

## フェンプロバメート錠 Phenprobamate 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 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフェンプロバメート(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)約0.22mg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。別にフェンプロバメート標準品をシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノール5mLに溶かした後、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により試験を行い、波長260nm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。

フェンプロバメート(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W<sub>s</sub> : フェンプロバメート標準品の量(mg)

C : 1錠中のフェンプロバメート(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量   | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 200mg | 90分  | 75%以上 |

フェンプロバメート標準品 「フェンプロバメート」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フェンプロバメート(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub>)99.0%以上を含むもの。

## メシル酸プリジノール錠 Pridinol Mesilate 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 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にメシル酸プリジノール(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>NO $\cdot$ CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)約4.4 $\mu$ 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20mLを正確に量り、pH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にメシル酸プリジノール標準品を105 $^{\circ}$ Cで3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2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液20mLを正確に量り、pH5.0の1mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ 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、それぞれの液のプリジノールのピーク面積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。

メシル酸プリジノール(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>NO $\cdot$ CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W<sub>S</sub> : メシル酸プリジノール標準品の量(mg)

C : 1錠中のメシル酸プリジノール(C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>NO $\cdot$ CH<sub>4</sub>O<sub>3</sub>S)表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 215nm)

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 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.05gをメタノール/薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 1000)混液(3 : 2)に溶かし, 1000mLとする。

流量 : プリジノールの保持時間が約8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 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, プリジノール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50 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返す

とき、プリジノール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   |
|-----|------|-------|
| 4mg | 30分  | 80%以上 |

## メトカルバモール顆粒 Methocarbamol Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いメトカルバモール( $C_{11}H_{15}NO_5$ )約 0.75g 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 $\mu$ 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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にメトカルバモール標準品を 60°C で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、200mL 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 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。

メトカルバモール( $C_{11}H_{15}NO_5$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 4500$$

$W_s$  : メトカルバモール標準品の量(mg)

$W_T$  : メトカルバモール顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のメトカルバモール( $C_{11}H_{15}NO_5$ )の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 900mg/g | 15 分 | 85%以上 |

## 塩化ベルベリン散 Berberine Chloride Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩化ベルベリン二水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ )約 0.1g 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 $\mu$ 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 100mL とし、試料溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品 (別途本品 0.1g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約 0.023g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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 262nm 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。

塩化ベルベリン二水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450 \times 1.097$$

$W_s$  : 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩化ベルベリン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩化ベルベリン二水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 2H_2O$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量*    | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 100mg/g | 30 分 | 70%以上 |

\*塩化ベルベリン二水和物として

## 塩化ベルベリン錠 Berberine Chloride Tablets

**溶出試験 a** 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩化ベルベリン三水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 3H_2O$ )約 5.6 $\mu$ 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。別に塩化ベルベリン標準品 (別途本品 0.1g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく) 約 0.014g 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262nm 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 a を満たすときは適合とする。

塩化ベルベリン三水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.145$$

$W_s$  : 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩化ベルベリン三水和物( $C_{20}H_{18}ClNO_4 \cdot 3H_2O$ )の表示量(mg)

### 溶出規格 a

| 表示量* | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 50mg | 90 分 | 80%以上 |

\*塩化ベルベリン三水和物として

**溶出試験 b** 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩化ベルベリン無水物( $C_{20}H_{18}ClNO_4$ )約 6.7 $\mu$ 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。別に塩化ベルベリン標準品 (別途本品 0.1g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく) 約 0.019g 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262nm 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 b を満たすときは適合とする。

塩化ベルベリン無水物( $C_{20}H_{18}ClNO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 脱水物に換算した塩化ベルベリン標準品の量(mg)

$C$  : 1錠中の塩化ベルベリン無水物( $C_{20}H_{18}ClNO_4$ )の表示量(mg)

溶出規格 b

| 表示量*  | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 100mg | 15分  | 70%以上 |

