

臭化プリフィニウム錠 Prifinium Bromide Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 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中に臭化プリフィニウム(C₂₂H₂₈BrN)約17 μ g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。別に臭化プリフィニウム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.017g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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、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。

臭化プリフィニウム(C₂₂H₂₈BrN)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : 臭化プリフィニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中の臭化プリフィニウム(C₂₂H₂₈BrN)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15mg	90分	80%以上

臭化プリフィニウム標準品 「臭化プリフィニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化プリフィニウム(C₂₂H₂₈BrN)99.0%以上を含むもの。

臭化メペンゾラート錠 Mepenzolate Bromide Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 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中に臭化メペンゾラート(C₂₁H₂₆BrNO₃)約8.3 μ g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。別に臭化メペンゾラート標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.021gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液4mL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50 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、それぞれの液のメペンゾラートのピーク面積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。

臭化メペンゾラート(C₂₁H₂₆BrNO₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : 臭化メペンゾラート標準品の量(mg)

C : 1錠中の臭化メペンゾラート(C₂₁H₂₆BrNO₃)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 258nm)

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 : 25°C付近の一定温度

移動相 : 過塩素酸ナトリウム14.0gを水1000mLに溶かした後、薄めた過塩素酸(17 \rightarrow 2000)を加え、pH3.0に調整する。この液550mLに液体クロマトグラフ用アセトニトリル450mLを加える。

流量 : メペンゾラートの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メペンゾラートのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メペンゾラートのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
7.5mg	15分	80%以上

ナパジシル酸アクラトニウムカプセル Aclatonium Napadisilate Capsules

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(ただし、シンカーを用いる)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中にナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)約28 μ g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。別にナパジシル酸アクラトニウム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、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50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 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、それぞれの液のアクラトニウムのピーク面積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。

ナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : ナパジシル酸アクラトニウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)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4.6 mm, 長さ15 cm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°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2gを水/アセトニトリル/0.2mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(7 : 2 : 1)1000 mLに溶かす。

流量 : アクラトニウムの保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アクラトニウム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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アクラトニウム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
25mg	30分	80%以上
50mg	30分	80%以上

ナパジシル酸アクラトニウム標準品 「ナパジシル酸アクラトニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ナパジシル酸アクラトニウム($C_{30}H_{46}N_2O_{14}S_2$)99.0%以上を含むもの。

ヨウ化オキサピウム顆粒 Oxapium Iodide Granules

溶出試験 本品の表示量に従いヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)約0.01g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、次のろ液を試料溶液とする。別にヨウ化オキサピウム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、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 100 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、それぞれの液のオキサピウムのピーク面積 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。

ヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : ヨウ化オキサピウム標準品の量(mg)

W_T : ヨウ化オキサピウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)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 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°C 付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸 5mL にトリエチルアミン 5mL 及び水を加えて 50mL とした液に、アセトニトリル 500mL、緩衝液用 1mol/L リン酸水素二カリウム試液 35mL 及び水 415mL を加える。

流量：オキサピウムの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキサピウム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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキサピウム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
20mg/g	15分	80%以上

ヨウ化オキサピウム錠 Oxapium Iodide Tablets

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中にヨウ化オキサピウム(C₂₂H₃₄INO₂)約11μg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。別にヨウ化オキサピウム標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、水に溶かし、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100μL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、それぞれの液のオキサピウムのピーク面積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。

ヨウ化オキサピウム(C₂₂H₃₄INO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : ヨウ化オキサピウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のヨウ化オキサピウム(C₂₂H₃₄INO₂)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°C付近の一定温度

移動相 : メタンサルホン酸 5mL にトリエチルアミン 5mL 及び水を加えて50mLとした液に、アセトニトリル 500mL, 緩衝液用 1mol/L リン酸水素二カリウム試液 35mL 及び水 415mL を加える。

流量 : オキサピウムの保持時間が約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 100μLにつき、上記の条件で操作するとき、オキサピウム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 100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキサピウム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
10mg	30分	80%以上

酢酸パラメタゾン錠 Paramethasone Acetate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 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中に酢酸パラメタゾン(C₂₄H₃₁FO₆)約2.2 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、メタノールを加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に酢酸パラメタゾン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水10mLを正確に加え、メタノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 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、それぞれの液の酢酸パラメタゾンのピーク面積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。

