

パントテン酸カルシウム 100 mg/g・リボフラビン 3 mg/g・ピリドキシン塩酸塩 30 mg/g・  
ニコチン酸アミド 15 mg/g 顆粒

**Calcium Pantothenate 100 mg/g, Riboflavin 3 mg/g, Pyridoxine Hydrochloride 30 mg/g and Nicotinamide 15 mg/g Granules**

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品約 1g 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、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 を除き、次のろ液を試料溶液(1) とし、次のろ液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液(2) とする。  
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

#### パントテン酸カルシウム

別にパントテン酸カルシウム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とし、標準溶液 とする。試料溶液(1) 及び標準溶液 10 $\mu$ 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、それぞれの液のパントテン酸のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

パントテン酸カルシウム( $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$ )の表示量に対する溶出率(%)  
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 450$$

$W_S$  : パントテン酸カルシウム標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C$  : 1 g 中のパントテン酸カルシウム( $C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 35°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 1.36g を水に溶かして 1000mL とした液に、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 100)を加え、pH3.5 に調整する。この液 900mL にメタノール 100mL を加える。

流量 : パントテン酸の保持時間が約 9 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、パント

テン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パントテン酸のピーク面積の相対標準偏差は、1.0% 以下である。

リボフラビン、ピリドキシン塩酸塩、ニコチン酸アミド

別にリボフラビン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水を加えて加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100mL とし、標準原液(1) とする。別にピリドキシン塩酸塩標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(2) とする。別にニコチン酸アミド標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(3) とする。標準原液(1) 2mL、標準原液(2) 10mL 及び標準原液(3) 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液(2) 及び標準溶液 10 $\mu$ L ずつを正確にとり、液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のリボフラビンのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにピリドキシンのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  並びにニコチン酸アミドのピーク面積  $A_{Tc}$  及び  $A_{Sc}$  を測定する。

リボフラビン( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 18$$

ピリドキシン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 180$$

ニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 90$$

$W_{Sa}$  : リボフラビン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : ピリドキシン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_{Sc}$  : ニコチン酸アミド標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C_a$  : 1 g 中のリボフラビン( $C_{17}H_{20}N_4O_6$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1 g 中のピリドキシン塩酸塩( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

$C_c$  : 1 g 中のニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268 nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を水/メタノール/酢酸(100) 混液(74：25：1)に溶かし，1000mL とする。

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約 4 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ニコチン酸アミド，リボフラビン，ピリドキシンの順に溶出し，隣接しているピークの分離度はそれぞれ 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニコチン酸アミド，リボフラビン及びピリドキシンのピーク面積の相対標準偏差は，それぞれ 2.0% 以下である。

#### 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
パントテン酸カルシウム	100 mg/g	15 分	85%以上
リボフラビン	3 mg/g		70%以上
ピリドキシリン塩酸塩	30 mg/g		80%以上
ニコチン酸アミド	15 mg/g		80%以上

パントテン酸カルシウム標準品 パントテン酸カルシウム(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，窒素(N：14.01)5.83～5.94%を含むもの。

リボフラビン標準品 リボフラビン(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，リボフラビン(C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>)99.0%以上を含むもの。

ピリドキシリン塩酸塩標準品 ピリドキシリン塩酸塩(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，ピリドキシリン塩酸塩(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>·HCl)99.0%以上を含むもの。

ニコチン酸アミド標準品 ニコチン酸アミド(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，ニコチン酸アミド(C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O)99.0%以上を含むもの。

## フェロジピン錠 Felodipine Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にポリソルベート 80 1g に水を加えて 5000mL とした液 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、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 を除き、次のろ液  $V$  mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にフェロジピン( $C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$ )約 2.8 $\mu$ g を含む液となるようにポリソルベート 80 1g に水を加えて 5000mL とした液を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にフェロジピン標準品約 28mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ポリソルベート 80 1g に水を加えて 5000mL とした液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のフェロジピンのピーク面積  $A_T$  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。

フェロジピン( $C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)  
$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$$

$W_S$  : フェロジピン標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1錠中のフェロジピン( $C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$ )の表示量(mg)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 238 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/水/過塩素酸ナトリウム溶液(281 $\rightarrow$ 2000)/薄めた過塩素酸(17 $\rightarrow$ 200)混液(65 : 25 : 8 : 2)

流量 : フェロジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フェロジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フェロジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2.5mg	45分	80%以上
5mg	45分	75%以上

フェロジピン標準品  $C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$  : 384.25 (±)4-(2,3-ジクロロフェニル)-1,4-ジヒドロ-2,6-ジメチル-3,5-ピリジンジカルボン酸 エチルエステル メチルエステルで、次の規格に適合するもの。必要ならば下記の方法で精製する。

精製法 本品を2-プロパノール/水混液を用いて再結晶する。

性状 本品は微黄白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3370\text{cm}^{-1}$ 、 $1698\text{cm}^{-1}$ 、 $1278\text{cm}^{-1}$ 、 $1205\text{cm}^{-1}$  及び  $1100\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 12mg を移動相 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフェロジピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフェロジピンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264 nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/過塩素酸ナトリウム溶液(281→2000)/薄めた過塩素酸(17→200)混液(65 : 25 : 8 : 2)

