

国立医薬品食品衛生研究所 ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品 (Control 961)

北島 文・岩田美保・前川京子・斎藤博幸
谷本 剛・岡田敏史[#]

Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard (Control 961) of
National Institute of Health Sciences

Aya Kitajima, Miho Iwata, Keiko Maekawa, Hiroyuki Saito,
Tsuyoshi Tanimoto and Satoshi Okada[#]

The raw material of potassium sucrose octa sulfate was examined for the preparation of the "Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard (Control 961)". Analytical data obtained were as follows: infrared spectrum, the same as that of the Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard (Control 901); high-performance liquid chromatography, one impurity was detected; water content, 8.1%; assay of sucrose octa sulfate, 99.6%.

Based on the above results, the raw material was authorized to be the Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard of the National Institute of Health Sciences.

Keywords: potassium sucrose octa sulfate, quality evaluation, authorization, NIHS Reference Standard

第十三改正日本薬局方「スクラルファート」の定量試験に用いられる国立医薬品食品衛生研究所“ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品 (Control 961)” (日本薬局方標準品) を製造したので報告する。

1. 標準品原料

標準品原料は中外製薬株式会社より入手した。同社による試験成績は次のとおりである。HPLCによる純度試験：純度 99.8%，水分：7.5%，定量：100.5%。

2. 参照物質および試薬

日本薬局方ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品 (Control 901；日局標準品と略称)¹⁾を対照物質とした。試薬及び溶媒は、特級品又は特級相当品を用いた。

3. 装 置

本標準品原料の品質評価試験にあたり、下記の測定装置を用いた。

赤外分光光度計：日本分光，FT-IR VALOR-III.

微量水分測定装置：平沼産業，AQ-6型。

液体クロマトグラフ装置：東ソー製のポンプCCPD，検出器，RI-8012及び島津製作所製C-R6A型データ処理装置。

4. 試験方法

特に記すもののほかは第十三改正日本薬局方の一般試験法に従った。

1) 液体クロマトグラフ法による純度試験：標準品原料約0.50gを精密に量り，移動相に溶かして正確に10mlとし，試料溶液とする。この液50 μ lにつき，次の条件で液体クロマトグラフ法により純度試験を行う。

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：Unisil Q NH₂ (5 μ m, 4.6 \times 150mm)

移動相：硫酸アンモニウム48gを水1lに溶かし，リン酸を用いてpHを3.5に調整した。

流量：0.8ml/min

カラム温度：30 $^{\circ}$ C

検出感度：標準溶液1mlを正確に量り，移動相を加えて正確に100mlとした液50 μ lから得たショ糖オクタ硫酸エステルカリウムの高さが記録紙のフルスケールの約10%の高さになるように検出器の出力あるいは記録計の感度を調整する。更に，標準溶液1mlを正確に量り，移動相を加えて正確に2,000mlとした液50 μ lから得たショ糖オクタ硫酸エステルカリウムのピーク面積が自動積分法で測定される分析パラメーターを設定する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後，ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間の2倍の範囲。

[#] To whom correspondence should be addressed: Satoshi Okada; 1-1-43 Hoenzaka, Chuo-ku, Osaka 540-0006, Japan; Tel: 06-941-1533; Fax: 06-942-0716; E-mail:okada@nihs.go.jp

