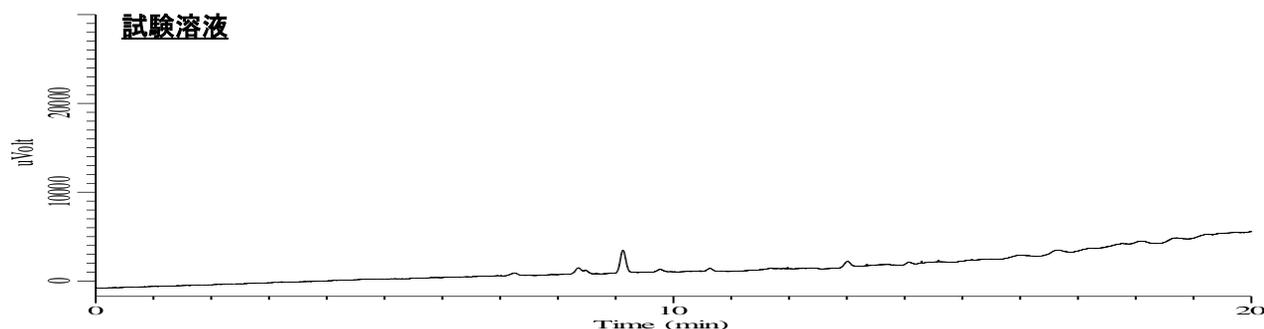
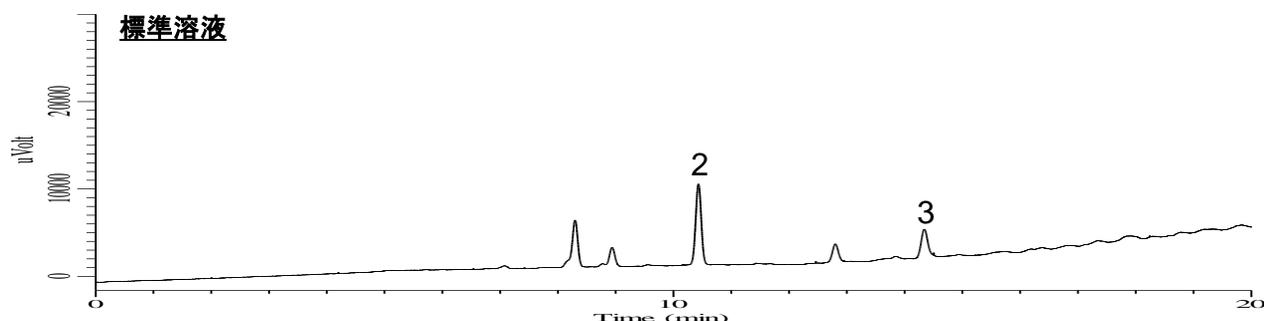
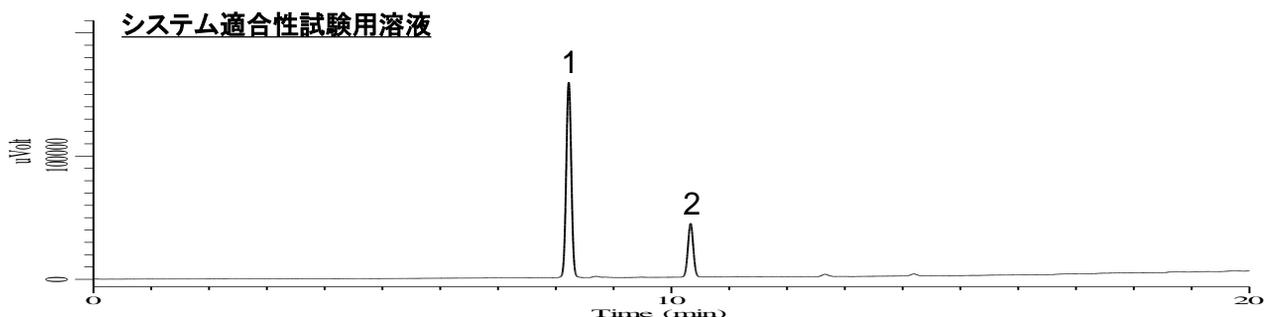


日米欧三薬局方でポリソルベート80が調和合意され、それに基づき第十六改正日本薬局方(JP16)第二追補で試験項目などが改正となり、ガスクロマトグラフィー(GC)による分析が追加されました。

