

使用 Nexis GC-2030 + HS-20 分析药物中残留溶剂（日本药典第十七修正版第二次增补版、USP467）

药物中残留溶剂的试验方法主要采用日本药典第十七修正版和 USP（美国药典）通则 <467> 残留溶剂 中规定的顶空 GC 法。根据对人体健康的潜在风险，药物中的残留溶剂被分类为一类至三类，并受到严格控制，而在日本药典第十七修正版第二次增补版中，新增了甲基异丁基酮（MIBK）。

本文中为您介绍在日本药典第十七修正版第二次增补版中新增的 MIBK 的分析结果。另外，该成分在 USP 中被分类为 2A 类（二类溶剂，A 混合标准溶液），因此与 2A 类溶剂的色谱图进行比较介绍。

N. Iwasa, T. Ishii, T. Wada

■ 分析条件

气相色谱仪 Nexis GC-2030 和岛津顶空进样器 HS-20 联用，检测了在日本药典第十七修正版第二次增补版中记载的 2A 类溶剂和 MIBK 的标准溶液。标准溶液分别制备水溶性样品和非水溶性样品，按照色谱柱种类、柱温、分流比不同的方法 A 和方法 B 进行检测。水溶性样品的分析条件如表 1 所示，非水溶性样品的分析条件如表 2 所示。

■ 水溶性样品 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液分析

方法 A 的分析结果如图 1 所示，方法 B 的分析结果如图 2 所示。（2A 类溶剂：黑色、MIBK：粉色）

注) 图中所示的分离度为参考值，并非保证值。

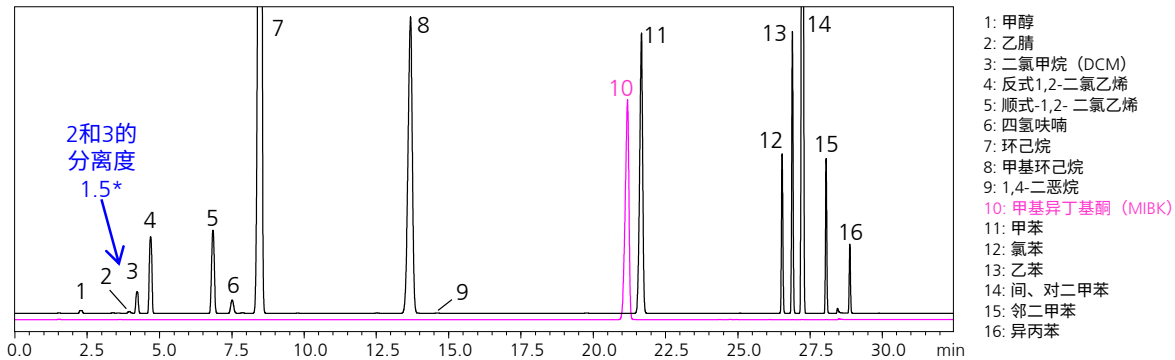


图 1 使用方法A检测的 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液的色谱图（水溶性样品）

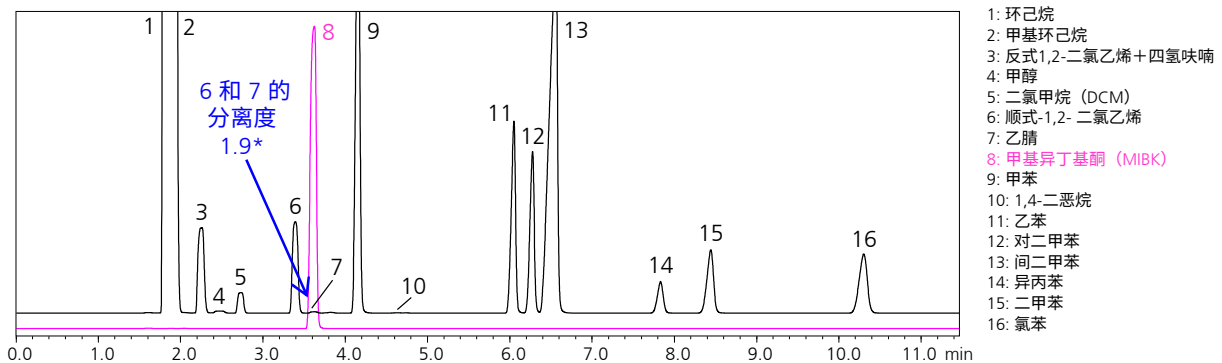


图 2 使用方法 B 检测的 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液的色谱图（水溶性样品）

■ 非水溶性样品 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液分析

方法 A 的分析结果如图 3 所示，方法 B 的分析结果如图 4 所示。（2A 类溶剂：黑色、MIBK：粉色）

注) 图中所示的分离度为参考值，并非保证值。

■ 总结

日本药典第十七修正版第二次增补版的新增成分甲基异丁基酮 (MIBK) 的水溶性样品和非水溶性样品使用方法 A 和方法 B 均能实现高灵敏度分析。观察到方法 A 实现了与 2A 类溶剂成分的分离, 而在方法 B 中与乙腈保留时间相同。