\*塩化ベルベリン無水物として

## ピコスルファートナトリウム顆粒

### Sodium Picosulfate Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ ) 約 7.5mg 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 0.5 $\mu$ 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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途本品 0.5g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約 0.027g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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 100 $\mu$ 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、それぞれの液のピコスルファートのピーク面積  $A_T$  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。

ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{8} \times 1.037$$

$W_S$  : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

$W_T$  : ピコスルファートナトリウム顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 265nm)

カラム : 内径 4.0mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 無水リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし、酢酸(100)を加え、pH4.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 600mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量 : ピコスルファートの保持時間が約 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファ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 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返



すとき、ピコスルファート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/g | 15分  | 85%以上 |

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの。

## ピコスルファートナトリウム錠

### Sodium Picosulfate 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 $\mu$ 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'mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)約1.1 $\mu$ 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。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途本品0.5gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約0.022gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mL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100 $\mu$ 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、それぞれの液のピコスルファートのピーク面積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。

ピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2} \times 1.037$$

W<sub>s</sub> : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 265 nm)

カラム : 内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ 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 : 無水リン酸水素二ナトリウム2.84gを水800mLに溶かし、酢酸(100)を加え、pH4.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液600mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量 : ピコスルファートの保持時間が約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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファ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2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ピコスルファート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   | 15分  | 75%以上 |
| 2.5mg | 15分  | 80%以上 |
| 7.5mg | 15分  | 85%以上 |

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, ピコスルファートナトリウム ( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの.

## ピコスルファートナトリウムカプセル

### Sodium Picosulfate 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V'mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)約1.1 $\mu$ 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。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途本品0.5gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約0.022gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mL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100 $\mu$ 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、それぞれの液のピコスルファートのピーク面積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。

ピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2} \times 1.037$$

W<sub>s</sub>: 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

C: 1 カプセル中のピコスルファートナトリウム(C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NNa<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 265nm)

カラム: 内径4.0mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ 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: 25°C付近の一定温度

移動相: 無水リン酸水素二ナトリウム2.84gを水800mLに溶かし、酢酸(100)を加え、pH4.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液600mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量: ピコスルファートの保持時間が約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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファ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2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返

すとき、ピコスルファート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   |
|-------|------|-------|
| 2.5mg | 30分  | 85%以上 |

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局). ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの。

# ピコスルファートナトリウムドライシロップ

## Sodium Picosulfate Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ ) 約 7.5mg 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 $\mu$ 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。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途本品 0.5g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)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 100 $\mu$ 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、それぞれの液のピコスルファートのピーク面積  $A_T$  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。

ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.037$$

$W_S$  : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

$W_T$  : ピコスルファートナトリウムドライシロップの秤取量(g)

$C$  : 1g 中のピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 265nm)

カラム : 内径 4.0mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 : 無水リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし、酢酸(100)を加えて pH4.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 600mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量 : ピコスルファートの保持時間が約 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファ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 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、ピコスルファート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/g | 15分  | 85%以上 |

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局). ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム( $C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの。

## マンデル酸ヘキサミン腸溶錠 Hexamine Mandelate Enteric-coated Tablets

### 溶出試験

[pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にマンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )約 0.28mg を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 $\mu$ 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、それぞれの液のマンデル酸のピーク面積  $A_T$  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。

マンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_s$  : マンデル酸ヘキサミン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のマンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 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 $\rightarrow$ 2)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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にマンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )約 0.28mg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 $\rightarrow$ 2)を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 $\rightarrow$ 2)に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 $\mu$ 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、それぞれの液のマンデル酸のピーク面積  $A_T$  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。

マンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)



$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_s$  : マンデル酸ヘキサミン標準品の量(mg)

$C$  : 1錠中のマンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )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 $\mu$ 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 : 酢酸(100)の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液(1 $\rightarrow$ 200)/アセトニトリル混液(4:1)