酢酸パラメタゾン(C₂₄H₃₁FO₆)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : 酢酸パラメタゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸パラメタゾン(C₂₄H₃₁FO₆)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

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°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : 酢酸パラメタゾンの保持時間が約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 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、酢酸パラメタゾ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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返

すとき、酢酸パラメタゾ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
2mg	30分	80%以上

酢酸パラメタゾン標準品 $C_{24}H_{31}FO_6$: 434.50 6 α -フルオロ-16 α -メチルプレドニゾン 21-アセテートで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 酢酸パラメタゾン5gをアセトン50mL及びテトラヒドロフラン15mLに溶かし、ろ過する。ろ液にヘキサン150mLを加え、析出した結晶を減圧ろ取り、ジエチルエーテル100mLで2回洗う。同様の操作を1回繰り返す。得られた結晶を60°Cで3時間減圧乾燥する。結晶2gを4-メチル-2-ペンタノン50mLに加温して溶かし、4-メチル-2-ペンタノンを減圧留去した後、105°Cで4時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長241~243nmに吸収の極大を示す。
- (2) 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3400 cm^{-1} 、1750 cm^{-1} 、1730 cm^{-1} 、1660 cm^{-1} 、1620 cm^{-1} 、1600 cm^{-1} 及び1230 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +95.0~+103.0° (乾燥後, 0.1g, メタノール, 10mL, 100mm).

類縁物質 本品0.025gを水/アセトニトリル混液(1:1)50mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液の酢酸パラメタゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の1/4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 : 254nm)

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填する。

カラム温度 : 40°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液(14 : 3 : 3)

流量：酢酸パラメタゾンの保持時間が約 15 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酢酸パラメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 20 μ L から得た酢酸パラメタゾンのピーク面積が標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の 10~30%になることを確認する。

システムの性能：酢酸パラメタゾン 0.02g を安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1 \rightarrow 50)5mL に溶かし、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて 100mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸パラメタゾン、安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸パラメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

乾燥減量 1.0%以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

フッ素含量 本品を乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5mL 及び水 20mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行うとき、フッ素(F:19.00)の量は、4.2~4.6%である。

ベタメタゾン散 Betamethasone Powder

溶出試験 本品の表示量に従いベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約 0.5mg 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、次のろ液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 とする。更にこの液 4mL 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 100 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、それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積 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。

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_S : ベタメタゾン標準品の量(mg)

W_T : ベタメタゾン散の秤取量(g)

C : 1g 中のベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 241nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/水混液(3 : 2)

流量 : ベタメタゾンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾ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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベタメタゾ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
1mg/g	15分	80%以上

ベタメタゾン錠 Betamethasone Tablets

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中にベタメタゾン(C₂₂H₂₉FO₅)約0.56 μ g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。別にベタメタゾン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノールに溶かし、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とする。更にこの液4mL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100 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、それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積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。

ベタメタゾン(C₂₂H₂₉FO₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : ベタメタゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベタメタゾン(C₂₂H₂₉FO₅)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 241nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : メタノール/水混液(3 : 2)

流量 : ベタメタゾンの保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾ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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ベタメタゾ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	30分	85%以上

メチルプレドニゾン錠 Methylprednisolone Tablets

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中にメチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)約2.2 μ g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。別にメチルプレドニゾン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールに溶かし、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50 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、それぞれの液のメチルプレドニゾンのピーク面積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。

メチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : メチルプレドニゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中のメチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)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3.9mm, 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 : 25°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : メチルプレドニゾンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メチルプレドニゾ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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メチルプレドニゾ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
2mg	30分	80%以上
4mg	30分	85%以上

メチルプレドニゾン標準品 メチルプレドニゾン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, メチルプレドニゾン($C_{22}H_{30}O_5$)99.0%以上を含むもの.

アセタゾラミド錠 Acetazolamide Tablets

溶出試験 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、溶出試験法第2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 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 中にアセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)約 14 μ 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。別にアセタゾラミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、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 100mL 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、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 266nm 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。

アセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : アセタゾラミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	90分	75%以上

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

アゾセミド錠 Azosemide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)約 33 μ g を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V'mL とする。この液 8mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にアゾセミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 50mL とする。この液 15mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液/薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)混液(3 : 2)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 274nm 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。

アゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 135$$

W_s : アゾセミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	60 分	70%以上
60mg	90 分	70%以上

アゾセミド標準品 「アゾセミド」.