今回、第十六改正日本薬局方第二追補に準拠し純度試験並びに脂肪酸含量比試験を行ったところ、良好な結果が得られましたのでご報告いたします。

純度試験(2) エチレンオキシド及び1,4-ジオキサン



Conditions

System	: GC4000-FID HS (Tekmar HT-3)
Column	: InertCap 5 0.53 mm I.D. x 50 m df = 5 µm
Column Cat.No.	: 1010-18459
Col. Temp.	: 70 °C - 10 °C/min - 250°C (5 min)
Carrier Gas	: He 30 kPa
Injection	: Split 3.5:1 85 °C
Injection Vol.	: Headspace Gas 1 mL
Detection	: FID Range 10 ¹⁰ 250 °C
Sample	: Standard Sample heating temp. 80 °C Sample heating time 30 min
Headspace Vial	: 9.0 mL

Analyte

1. Acetaldehyde
2. Ethylene oxide
3. 1,4-Dioxane

Resolution (1, 2) : 12.77 [≥ 2.0]
※【】内はJP規定条件

脂肪酸含量比試験(システム適合性)

Methyl Myristate (5%)
 Methyl Palmitate (10%)
 Methyl Stearate (15%)
 Methyl Arachidate (20%)
 Methyl Oleate (20%)
 Methyl *cis*-11-Eicosenoate (10%)
 Methyl Behenate (10%)
 Methyl Lignocerate (10%)

「ポリソルベート80」脂肪酸含量比試験では、脂肪酸メチルエステル8成分の混合試薬を調製する必要がありますが、試験法で指定されている濃度は成分ごとに異なるため、調製には時間と手間がかかります。今回は『脂肪酸メチルエステル混合物 (Cat.No.1021-58220)』を試験法に準じて*n*-Heptaneで希釈し、ガスクロマトグラフへ導入しました。混合比は左記の通りになります。

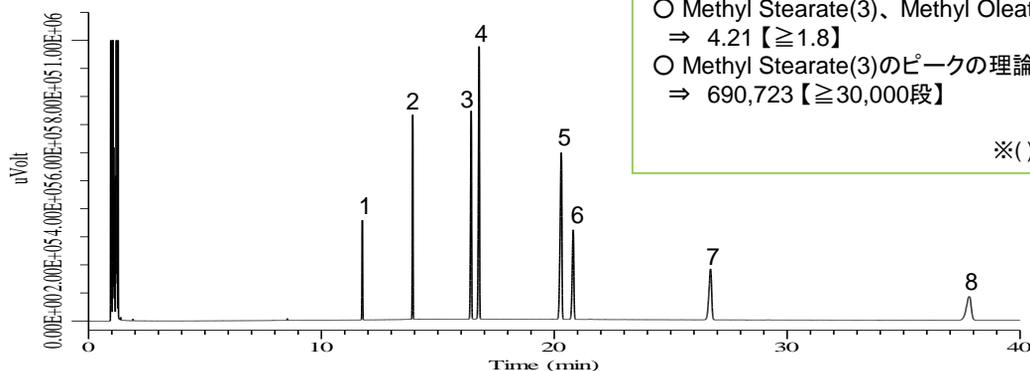
* ワンポイントアドバイス *

「脂肪酸メチルエステル混合物の秤量がうまくいかない・・・」

『脂肪酸メチルエステル混合物 (Cat.No.1021-58220)』は固体の状態でお手元に届きます。固体の状態では秤量が難しいですので、そんな時は湯浴などで温め、液状に戻してからご使用ください。価格などの詳細は本テクニカルノートの特4ページをご覧ください。

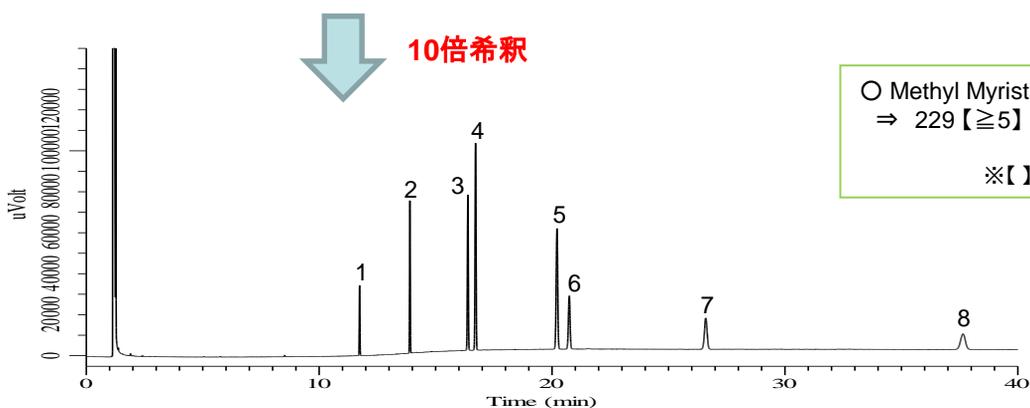
※各成分の単品試料も取り扱っております。(未希釈品です。)