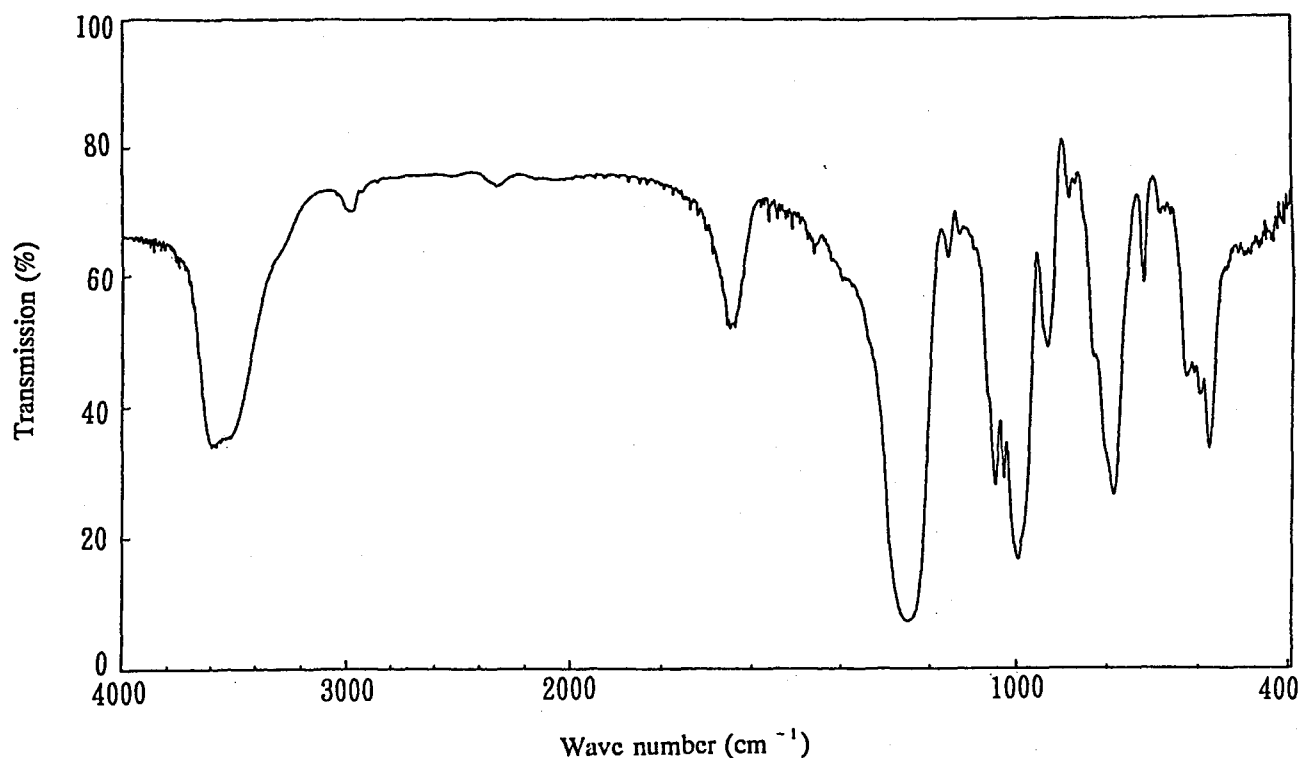


Fig. 1 Infrared absorption spectrum of the raw material for Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard

2) ショ糖オクタ硫酸エステル定量：標準品原料約0.2 gを精密に量り、水3 mlに溶かす。この液を強酸性イオン交換樹脂（アンバーライト120B）を用いて調製したカラム（内径約10 mm，樹脂層約100 mm）に流し込み、液が樹脂層に流入した後、少量の水で洗い、更に水で溶離し、流出液50 mlを、あらかじめ0.1 N水酸化ナトリウム液30 mlを正確に入れた容器に集める。5 ml/minとする。流出液につき、過量の水酸化ナトリウムを0.1 N塩酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

5. 試験成績

1) 性状

白色の結晶性の粉末で、においはない。

2) 赤外吸収スペクトル

本品および日局標準品の赤外吸収スペクトルを臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収が認められた（Fig. 1）。

3) 液体クロマトグラフ法による純度試験

液体クロマトグラムの一例を Fig. 2 に示す。面積百分率法で0.05%以上の不純物ピークが1個検出され、その量は0.07%と推定された。

4) 水分

8.1% (0.02 g, 電量滴定法)

8) 定量：99.6%



Fig. 2 High-performance liquid chromatograms of the raw material for Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard

(A) : Raw material

(B) : Potassium Sucrose Octa Sulfate Reference Standard (Control 901)

結 論

ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品原料につき、日局標準品を対照に比較検討した結果、国立医薬品食品衛生研究所標準品（日本薬局方標準品）として十分な品質を有することを認め、Control 961 として製造・配布を開始した。

文 献

- 1) 村井真美・笥 華子・小松裕明・石光 進・岡田敏史：衛生試報，**109**，171（1991）