

# 第十八改正日本薬局方 サッカリナトリウム水和物の分析 - 2.00 クロマトグラフィー総論に規定された範囲内での条件変更 -

2021年9月に公開された第十八改正日本薬局方 (JP) 第一追補のパブリックコメントにおいて、日米欧三薬局方で調和合意された内容に基づき規定された『2.00 クロマトグラフィー総論』に、クロマトグラフィー条件の調整できる範囲が明記されました。これにより条件の許容幅が広がり条件検討が容易になります。

本報ではJP18 サッカリナトリウム水和物の純度試験(5)において、『2.00 クロマトグラフィー総論』に則った範囲内でカラムサイズを変更し、分析を行いました。

分析条件の変更はJP18 第一追補分より適用される予定の内容であり、過去に公示された内容に対して行うものではありません。そのため、本テクニカルノートは参考データとなります。

## JPにおける変更可能な項目

『2.00 クロマトグラフィー総論』ではシステム適合性の要件を満たすことで、カラムや装置条件等の変更が許されています。

薬局法種別		日本薬局方 〈令和3年9月パブコメ案〉 三薬局方国際調和
固定相	粒子径	最大50%まで減らすことができ、 増やすことはできない(充填カラム)
	膜厚	-50% ~ +100%(キャピラリーカラム)
カラムの大きさ	長さ	<b>-70% ~ +100%</b>
	内径	±50%
装置	カラム温度	±10%
	温度プログラム	温度の調整は上述の通り許容される。昇温速度と各温度の 保持時間の調整は±20%まで許容される。
キャリアーガス	流量	±50%
	注入量および スプリット比	システム適合性の要件が確立された許容限度値内であれば 注入量およびスプリット比は変更することができる。 注入量を減少させる場合又はスプリット比を増加させる場合は、 ピークレスポンスの検出(検出限界)および再現性に特に 注意が必要である。 注入量の増加又はスプリット比の減少は、特に、 測定すべきピークの直線性と分離度がシステム適合性を 満たす限り許容される。
	注入口温度および 静的ヘッドスペースにおける トランスファーライン温度の条件	分解や濃縮が起こらない場合は±10°C

## JP18 サッカリンナトリウム水和物 純度試験(5)の分析例

JP18 サッカリンナトリウム水和物試験を分析例として、JP『2.00 クロマトグラフィー総論』に規定される変更可能範囲内で、カラムサイズを変更して分析を行いました。

## 【純度試験(5)】

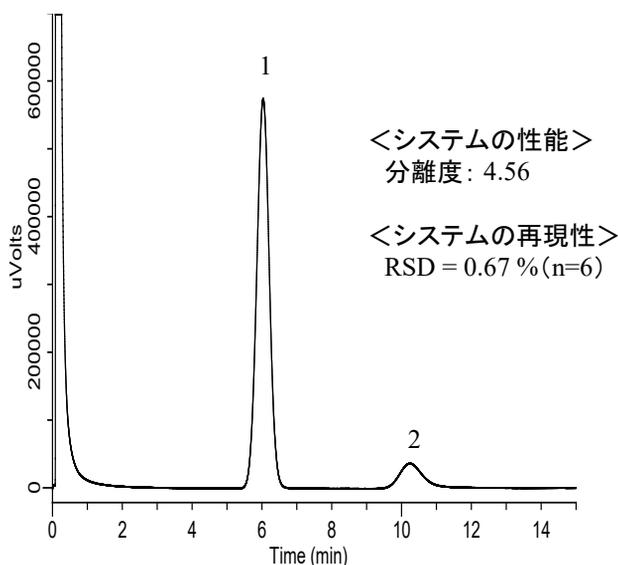
## &lt;試験条件&gt;

検出器: 水素炎イオン化検出器  
 カラム: 内径3 mm, **長さ1 mの管**にガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180 ~ 250 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充填する。  
 カラム温度: 200°C付近の一定温度  
 注入口温度: 225°C付近の一定温度  
 検出器温度: 250°C付近の一定温度  
 キャリヤーガス: 窒素  
 流量: **カフェインの保持時間が約6分になるように調整する。**

## &lt;システム適合性&gt;

システムの性能: 標準溶液1 μLにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、*o*-トルエンスルホンアミドの順に流出し、その分離度は2.0以上である。  
 システムの再現性: 標準溶液1 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さに対する*o*-トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である。

試験法記載のカラムサイズは長さ1 mであり、変更可能範囲は-70% ~ +100%であり、**0.3 m ≤ 1 m ≤ 2.0 m**のため、本分析ではカラム長さ**0.5 m**に変更して試験を行いました。



1. カフェイン (I.S.)
2. *o*-トルエンスルホンアミド  
(標準溶液)

Conditions

Column : DEGS 3% Uniport HP 60/80  
 Glass 1/4" O.D. × **0.5 m** × 3.0 mm I.D.  
 Col. Temp. : 200 °C  
 Carrier Gas : N<sub>2</sub> 32 mL/min  
 Detector : FID 250°C  
 Injection : 225°C  
 Sample Size : 1 μL

**カラム圧力: 35 kPa**  
**カフェインの保持時間: 6.03 min**



**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@glsc.co.jp**



【アプリケーションの検索はこちら】

[https://www.glsc.co.jp/technique/app/app\\_search.html](https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html)