

メチルメチオニンスルホニウムクロリド 250mg/g 顆粒

溶出試験

本品 0.1 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始 15 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、試料溶液とする。別に、メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品を、シリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、下記の試験条件で液体クロマトグラフ法により試験を行ない、それぞれの液のメチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド ($C_6H_{14}ClNO_2S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品の量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 本品 1 g 中メチルメチオニンスルホニウムクロリドの表示量 (mg)

分析条件

検出器：蛍光光度計 (励起波長：368 nm, 蛍光波長：455 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に平均粒子径 10 μ m の液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm 長さ 1.5 m の管

化学反応槽温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g に水を加え 1000 mL にする。

反応液：ホウ酸 25.0 g を水 950 mL に溶かし、水酸化カリウム溶液 (1 \rightarrow 2) を加え、pH10.5 に調整する。この液 1000 mL に 2-メルカプトエタノール 2 mL 及びポリオキシエチレン (23) ラウリルエーテル 1 g を溶かし、o-フタルアルデヒド 0.8 g を溶解しエタノール (99.5) 10 mL を加える。

移動相流量：メチルメチオニンスルホニウムクロリドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記条件で操作するとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピークのシンメトリー係数及び理論段数は、それぞれ 2.0 以下、2000 段以上である。

システム再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記条件で試験を 6 回繰り返すとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品.

日本薬局方外医薬品規格「メチルメチオニンスルホニウムクロリド」. ただし, 乾燥したものを定量したとき, メチルメチオニンスルホニウムクロリド ($C_6H_{14}ClNO_2S$) 99.0% 以上含むもの.

液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル.

液体クロマトグラフ用に製造したもの.

メチルメチオニンスルホニウムクロリド 25mg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験を開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL として試料溶液とする．別に，メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品を，シリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し，その約 0.025 g を精密に量り，水を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL として標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のメチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 60 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする．

メチルメチオニンスルホニウムクロリド ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{ClNO}_2\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品の量 (mg)

C : 本品 1 錠中のメチルメチオニンスルホニウムクロリドの表示量 (mg)

試験条件

検出器：蛍光光度計 (励起波長： 340 nm，蛍光波長： 455 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に平均粒子径 10 μm の液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度： 40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5 mm 長さ 1.5 m の管

化学反応槽温度： 40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 51.0 g に水を加えて 2500 mL とする．

反応液：ホウ酸 25.0 g を水 950 mL に溶かし，水酸化カリウム溶液 (1 \rightarrow 2) を加え，pH10.5 に調整する．この液 1000 mL に 2-メルカプトエタノール 2 mL 及びポリオキシシエチレン (23) ラウリルエーテル 1 g を溶かし，o-フタルアルデヒド 0.8 g を溶解しエタノール (99.5) 10 mL を加える．

移動相流量：メチルメチオニンスルホニウムクロリドの保持時間が約 7 分になるように調整する．

反応試薬流量：移動相流量と等しくする．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記条件で操作するとき，メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピークのシンメトリー係数及び理論段数は，それぞれ 2.0 以下，2000 段以上である．

システム再現性：標準溶液 20 μL につき，上記条件で試験を 6 回繰り返すとき，メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である．

メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品．

日本薬局方外医薬品規格「メチルメチオニンスルホニウムクロリド」。ただし、乾燥したものを定量したとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリド ($C_6H_{14}ClNO_2S$) 99.0% 以上含むもの。

液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル。
液体クロマトグラフ用に製造したもの。