

メチルメチオニンスルホニウムクロライド顆粒 Methylmethioninesulfonium Chloride Granules

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いメチルメチオニンスルホニウムクロライド ($C_6H_{14}ClNO_2S$)約 25mgに対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、試験液 20mL 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 10mL 以上を除き、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ライド標準品を、シリカゲルを乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約 25mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつ正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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ライドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

W_S : メチルメチオニンスルホニウムクロライド標準品の秤取量(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ライドの表示量(mg)

試験条件

検出器 : 蛍光光度計 (励起波長 : 368nm , 蛍光波長 : 455nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm 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ィー用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 0.5mm 長さ 1.5m 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 1000mL にする。

反応液 : ホウ酸 25.0g を水 950mL 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 1000mL に 2-メルカプトエタノール 2mL 及びポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル 1g を溶かし、o-フタルアルデヒド 0.8g を溶解しエタノール(99.5) 10mL 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ライドの保持時間が約 11 分

になるように調整する.

反応試薬流量：毎分約 0.3mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 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ライドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 2000 段以上，2.0 以下である.

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg/g	15 分	85%以上

メチルメチオニンスルホニウムクロライド標準品

「メチルメチオニンスルホニウムクロライド」. 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ライド($C_6H_{14}ClNO_2S$) 99.0% 以上含むもの.

液体クロマトグラフィー用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ィー用に製造したもの.

メチルメチオニンスルホニウムクロライド錠 Methylmethioninesulfonium Chloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品1個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 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する。初めのろ液10mL以上を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にメチルメチオニンスルホニウムクロライド(C₆H₁₄ClNO₂S)約28 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mL とする。この液5mLを正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に10mL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ライド標準品を、シリカゲルを乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約 25mg を精密に量り、水を加えて正確に50mL とする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL とする。この液5mL を正確に量り、0.2mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10mL として標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> 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ライドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メチルメチオニンスルホニウムクロライド(C₆H₁₄ClNO₂S)の表示量に対する溶出率 (%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : メチルメチオニンスルホニウムクロライド標準品の秤取量(mg)

C : 本品 1 錠中のメチルメチオニンスルホニウムクロライド(C₆H₁₄ClNO₂S)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 蛍光光度計(励起波長 : 340nm , 蛍光波長 : 455nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm 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ィー用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 °C 付近の一定温度

反応コイル : 内径0.5mm 長さ 1.5 mのステンレス管

反応温度 : 40 °C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム51.0gに水を加えて2500mLとする。

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

を溶解しエタノール(99.5) 10mL 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ライドの保持時間が約 7 分になるように調整する.

反応試薬流量：毎分約1mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 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ライドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上, 2.0 以下である.

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25 mg	60分	85%以上

メチルメチオニンスルホニウムクロライド標準品

「メチルメチオニンスルホニウムクロライド」. 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ライド($C_6H_{14}ClNO_2S$) 99.0% 以上含むもの.

液体クロマトグラフィー用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ィー用に製造したもの.