

## 第十七改正日本薬局方第一追補における 低置換度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348号（平成29年12月1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28年厚生労働省告示第64号）の一部を改正する」と告示され、第十七改正日本薬局方の第一追補が適用されています。

本追補では、低置換度ヒドロキシプロピルセルロースの定量試験において使用するカラムが、パックドカラムからキャピラリカラムに変更されました。

本稿では、本追補において、Nexis™ GC-2030AFがシステム適合性を満たすことを確認しました。

Y. Nagao

### ■試験方法

第十七改正日本薬局方第一追補に記載されている通り、標準溶液（ヨウ化イソプロピル、*n*-オクタン（内部標準物質）の*o*-キシレン/ヨウ化水素酸溶液）を準備しました。

表1に装置構成と分析条件を示します。

なお、カラム流量について、薬局方に「内部標準物質の保持時間が約10分になるように調整する」と記載があり、記載に準じたカラム流量に設定しました。

### ■システム適合性の確認

標準溶液 1 μLを導入し、得られたクロマトグラムを図1に示します。

#### <システムの性能>

表1の条件で操作するとき、「ヨウ化イソプロピル、*n*-オクタンの順に流出し、その分離度は5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*n*-オクタンの分離度は28.3でした。

#### <システムの再現性>

標準溶液1~2 μLにつき、「試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下」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の比較を示しました。この時、*n*-オクタンに対するヨウ化イソプロピルのピーク面積の比の相対標準偏差（RSD%）は0.083%でした。

また、参考値としてヨウ化イソプロピルと*n*-オクタンの分析結果を表2に示しました。

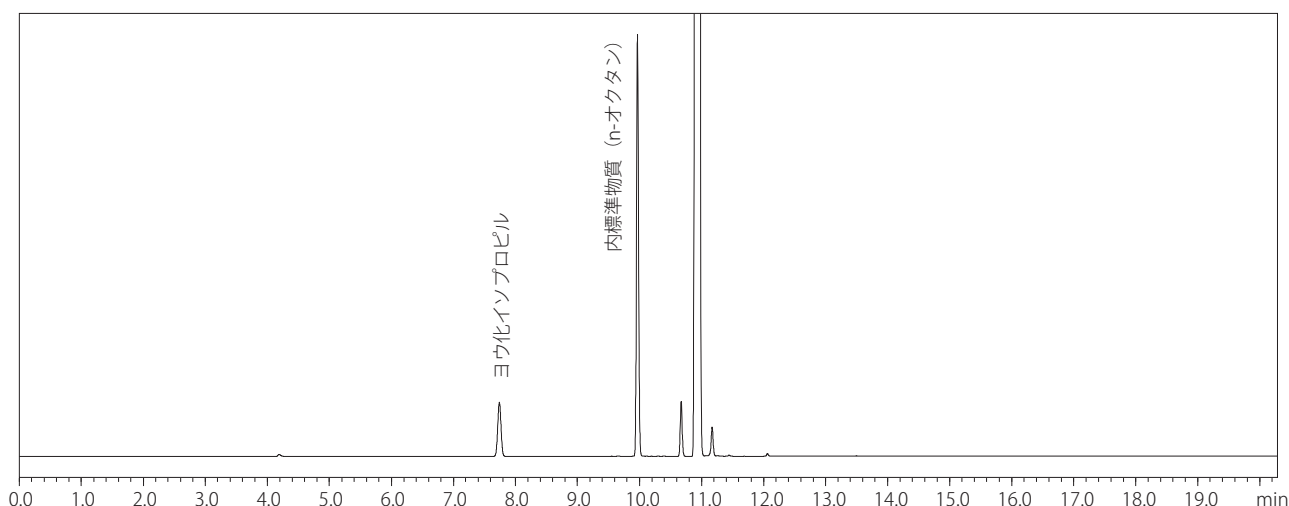


図1 標準溶液のクロマトグラム

表1 装置構成と分析条件

Model	: Nexis GC-2030AF (230 V) /AOC-20i
Column	: InertCap®-1 (30 m, 0.53 mm I.D., df=3.0 μm)
Column Temp.	: 50 °C (3 min) - 10 °C/min - 100 °C - 35 °C/min - 250 °C (8 min)
Detector	: FID
Carrier Gas	: He, 2.8 mL/min
Inj. Temp.	: 250 °C
Det. Temp.	: 280 °C
Split Ratio	: 1:40
Inj. Volume	: 1.0 μL

