

1 サッカリン

2 性状及び定量法の項を次のように改める。

3 性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

4 本品はエタノール(95)にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

5 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

6 定量法 本品約50 mgを精密に量り、水/メタノール混液(1 :
7 1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量
8 り、水/メタノール混液(1 : 1)を加えて正確に50 mLとし、
9 試料溶液とする。別にサッカリン標準品(別途本品と同様の
10 条件で乾燥減量 (2.4I) を測定しておく)約25 mgを精密に量
11 り、水/メタノール混液(1 : 1)に溶かし、正確に25 mLとし、
12 標準原液とする。標準原液5 mLを正確に量り、水/メタノ
13 ール混液(1 : 1)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。
14 試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で
15 液体クロマトグラフィー (2.0I) により試験を行い、それぞ
16 れの液のサッカリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

17 サッカリン($C_7H_5NO_3S$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

18 M_S : 乾燥物に換算したサッカリン標準品の秤取量(mg)

19 試験条件

20 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 230 nm)

21 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に3.5
22 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
23 化シリカゲルを充填する。

24 カラム温度 : 20°C付近の一定温度

25 移動相A : リン酸水素二カリウム8.7 gを薄めたリン酸(1
26 →1000)に溶かし、1000 mLとする。

27 移動相B : メタノール

28 移動相の送液 : 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
29 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 7.0	90	10
7.0 ~ 8.0	90 → 5	10 → 95
8.0 ~ 10.0	5	95
10.0 ~ 10.1	5 → 90	95 → 10
10.1 ~ 10.5	90	10

30 流量 : 毎分1.0 mL (サッカリンの保持時間約7.3分)

31 システム適合性

32 システムの性能 : 無水フタル酸25 mgを水/メタノール
33 混液(1 : 1)に溶かし、25 mLとする。この液5 mLに
34 標準原液5 mL及び水/メタノール混液(1 : 1)を加え
35 て50 mLとする。この液10 µLにつき、上記の条件で
36 操作するとき、無水フタル酸、サッカリンの順に溶出
37 し、その分離度は1.5以上である。また、標準溶液10
38 µLにつき、上記の条件で操作するとき、サッカリン
39 のピークのシンメトリー係数は1.5以下である。

40 システムの再現性 : 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
41 で試験を5回繰り返すとき、サッカリンのピーク面積
42 の相対標準偏差は0.73%以下である。

43