【システム適合性試験用溶液】



- Methyl Stearate(3)、Methyl Oleate(4)の分離度
⇒ 4.21 [≥1.8]
- Methyl Stearate(3)のピークの理論段数
⇒ 690,723 [≥30,000段]

※()内はJP規定条件



- Methyl Myristate(1)のSN比
⇒ 229 [≥5]

※【 】内はJP規定条件

Conditions

System : GC4000-FID
Column : InertCap Pure-WAX
 0.32 mm I.D. x 30 m df = 0.5 μm
Column Cat.No. : 1010-68244
Col. Temp. : 80 °C - 10 °C/min - 220 °C (40 min)
Carrier Gas : He 110 kPa
Injection : Split 1:20
 250 °C
Injection Vol. : 1 μL
Detection : FID Range 10¹⁰
 250 °C
Sample : Standard
 Analyte in Heptane

Analyte

1. Methyl Myristate
2. Methyl Palmitate
3. Methyl Stearate
4. Methyl Oleate
5. Methyl Arachidate
6. Methyl *cis*-11-Eicosenoate
7. Methyl Behenate
8. Methyl Lignocerate



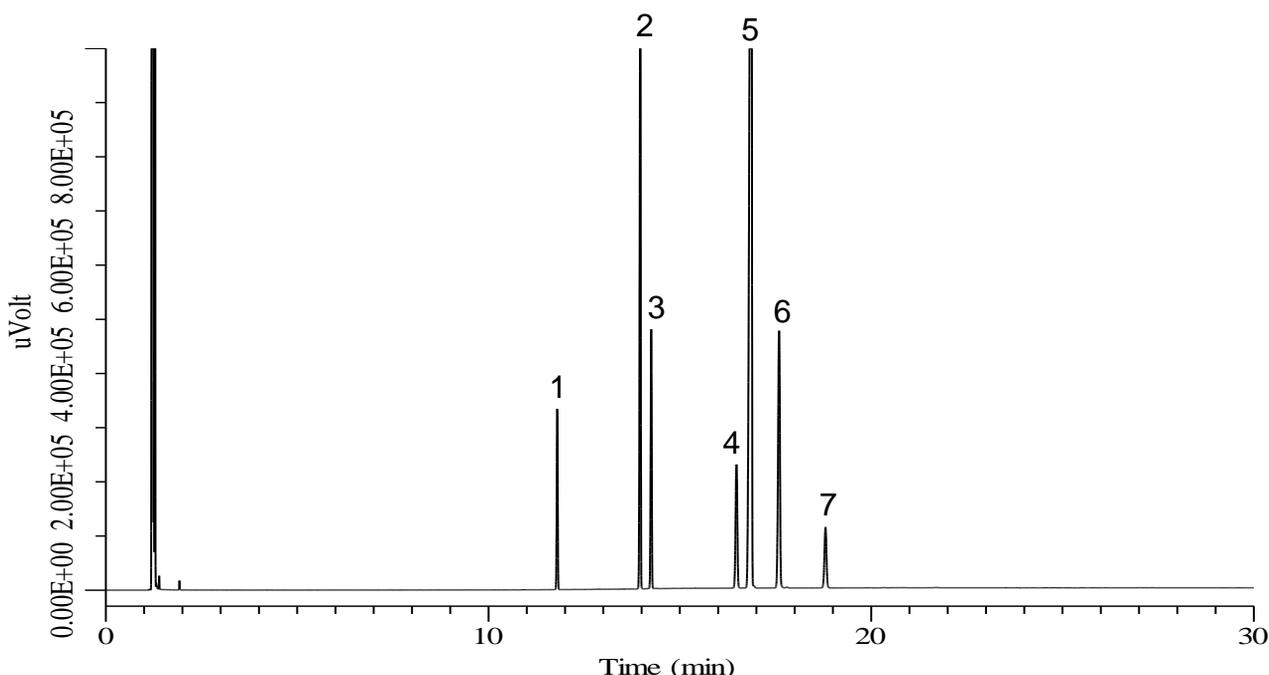
脂肪酸含量比試験(参考:脂肪酸メチルエステル混合試液)

Methyl Myristate (5%)
Methyl Palmitate (16%)
Methyl Palmitoleate (8%)
Methyl Stearate (6%)
Methyl Oleate (58%)
Methyl Linoleate (18%)
Methyl Linolenate (4%)

