

# Application News

## No. G287

ガスクロマトグラフィー

### ヒドロキシプロピルセルロースのシステム適合性試験

厚生労働省告示第 64 号（平成 28 年 3 月 7 日）にて、「医薬品、医療機器等の品質、有効性及び安全性の確保等に関する法律（昭和 35 年法律第 145 号）第 41 条第 1 項の規定に基づき、日本薬局方（平成 23 年厚生労働省告示第 65 号）の全部を改正する」と告示され、第十七改正日本薬局方が同年 4 月 1 日から適用されました。

本アプリケーションニュースでは、改正方におけるヒドロキシプロピルセルロースの定量試験のシステム適合性について検討した結果をご紹介します。

Y. Nagao, T. Murata

#### ■ システム適合性

第十七改正日本薬局方に記載されている通り、内標準溶液（メチルシクロヘキサンの *o*-キシレン溶液）およびヨウ化イソプロピル標準溶液を調製しました。

表 1 のシステムおよび条件において、調製した標準溶液 2.0  $\mu$ L を導入し、得られたクロマトグラムを図 1 に示しました。

システムの性能：Table1 の条件で操作する際、「ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流出し、内標準物質に対するヨウ化イソプロピルの相対保持時間は約 0.8 であり、その分離度は 2.0 以上である。」と規定されています。図 1 のクロマトグラムにおいて、ヨウ化イソプロピルと内標準物質（メチルシクロヘキサン）の相対保持時間は 0.77 であり、分離度は 15.70 でした。

システムの再現性：標準溶液 2.0  $\mu$ L につき、「試験を 6 回繰り返すとき、レスポンスファクターFの相対標準偏差は 2.0%以下である。」と規定されています。図 2 に、再現性を確認した計 6 回のクロマトグラムを示しました。このとき、レスポンスファクターFの相対標準偏差は 0.32%でした。

また、参考値としてヨウ化イソプロピルと内標準物質のピークテーブルを表 2、表 3 に示しました。

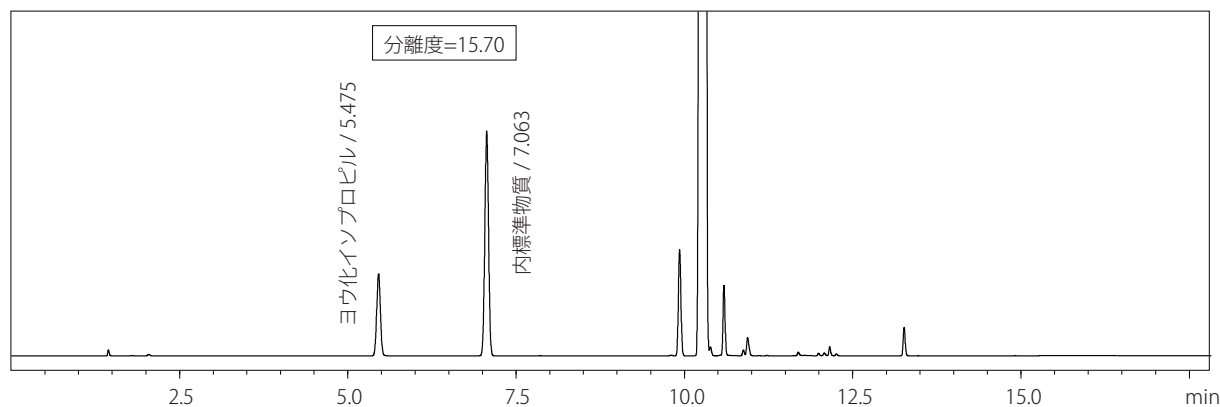


図 1 標準溶液のクロマトグラム

表 1 分析条件

Model	: GC-2010Plus AF (230 V) / AOC-20i
Column	: SH-Rtx-1 (30 m, 0.53 mm I.D., df=3.0 $\mu$ m)
Column Temp.	: 40 °C (3 min) - 10 °C/min - 100 °C - 50 °C/min - 250 °C (3 min)
Detector	: FID
Carrier Gas	: He, 52 cm/sec
Inj. Temp.	: 180 °C
Det. Temp.	: 280 °C
Split Ratio	: 1:50
Inj. Volume	: 2.0 $\mu$ L

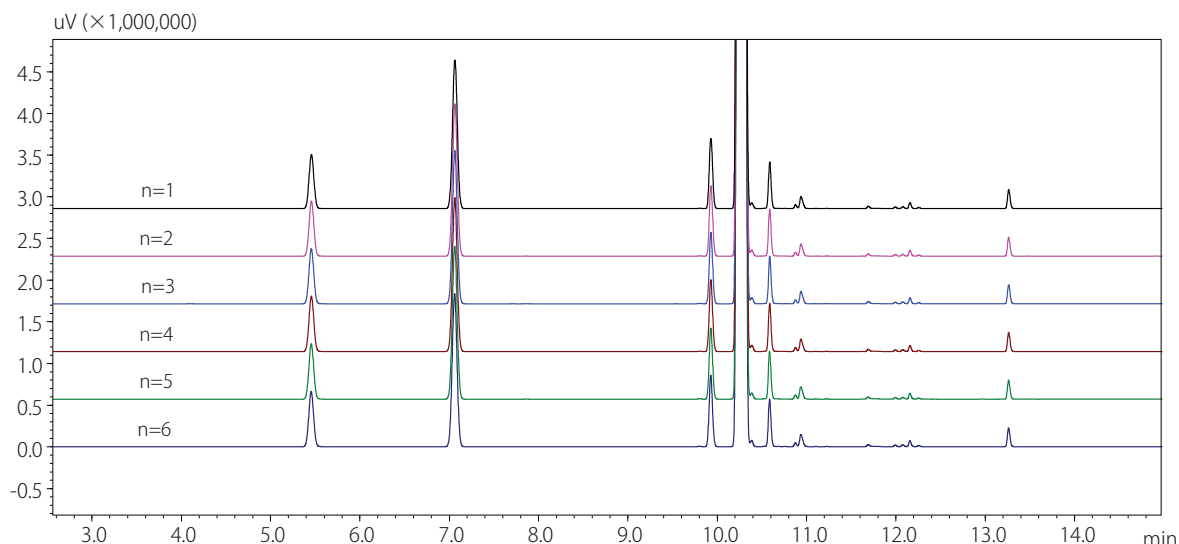


図2 クロマトグラムの再現性の確認 (n=6)

表2 ヨウ化イソプロピルの分析結果

	保持時間 Retention time (min)	面積 Peak area ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	高さ Peak height ( $\mu\text{V}$ )
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 内標準物質 (メチルシクロヘキサン) の分析結果

	保持時間 Retention time (min)	面積 Peak area ( $\mu\text{V}\cdot\text{sec}$ )	高さ Peak height ( $\mu\text{V}$ )
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) これらの値は参考値であり、保証値ではありません。

(参考文献)

厚生労働省告示第64号 (平成28年3月7日)

**株式会社 島津製作所**

分析計測事業部  
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2017年4月

島津コールセンター ☎0120-131691  
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。  
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。