

○日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

(平成20年5月26日)  
(薬食発第0526017号)

(各都道府県知事あて厚生労働省医薬食品局長通知)

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成13年12月25日付け医薬発第1411号厚生労働省医薬局長通知により定めているところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を別添のとおり取りまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

ドキサゾシンメシル酸塩錠

Doxazosin Mesilate Tablets

溶出性〈6. 10〉 本品1個をとり、試験液にpH4. 0の0. 05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液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. 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にドキサゾシン(C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>)約0. 56μgを含む液となるようにpH4. 0の0. 05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確にV' mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール5mLを正確に加えて、試料溶液とする。別にドキサゾシンメシル酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し、その約21mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、pH4. 0の0. 05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL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、それぞれの液のドキサゾシンのピーク面積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。

ドキサゾシン(C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>)の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (72 / 25) \times 0. 824$

W<sub>S</sub>: ドキサゾシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のドキサゾシン(C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 246nm)

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℃付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム3. 4gを水500mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3. 0に調整する。この液450mLにメタノール550mLを加える。

流量: ドキサゾシンの保持時間が約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20μLにつき、上記の条件で操作するとき、ドキサゾシ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2000段以上、2. 0以下である。

システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ドキサゾシ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
0. 5mg	15分	70%以上
1mg	15分	75%以上
2mg	15分	75%以上
4mg	15分	75%以上

\*ドキサゾシンとして

ドキサゾシンメシル酸塩標準品 C<sub>23</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>・CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S (±)—1—(4—アミノ—6, 7—ジメトキシ—2—キナゾリニル)—4—(1, 4—ベンジジオキサン—2—イルカルボニル)ピペラジンメタンシルホン酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～帯黄白色の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〉のペースト法により測定するとき、波数3180cm<sup>-1</sup>, 1662cm<sup>-1</sup>, 1598cm<sup>-1</sup>, 1271cm<sup>-1</sup>, 1118cm<sup>-1</sup>及び1043cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

類縁物質 本品20mgをメタノール/酢酸(100)混液(1: 1)5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(1: 1)を加えて正確に200mL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5μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて

調製した薄層板にスポットする。次に4—メチル—2—ペンタノン／酢酸(100)／水混液(2 : 1 : 1)の上層を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、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> 1.0%以下(1g, 105°C, 4時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、水20mLを加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム試液5mLを加え、クロロホルム20mLずつで3回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、無水酢酸50mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定<2. 50>する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液2滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1mL=54.76mg  $C_{23}H_{25}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

エルゴタミン酒石酸塩・無水カフェイン・イソプロピルアンチピリン錠

Ergotamine Tartrate, Anhydrous Caffeine and Isopropylantipyrine 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0.45μm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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にエルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )約0.5μg、無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )約25μg及びイソプロピルアンチピリン( $C_{14}H_{18}N_2O$ )約150μgを含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を60°Cで4時間減圧乾燥し、その約50mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mLとし、標準原液(1)とする。また、無水カフェイン標準品を80°Cで4時間乾燥し、その約50mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50mLとし、標準原液(2)とする。また、イソプロピルアンチピリン標準品をシリカゲルを乾燥剤として5時間減圧乾燥し、その約60mgを精密に量り、移動相に溶かし、これに標準原液(1)2mL及び標準原液(2)10mLを正確に加えた後、移動相を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mL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ィー<2. 01>により試験を行い、エルゴタミン酒石酸塩のピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ 、カフェインのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Sb}$ 並びにイソプロピルアンチピリンのピーク面積 $A_{Tc}$ 及び $A_{Sc}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (V' / V) \times (1 / C_a) \times (9 / 10)$

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (V' / V) \times (1 / C_b) \times 45$

イソプロピルアンチピリン( $C_{14}H_{18}N_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_{Sc} \times (A_{Tc} / A_{Sc}) \times (V' / V) \times (1 / C_c) \times 225$

$W_{Sa}$  : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sc}$  : イソプロピルアンチピリン標準品の秤取量(mg)

$C_a$  : 1錠中のエルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1錠中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

$C_c$  : 1錠中のイソプロピルアンチピリン( $C_{14}H_{18}N_2O$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：290nm)

蛍光光度計(励起波長：320nm, 蛍光波長：388nm)

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ィー用ブチ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：リン酸1.36mLを量り、水を加えて2000mLとする。この液1500mLにアセトニトリル500mLを加える。

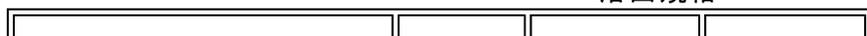
流量：カフェインの保持時間が約2.7分になるように調整する。

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、蛍光検出においてはエルゴタミン酒石酸塩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、2.5以下である。紫外吸光検出においてはカフェイン、イソプロピルアンチピリンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

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、エルゴタミン酒石酸塩、カフェイン及びイソプロピルアンチピリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ3.0%以下である。

溶出規格



	表示量	規定時間	溶出率
エルゴタミン酒石酸塩	0.5mg	45分	70%以上
無水カフェイン	25mg		80%以上
イソプロピルアンチピリン	150mg		80%以上
エルゴタミン酒石酸塩	1mg	30分	70%以上
無水カフェイン	50mg		80%以上
イソプロピルアンチピリン	300mg		80%以上

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩(日局)。

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )99.0%以上を含むもの。

イソプロピルアンチピリン標準品 イソプロピルアンチピリン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、イソプロピルアンチピリン( $C_{14}H_{18}N_2O$ )99.0%以上を含むもの。