試料溶液の定性には、「脂肪酸メチルエステル混合試液」のクロマトグラムを用いる必要がありますが、この「脂肪酸メチルエステル混合試液」は脂肪酸メチルエステルの種類のみ定められており、混合比に関する指示がありませんので分析の際に適宜設定する必要があります。

今回は、左記混合比の試料を用いて、一般試験法「脂肪酸メチルエステル混合試液」に準じて *n*-Heptane で希釈し、ガスクロマトグラフへ導入しました。

※左記混合比は欧州薬局方(EP)の「Composition of fatty acids」並びに米国薬局方(USP)の「Acceptance Criteria」を参考に致しました。また、混合比の合計が115%になりますが、実際には合計100%になるように換算し試料調製致しました。[Methyl Myristate (4%), Methyl Palmitate (14%), Methyl Palmitoleate (7%), Methyl Stearate (5%), Methyl Oleate (50%), Methyl Linoleate (16%), Methyl Linolenate (3%)]



Conditions

System : GC-4000-FID
Column : InertCap Pure-WAX
0.32 mm I.D. x 30 m df = 0.5 μm
Column Cat.No. : 1010-68244
Col. Temp. : 80 °C - 10 °C/min - 220°C (40 min)
Carrier Gas : He 110 kPa
Injection : Split 1:20
250 °C
Injection Vol. : 1 μL
Detection : FID Range 10⁶
250 °C
Sample : Standard
Analyte in Heptane

Analyte

1. Methyl Myristate
2. Methyl Palmitate
3. Methyl Palmitoleate
4. Methyl Stearate
5. Methyl Oleate
6. Methyl Linoleate
7. Methyl Linolenate

* ワンポイントアドバイス *

「欲しい試薬が見つからない・・・」

そんな時はぜひGLへご相談ください！
試薬の調達・手配の他にも、お客様のご要望に応じた試薬のカスタマイズも行っております。



関連製品情報

【分析カラム】

品名	内径(mm)	長さ(m)	膜厚(μm)	最高使用温度	Cat.No.	備考
InertCap Pure-WAX	0.32	30	0.50	Iso.260-prog.260	1010-68244	脂肪酸含量比試験にて使用
InertCap 5	0.53	50	5.0	Iso.260-prog.280	1010-18459	純度試験にて使用

【脂肪酸含量比試験用 脂肪酸メチルエステル混合物】

品名	成分名	含量比(%)	容量	Cat.No.	荷姿
脂肪酸メチルエステル混合物 [冷蔵]	Methyl Tetradecanoate (Methyl Myristate)	5	520mg	1021-58220	アンプル(茶)
	Methyl Hexadecanoate (Methyl Palmitate)	10			
	Methyl Octadecanoate (Methyl Stearate)	15			
	Methyl Eicosanoate (Methyl Arachidate)	20			
	Methyl Oleate	20			
	Methyl <i>cis</i> -11-Eicosenoate	10			
	Methyl Docosanoate (Methyl Behenate)	10			
	Methyl Tetracosanoate (Methyl Lignocerate)	10			

※本品の濃度保証は標準試料純度、秤量値から算出した重量保証になります。

【脂肪酸含量比試験用 脂肪酸メチルエステル混合試液】

品名	成分名	備考
脂肪酸メチルエステル試液 [冷蔵]	Methyl Tetradecanoate (Methyl Myristate)	こちらはカスタムメイド品になります。 含量比(%), 容量、必要数などをご指定ください。 ※詳しくは弊社カスタマーサポートセンターもしくは最寄りの営業所までお問い合わせください。
	Methyl Hexadecanoate (Methyl Palmitate)	
	Methyl <i>cis</i> -9-Hexadecenoate (Methyl Palmitoleate)	
	Methyl Octadecanoate (Methyl Stearate)	
	Methyl Oleate	
	Methyl Linoleate	
	Methyl Linolenate	

※本品の濃度保証は標準試料純度、秤量値から算出した重量保証になります。

【誘導体化試薬】

品名	容量	Cat.No.	荷姿
三フッ化ホウ素-メタノール Boron Trifluoride-Methanol BF3-Methanol (14 w/v%)	50 mL	1022-12002	細口ガラスビン
	10 × 5mL	1022-12003	アンプル(茶)

【エチレンオキシド標準液】

品名	希釈溶媒	濃度	容量	Cat.No.	荷姿
Restek社製 エチレンオキシド 標準液 [劇] [冷凍]	Dichloromethane	50 mg/mL	1 mL	1021-10011	アンプル(茶)

注) 冷凍送料¥1,000が必要となります。冷凍輸送品のため、返品・交換はご遠慮ください。[劇]は「医薬用外劇物」です。



ジーエルサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお勧めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行なっております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@gl.s.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app_search.html