流量：フェロジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からフェロジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL とする。

この液 20 $\mu$ L から得たフェロジピンのピーク面積が、標準溶液のフェロジピンのピーク面積の 7~13% になることを確認する。

システムの性能：本品 25mg をとり、パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1→3000)5mL を加え、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸ブチル、フェロジピンの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，フェロジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

含量 99.5%以上. 定量法 本品約 0.25g を精密に量り，エタノール(95)25mL 及び薄めた過塩素酸(17 $\rightarrow$ 200)25mL を加えてよく振り混ぜて溶かし，0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液で滴定 (2.50) する(指示薬：1,10-フェナントロリン試液 5 滴). ただし，滴定の終点は液のだいたい色が無色になるときとする. 同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液 1mL

=19.21mg  $C_{18}H_{19}Cl_2NO_4$

## マブテロール塩酸塩錠 Mabuterol Hydrochloride 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50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 $\mu$ 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を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にマブテロール塩酸塩(C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>ClF<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O·HCl)約28ngを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にマブテロール塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60°Cで3時間減圧乾燥し、その約28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液200 $\mu$ 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、それぞれの液のマブテロールのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

マブテロール塩酸塩(C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>ClF<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O·HCl)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<sub>S</sub> : マブテロール塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のマブテロール塩酸塩(C<sub>13</sub>H<sub>18</sub>ClF<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O·HCl)の表示量( $\mu$ g)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 244nm)

カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40°C付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液(3 : 2)に過塩素酸を加えてpH3.0に調整する。

流量 : マブテロールの保持時間が約6分になるように調整する。

### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液200 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、マブテロール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200 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、マブテロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25 $\mu$ g	15分	80%以上
50 $\mu$ g	15分	80%以上

マブテロール塩酸塩標準品 「マブテロール塩酸塩」。ただし、次に示す方法により精製したもので、下記の規格に適合するもの。

精製法 マブテロール塩酸塩を 2-プロパノールを用いて 3 回再結晶を行った後、石油エーテルで洗浄し、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥する。

吸光度 〈2.24〉  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(245\text{nm})$ : 369~373(乾燥後, 10mg, 薄めたメタノール(1→2), 500mL).  $E_{1\text{cm}}^{1\%}(306\text{nm})$ : 109~113(乾燥後, 10mg, 薄めたメタノール(1→2), 500mL).  
ただし、デシケータ (減圧, 酸化リン (V), 60°C) で3時間乾燥したもの。

含量 99.0%以上. 定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 80mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する(電位差滴定). 同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 34.72 mg  $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$



**レボドパ 100mg・ベンセラジド塩酸塩 28.5mg 錠**  
**Levodopa 100mg and Benserazide Hydrochloride 28.5mg 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50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 $\mu$ 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を除き、次のろ液6mLを正確に量り、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 80)を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 200)に溶かし、正確に20mLとし、標準原液(1)とする。また、ベンセラジド塩酸塩標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定で水分〈2.48〉を測定しておく。ただし、水分測定用メタノールの代わりに、サリチル酸の水分測定用メタノール溶液(3 $\rightarrow$ 20)を用いる。)約16mgを精密に量り、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 200)に溶かし、正確に50mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)6mLずつを正確に量り、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 200)を加え正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ 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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ 並びにベンセラジドのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Sb}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 450$$

ベンセラジド塩酸塩( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 180$$

$W_{Sa}$  : レボドパ標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : 脱水物に換算したベンセラジド塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$C_a$  : 1錠中のレボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1錠中のベンセラジド塩酸塩( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

カラム : 内径 6.0mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かして 1000mL とした液に、

リン酸 11.53g を水に溶かして 1000mL とした液を加え, pH2.8 に調整する.  
流量: ベンセラジドの保持時間が約 5 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 50 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, ベンセラジド, レボドパの順に溶出し, その分離度は 3 以上である.

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, レボドパ及びベンセラジドの各々のピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である.

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
レボドパ	100mg	30 分	80%以上
ベンセラジド塩酸塩	28.5mg		75%以上

レボドパ標準品 レボドパ (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, レボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )99.0%以上を含むもの.

ベンセラジド塩酸塩標準品 ベンセラジド塩酸塩(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, ベンセラジド塩酸塩( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの.

## 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  $0.45\mu m$  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 $\mu$ 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  $10\mu m$  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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>CINO<sub>2</sub>S)約28 $\mu$ 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 $\mu$ 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<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>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<sub>6</sub>H<sub>14</sub>CINO<sub>2</sub>S)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<sub>S</sub> : 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(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>CINO<sub>2</sub>S)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 $\mu$ 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 $\mu$ 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 $\mu$ 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<sub>6</sub>H<sub>14</sub>ClNO<sub>2</sub>S) 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。