

L-システイン 320mg/g 散剤

溶出試験

本品の表示量に従いL-システイン(C₃H₇NO₂S)約0.08gに対応する量を精密に量り、試験液に水900mL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。溶出試験開始15分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm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5mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液(300:200:1)を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にL-システイン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約0.022g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50mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液(300:200:1)を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL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L-システインのピーク面積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。

L-システイン(C₃H₇NO₂S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S: L-システイン標準品の量 (mg)

W_T: 本品の秤取量 (g)

C: 1g中のL-システイン(C₃H₇NO₂S)の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 210nm)

カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μmの液体クロマトグラフ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℃付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム1.5gを水700mL及びアセトニトリル300mLに溶かし、リン酸1mLを加える。

流量: L-システインの保持時間が約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10μLにつき、上記の条件で操作するとき、L-システイ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、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液10μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、L-システインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

L-システイン標準品 C₃H₇NO₂S: 121.16 (R)-2-アミノ-3-メルカプトプロピオン酸で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なにおい及び味がある。
確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960cm^{-1} 、 2550cm^{-1} 、 2080cm^{-1} 、 1587cm^{-1} 及び 1545cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$: $+7.0\sim+9.5^{\circ}$ (乾燥後, 4g, 1mol/L 塩酸試液, 50mL, 100mm)。

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.10g を *N*-エチルマレイミド溶液 (1→50) 10mL に溶かし、30 分間放置し、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $5\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を 80°C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧した後、 80°C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 3 時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水 20mL に溶かし、更にヨウ化カリウム 4g を加えて溶かす。次に希塩酸 5mL 及び 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を加えて氷水中で 20 分間暗所に放置した後、過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 12.116mg $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S}$

L-システイン 40mg 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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、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 を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (300 : 200 : 1) を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に L-システイン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g 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 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (300 : 200 : 1) を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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 L-システインのピーク面積 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。

L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : L-システイン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 210nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 1.5g を水 700mL 及びアセトニトリル 300mL に溶かし、リン酸 1mL を加える。

流量 : L-システインの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、L-システイ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、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、L-システインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

L-システイン標準品 $C_3H_7NO_2S$: 121.16 (*R*)-2-アミノ-3-メルカプトプロピオン酸で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なにおい及び味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} , 2550 cm^{-1} , 2080 cm^{-1} , 1587 cm^{-1} 及び 1545 cm^{-1} 付近

に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +7.0~+9.5° (乾燥後, 4g, 1mol/L 塩酸試液, 50mL, 100mm)。

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.10g を *N*-エチルマレイミド溶液 (1→50) 10mL に溶かし, 30 分間放置し, 試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後, 薄層板を 80°C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧した後, 80°C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 3 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 水 20mL に溶かし, 更にヨウ化カリウム 4g を加えて溶かす。次に希塩酸 5mL 及び 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を加えて氷水中で 20 分間暗所に放置した後, 過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL=12.116mg $C_3H_7NO_2S$

L-システイン 80mg 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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、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 を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (300 : 200 : 1) を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に L-システイン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g 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 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (300 : 200 : 1) を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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 L-システインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_s : L-システイン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 210nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 1.5g を水 700mL 及びアセトニトリル 300mL に溶かし、リン酸 1mL を加える。

流量 : L-システインの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、L-システイ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、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、L-システインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

L-システイン標準品 $C_3H_7NO_2S$: 121.16 (*R*)-2-アミノ-3-メルカプトプロピオン酸で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、特異なにおい及び味がある。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} , 2550 cm^{-1} , 2080 cm^{-1} , 1587 cm^{-1} 及び 1545 cm^{-1} 付近

に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +7.0~+9.5° (乾燥後, 4g, 1mol/L 塩酸試液, 50mL, 100mm)。

純度試験 他のアミノ酸 本品 0.10g を *N*-エチルマレイミド溶液 (1→50) 10mL に溶かし, 30 分間放置し, 試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後, 薄層板を 80°C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1→50) を均等に噴霧した後, 80°C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 3 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し, その約 0.2g を精密に量り, 水 20mL に溶かし, 更にヨウ化カリウム 4g を加えて溶かす。次に希塩酸 5mL 及び 0.05mol/L ヨウ素液 25mL を加えて氷水中で 20 分間暗所に放置した後, 過量のヨウ素を 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL=12.116mg $C_3H_7NO_2S$