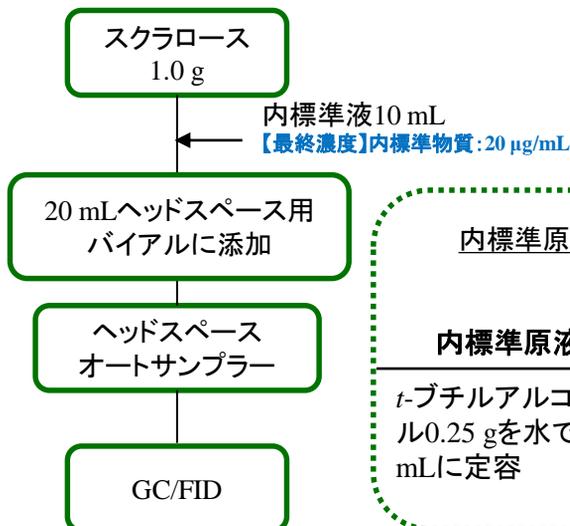
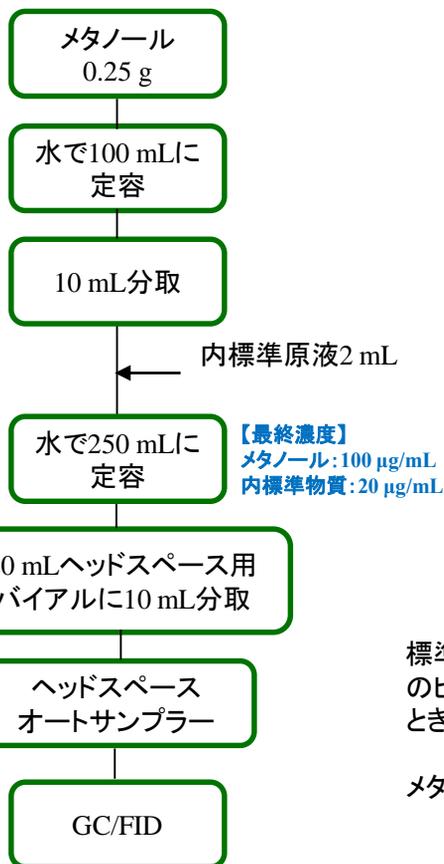


医薬品に使用される添加物の一つに、スクラロースという人工甘味料があります。医薬品添加物規格2013に記載されているスクラロースの純度試験は本来パッドカラムを使用した分析でしたが、2018年3月に告示されました医薬品添加物規格2018では、キャピラリーカラムとヘッドスペースGCを使用してスクラロース中のメタノールを分析するという手法に改正されています。その改正内容に準拠し分析を行ったところ、良好な結果が得られましたのでご報告させていただきます。

測定手順

<標準液>

<検液>



内標準原液 及び 内標準液の 調製方法

内標準原液	内標準液
t-ブチルアルコール0.25 gを水で100 mLに定容	内標準原液2 mLを水で250 mLに定容

標準液と検液につき、t-ブチルアルコールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比 Q_s 及び Q_t を求める。次式によりメタノールの量を求めるとき、0.1%以下である。

$$\text{メタノールの量(\%)} = Ms/Mt \times Qt/Qs \times 2/5$$

M_s : メタノールの秤取量(g)

M_t : スクラロースの秤取量(g)

分析条件

Conditions

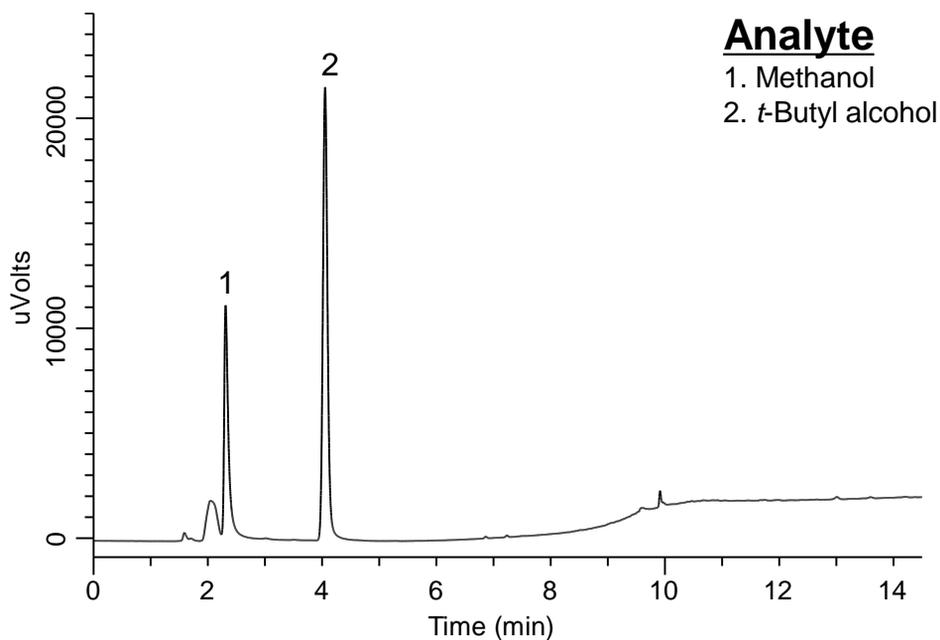
System	: GC-4000 Plus-FID
Column	: InertCap 624MS 0.53 mm I.D. x 60 m df = 3.00 µm
Col. Cat. No.	: 1010-64968
Col. Temp.	: 40 °C (1 min) - 5 °C/min - 60 °C - 40 °C/min - 240 °C (5 min)
Carrier Gas	: He 15 mL/min
Injection	: Splitless 2 min 180 °C
Detection	: FID Auto Range 250 °C
Injection Vol.	: 0.4 mL
Syringe Size	: 2.5 mL

