

L-システイン散 L-Cysteine Powder

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従い L-システイン ($C_3H_7NO_2S$) 約 80mg 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、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 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 22mg 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ィー 〈2.01〉 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 360$$

W_S : L-システイン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 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 $5\mu m$ 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 : 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
320mg/g	15分	85%以上

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ある。

確認試験 本品を乾燥し、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 2960cm⁻¹、2550cm⁻¹、2080cm⁻¹、1587cm⁻¹及び 1545cm⁻¹付近に吸収を認める。

旋光度〈2.49〉 [α]_D²⁰ : +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ィー〈2.03〉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ィー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〈2.41〉 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〈2.50〉する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1mL = 12.12mg C₃H₇NO₂S

L-システイン錠

L-Cysteine 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 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にL-システイン(C₃H₇NO₂S)約44 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、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22mg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ィー〈2.01〉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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

L-システイン(C₃H₇NO₂S)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 180$$

W_S : L-システイン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中の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5 μ 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 $^{\circ}$ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	15分	85%以上
80mg	15分	75%以上

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ある。

確認試験 本品を乾燥し、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 2960cm⁻¹、2550cm⁻¹、2080cm⁻¹、1587cm⁻¹及び 1545cm⁻¹付近に吸収を認める。

旋光度 〈2.49〉 [α]_D²⁰ : +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ィー 〈2.03〉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ィー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 〈2.41〉 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 〈2.50〉する (指示薬: デンプン試液 1mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05mol/L ヨウ素液 1mL = 12.12mg C₃H₇NO₂S