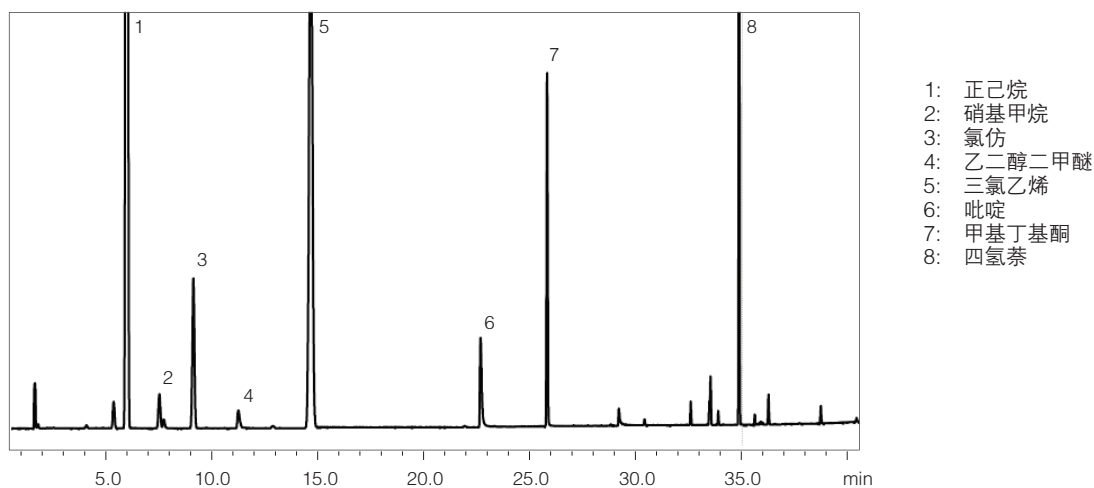


图 4 第二类 B 标准溶液色谱图



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 5 月