HS Conditions

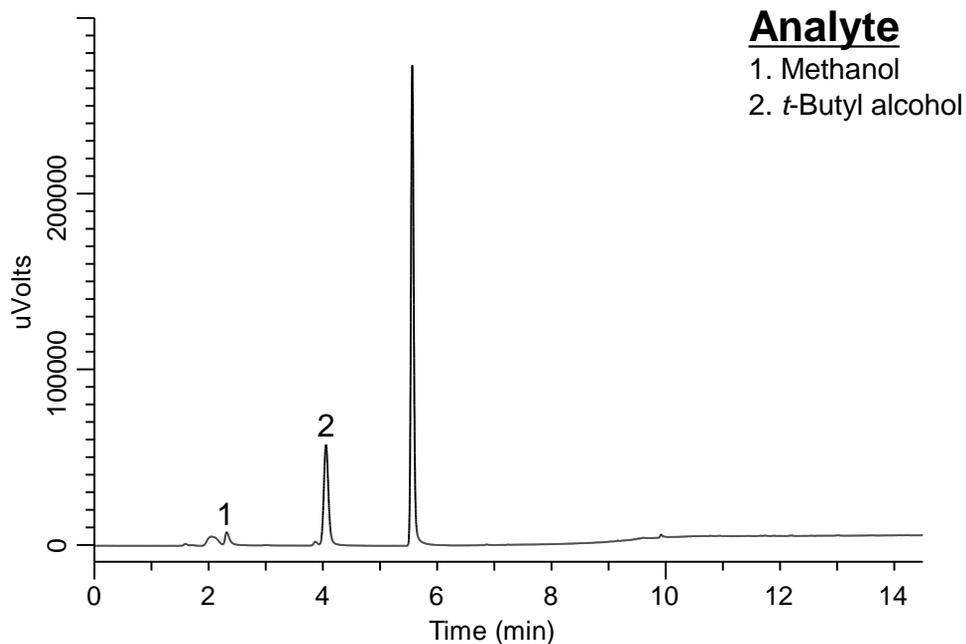
System	: Alpha MOS HT2000H
Sample Equil. Temp.	: 60 °C
Sample Equil. Time	: 20 min

測定結果

標準液のクロマトグラム



検液のクロマトグラム



相対標準偏差

本試験の再現性を確認するために、相対標準偏差を求めました。

表1. 面積値の繰り返し性

	標準液			検液		
	Methanol	内標準物質(※1)	Qs(※2)	Methanol	内標準物質(※1)	Qt(※2)
1回目	194839	385690	0.50517	49715	332906	0.14934
2回目	189309	363322	0.52105	50804	337456	0.15055
3回目	194007	371652	0.52201	51812	337046	0.15372
4回目	199621	386311	0.51674			
5回目	181684	369258	0.49202			
6回目	189696	371890	0.51009			
平均	191526	374687	0.51118	50777	335803	0.15120
標準偏差	6128	9294	0.01140	1049	2517	0.00227
相対標準偏差(%)	3.20	2.48	2.23	2.07	0.75	1.50

※1 内標準物質とはt-Butyl alcoholを指します。

※2 Qs及びQtとは、標準液と検液におけるt-ブチルアルコールのピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比を指します。

スクラロースの純度

表2. メタノールの含有量

	Methanol
含有量(%)	0.0296

本テクニカルノートP.1に記載した計算式を用いてメタノールの含有量を算出した結果、メタノールの含有量は0.0296%でした。

参考: 医薬品添加物規格2018について-厚生労働省

<http://www.hourei.mhlw.go.jp/hourei/doc/tsuchi/T180330I0030.pdf>



ジー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ましては、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