ヒドロキシジン塩酸塩錠

Hydroxyzine Hydrochloride Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分100回転で試験を行う。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<sub>m</sub>Lを正確に量り、表示量に従い1mL中にヒドロキシジン塩酸塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ )約11 $\mu$ gを含む液となるようにpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長232nmにおける吸光度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。

ヒドロキシジン塩酸塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_s \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$

W<sub>s</sub>: ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のヒドロキシジン塩酸塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ )の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	90分	75%以上
25mg	180分	75%以上

ヒドロキシジン塩酸塩標準品 ヒドロキシジン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ )99.0%以上を含むもの。

ジアゼパム散

Diazepam Powder

溶出性a〈6.10〉 本品の表示量に従いジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )約10mg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100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とする。別にジアゼパム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mL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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度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。

ジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_s / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W<sub>s</sub>: ジアゼパム標準品の秤取量(mg)

W<sub>T</sub>: 本品の秤取量(g)

C: 1g中のジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量(mg)

溶出規格a

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	120分	70%以上

溶出性b〈6.10〉 本品の表示量に従いジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )約10mg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 μm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2mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にジアゼパム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mLとする。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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 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。

ジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

$W_S$ : ジアゼパム標準品の秤取量(mg)

$W_T$ : 本品の秤取量(g)

$C$ : 1g中のジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量(mg)

溶出規格b

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	60分	70%以上

### ジアゼパム錠

#### Diazepam Tablets

溶出性a〈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100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 μm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中にジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )約2.2 μg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。別にジアゼパム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mLとする。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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 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。

ジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

$W_S$ : ジアゼパム標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量(mg)

溶出規格a

表示量	規定時間	溶出率
2mg	90分	75%以上
5mg	90分	75%以上
10mg	120分	70%以上

溶出性b〈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 μm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中にジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )約2.2 μg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。別にジアゼパム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に100mLとする。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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 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。

ジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

$W_S$ : ジアゼパム標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のジアゼパム( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量(mg)

溶出規格b

表示量	規定時間	溶出率
2mg	60分	75%以上
5mg	60分	75%以上

グリチルリチン酸モノアンモニウム 35mg・グリシン 25mg・DL—メチオニン 25mg 錠

Monoammonium Glycyrrhizinate 35mg, Glycine 25mg, DL-Methionine 25mg 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 μm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)とする。試料溶液

(1) 1mLを正確に量り、水を加えて、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。

#### グリチルリチン酸

グリチルリチン酸標準品約25mg(別途、水分〈2.48〉を測定しておく。)を精密に量り、希エタノールに溶かし正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、希エタノールを加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。

試料溶液(1)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、それぞれの液のグリチルリチン酸のピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ を測定する。

グリチルリチン酸( $C_{42}H_{62}O_{16}$ )の表示量に対する溶出率(%)= $W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 90$

$W_{Sa}$ : 脱水物に換算したグリチルリチン酸標準品の秤取量(mg)

$C_a$ : 1錠中のグリチルリチン酸( $C_{42}H_{62}O_{16}$ )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: 20 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: 薄めた酢酸(31)(1 $\rightarrow$ 15)/アセトニトリル混液(3:2)

流量: グリチルリチン酸の保持時間が約10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: グリチルリチン酸標準品5mgを希エタノールに溶かして20mLとする。この液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、グリチルリチ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、グリチルリチン酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

#### グリシン・DL-メチオニン

グリシン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、グリシン標準原液とする。別にDL-メチオニン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、DL-メチオニン標準原液とする。グリシン標準原液及びDL-メチオニン標準原液1mLずつを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液(2)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、それぞれの液のグリシン、DL-メチオニンのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Tc}$ 、 $A_{Sb}$ 及び $A_{Sc}$ を測定する。

グリシン( $C_2H_5NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)= $W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 90$

DL-メチオニン( $C_5H_{11}NO_2S$ )の表示量に対する溶出率(%)= $W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 90$

$W_{Sb}$ : グリシン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sc}$ : DL-メチオニン標準品の秤取量(mg)

$C_b$ : 1錠中のグリシンの表示量(mg)

$C_c$ : 1錠中のDL-メチオニンの表示量(mg)

#### 試験条件

検出器: 蛍光光度計(励起波長: 350nm, 蛍光波長: 450nm)

カラム: 内径6.0mm, 長さ10cmのステンレス管に5 $\mu$ mのポリスチレンにスルホン酸残基を結合した高速液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度: 60 $^{\circ}$ C付近の一定温度

反応コイル: 内径0.5mm, 長さ2mのステンレス管

反応コイル温度: 60 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: クエン酸-水和物8.4g及びクエン酸三ナトリウム二水和物11.8gを水に溶かし、正確に1000mLとする。

反応試薬: N-アセチル-L-システイン1g及び0-フタルアルデヒド0.8gをエタノール(99.5)に溶かし15mLとする。この液に、10%ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル溶液4mLを加え、炭酸ナトリウム384m mol/L, ホウ酸216m mol/L及び硫酸カリウム108m mol/Lを含む水溶液を加えて正確に1000mLとする。

移動相流量: 毎分0.4mL

反応試液流量: 毎分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、上記の条件で操作するとき、グリシン、DL-メチオニンの順に溶出し、その分離度が1.5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、グリシン及びDL-メチオニ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