

# 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)】

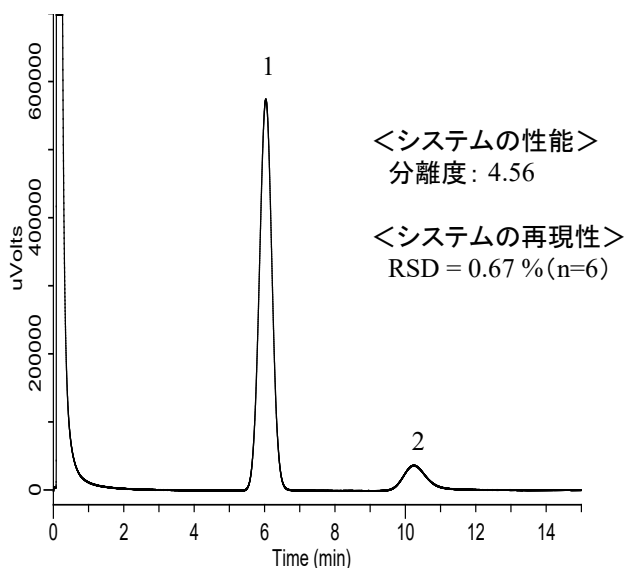
## &lt;試験条件&gt;

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)