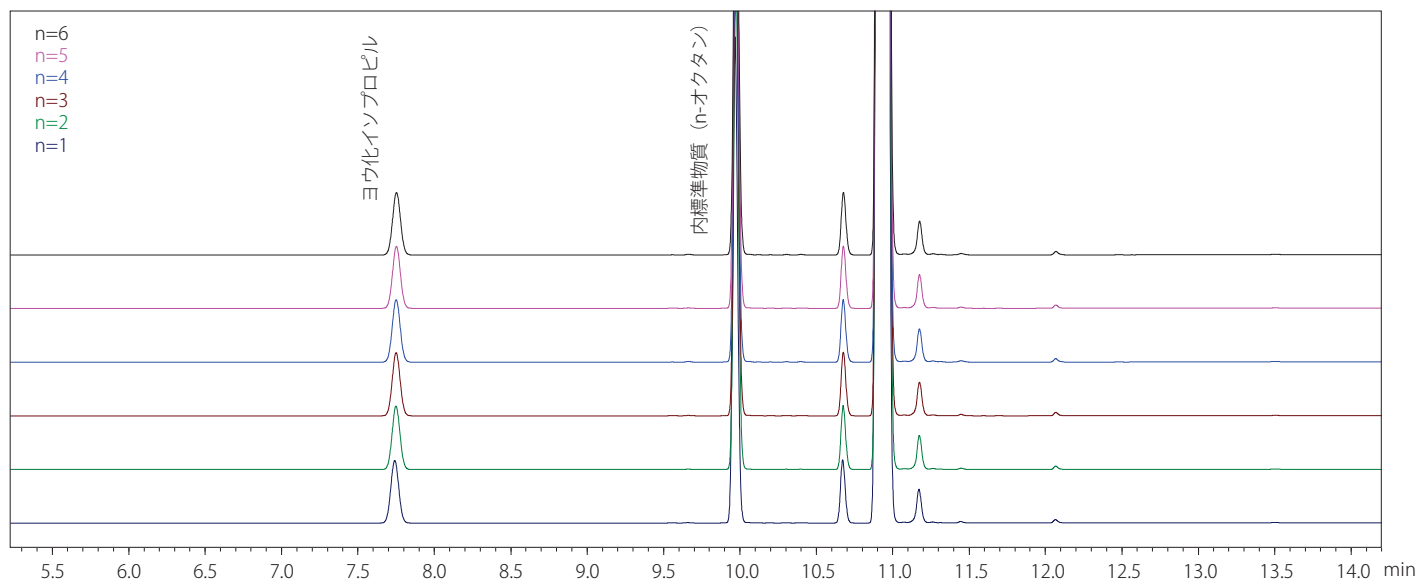


図2 標準溶液 (n=6) のクロマトグラム比較

表2 ヨウ化イソプロピルと内標準物質 (n-オクタン) の分析結果

	ヨウ化イソプロピル	内標準物質 (n-オクタン)	面積比
	面積値 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$	面積値 $\mu\text{V} \cdot \text{s}$	
n=1	1657971	7972428	0.207
n=2	1678243	8056098	0.208
n=3	1673697	8034163	0.208
n=4	1656798	7948074	0.208
n=5	1643823	7893254	0.208
n=6	1649018	7912827	0.208
再現性 RSD%	0.816	0.817	0.083

## ■まとめ

第十七改正日本薬局方 第一追補の、低置換度ヒドロキシプロピルセルロースの定量試験について、Nexis GC-2030を用いてシステム適合性の検討をしました。

薬局方に記載されている通り、標準溶液（ヨウ化イソプロピル、n-オクタン（内部標準物質）の  $\alpha$ -キシレン/ヨウ化水素酸溶液）を準備し、分析しました。

システムの性能およびシステムの再現性の項目について、それぞれ十分な結果が得られ、システム適合性を満たすことを確認しました。

Nexisは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。  
InertCapは、ジーエルサイエンス株式会社の日本における登録商標です。

**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：2019年12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。