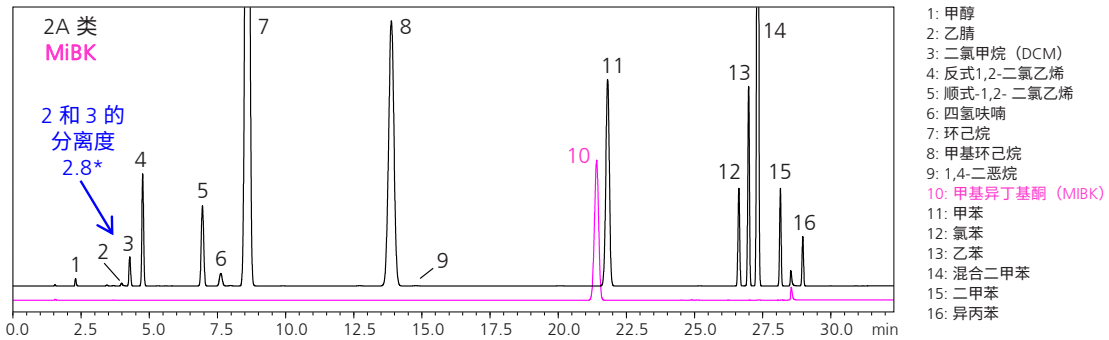


图3 使用方法 A 检测的 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液的色谱图 (非水溶性样品)

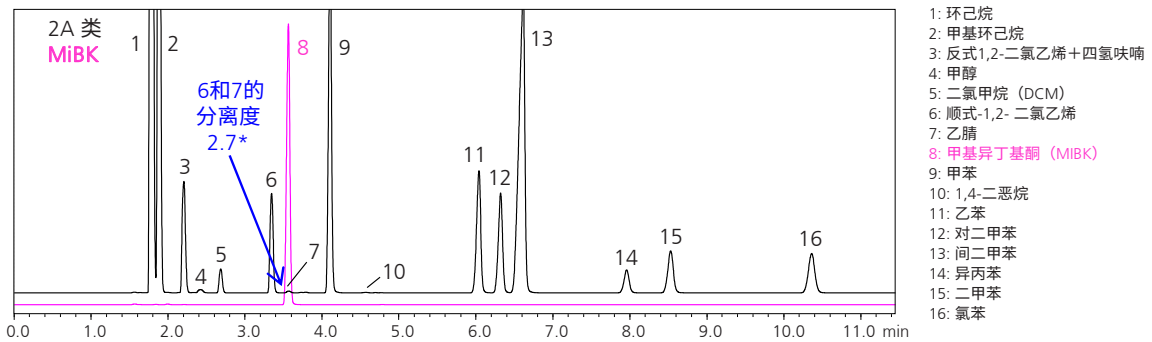


图4 使用方法 B 检测的 2A 类溶剂和 MIBK 标准溶液的色谱图 (非水溶性样品)

表 1 水溶性样品 分析条件

GC 分析条件 (方法 A · 方法 B)	
型号	: Nexis GC-2030
检测器	: 氢火焰离子化检测器 FID-2030
色谱柱	: A) SH-Rxi-624 Sil MS (0.32 mm I.D.×30 m, d.f.= 1.8 μm) B) SH-Stabiliwax (0.32 mm I.D.×30 m, d.f.= 0.25 μm)
柱温程序	: A) 40 °C (20 min) – 10 °C/min – 240 °C (20 min) Total 60 min B) 50 °C (20 min) – 6 °C/min – 165 °C (20 min) Total 59.17min
进样模式	: A) 分流 1:5 B) 分流 1:10
载气控制模式	: 线速度 (He)35 cm/sec
检测器温度	: 250 °C
检测器气体	: H ₂ 32 mL/min, 空气 200 mL/min
尾吹气	: 24 mL/min (He)
进样量	: 1 mL

HS-20 分析条件 (方法 A · 方法 B 相同)

恒温温度	: 80 °C
样品流路温度	: 110 °C
传输线温度	: 120 °C
样品瓶容量	: 20 mL
样品瓶恒温时间	: 60 min
样品瓶加压时间	: 1 min
样品瓶加压压力	: 75 kPa
上样时间	: 0.5 min
洗针时间	: 5 min

表 2 非水溶性样品 分析条件

GC 分析条件 (方法 A · 方法 B)	
型号	: Nexis GC-2030
检测器	: 氢火焰离子化检测器 FID-2030
色谱柱	: A) SH-Rxi-624 Sil MS (0.53 mm I.D.×30 m, d.f.= 3 μm) B) SH-Stabiliwax (0.32 mm I.D.×30 m, d.f.= 0.25 μm)
柱温程序	: A) 40 °C (20 min) – 10 °C/min – 240 °C (20 min) Total 60 min B) 50 °C (20 min) – 6 °C/min – 165 °C (20 min) Total 59.17 min
进样模式	: A) 分流 1:5 B) 分流 1:10
载气控制模式	: 线速度 (He)35 cm/sec
检测器温度	: 250 °C
检测器气体	: H ₂ 32 mL/min, 空气 200 mL/min
尾吹气	: 24 mL/min (He)
进样量	: 1 mL

HS-20 分析条件 (方法 A · 方法 B 相同)

恒温温度	: 80 °C
样品流路温度	: 90 °C
传输线温度	: 105 °C
样品瓶容量	: 20 mL
样品瓶恒温时间	: 45 min
样品瓶加压时间	: 1 min
样品瓶加压压力	: 68.9 kPa
上样时间	: 0.5 min
洗针时间	: 5 min

Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。

Rxi 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。

此外, 本文中出现的公司名称和产品名称是各公司的商标及注册商标。

本文中可能对“TM”和“®”进行了省略。

岛津应用云



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: 2020 年 4 月