

I. 個別分析法

ヨードスルフロンのメチルナトリウム塩の測定方法

(1) 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

(2) 試薬試液

アセトニトリル: 高速液体クロマトグラフ用又はこれと同等のもの

水: 蒸留水又は精製水

りん酸: 特級

ヨードスルフロンのメチルナトリウム塩標準品

(3) 試験溶液の調製

試料6mLを20mLの全量フラスコに量り取り、アセトニトリル4mLを加え、アセトニトリル/水(4:6)混液で標線まで加えて、試験溶液とする。

(4) 高速液体クロマトグラフの操作条件

カラム: シリカゲルにオクタデシルシランを化学的に結合させたものを内径2~6 mm、長さ15~30 cmのステンレス管に充てんしたもの又はこれと同等の分離性能を有するものを用いる。

カラム槽温度: 温度40°C

溶離液: アセトニトリル及び0.01 Mりん酸水溶液の4:6混液を用い、ヨードスルフロンのメチルナトリウム塩が7~9分で流出するように流速を調整する。

検出器: 波長233nmで測定する。

感度: ヨードスルフロンのメチルナトリウム塩の2ngが十分確認できるように感度を調整する。

(5) 検量線の作成

ヨードスルフロンのメチルナトリウム塩標準品より1000mg/Lのアセトニトリル溶液を調製し、この溶液をアセトニトリルで希釈して0.01~0.4mg/L溶液を数点調製し、それぞれ200 μ Lずつ高速液体クロマトグラフに注入し、ピーク高又はピーク面積を測定し検量線を作成する。

(6) 定量試験

試験溶液から200 μ Lを取り、高速液体クロマトグラフに注入し、(5)の検量線によりヨードスルフロンのメチルナトリウム塩の重量を求め、これに基づき、試料中のヨードスルフロンのメチルナトリウム塩ナトリウム塩の濃度を算出する。