流量 : マンデル酸の保持時間が約8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25 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, マンデル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3000段以上, 2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液25 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, マンデル酸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   | pH  | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|-----|------|-------|
| 250mg | 1.2 | 120分 | 5%以下  |
|       | 6.8 | 90分  | 85%以上 |

マンデル酸ヘキサミン標準品 「マンデル酸ヘキサミン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, マンデル酸ヘキサミン( $C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$ )99.0%以上を含むもの。

## セフチブテンカプセル Ceftibuten Capsules

**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0.45 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にセフチブテン約22 $\mu$ g(力価)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とし、試料溶液とする。別に塩酸セフチブテン標準品約0.022g(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に200mLとする。この液10mL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により試験を行い、波長238nm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。

セフチブテンの表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸セフチブテン標準品の量 [mg(力価)]

$C$  : 1カプセル中のセフチブテンの表示量 [mg(力価)]

### 溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 100mg(力価) | 30分  | 80%以上 |
| 200mg(力価) | 30分  | 75%以上 |

## アシクロビル顆粒 Aciclovir Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )約 0.4g 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 $\mu$ 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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にアシクロビル標準品（別途本品 0.05g につき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく）約 0.022g 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 252nm 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。

アシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

$W_s$  : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の量(mg)

$W_T$  : アシクロビル顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のアシクロビル( $C_8H_{11}N_5O_3$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 400mg/g | 30 分 | 85%以上 |

## アシクロビル錠 Aciclovir 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 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアシクロビル(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)約8.9 $\mu$ 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。別にアシクロビル標準品(別途本品0.05gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく)約0.022g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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長252nm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。

アシクロビル(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)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<sub>s</sub> : 脱水物に換算したアシクロビル標準品の量(mg)

C : 1錠中のアシクロビル(C<sub>8</sub>H<sub>11</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量   | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 200mg | 30分  | 80%以上 |
| 400mg | 30分  | 80%以上 |

## ジドブジンカプセル Zidovudine 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 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にジドブジン(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>)約17 $\mu$ 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。別にジドブジン標準品(別途本品0.25gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく)約0.017g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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長267nm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。

ジドブジン(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>)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<sub>s</sub> : 脱水物に換算したジドブジン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のジドブジン(C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量   | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 100mg | 30分  | 80%以上 |

## 塩酸クロフェダノール顆粒 Clofedanol Hydrochloride Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )約0.025g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 $\mu$ 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とし、試料溶液とする。別に塩酸クロフェダノール標準品をシリカゲルを乾燥剤として80°Cで3時間減圧乾燥し、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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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法により試験を行い、それぞれの液のクロフェダノールのピーク面積 $A_T$ 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。

塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_s$  : 塩酸クロフェダノール標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸クロフェダノール顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g中の塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

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/メタノール/リン酸混液(600 : 400 : 1)

流量 : クロフェダノールの保持時間が約8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20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロフェダノール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20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロフェダノール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   |
|-----------|------|-------|
| 41.67mg/g | 15分  | 85%以上 |

塩酸クロフェダノール標準品 塩酸クロフェダノール(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの.

## 塩酸クロフェダノール錠 Clofedanol Hydrochloride 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 0.45 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )約 14 $\mu$ 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 とし、試料溶液とする。別に塩酸クロフェダノール標準品をシリカゲルを乾燥剤として 80 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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法により試験を行い、それぞれの液のクロフェダノールのピーク面積  $A_T$  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。

塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : 塩酸クロフェダノール標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

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 : 水/メタノール/リン酸混液(600 : 400 : 1)

流量 : クロフェダノールの保持時間が約 8 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、クロフェダノール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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロフェダノール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   |
|--------|------|-------|
| 12.5mg | 60分  | 70%以上 |

塩酸クロフェダノール標準品 塩酸クロフェダノール(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸クロフェダノール( $C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの.

## デキサメタゾンドライシロップ Dexamethasone Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いデキサメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )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  $0.45\mu\text{m}$  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。別にデキサメタゾン標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 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  $100\mu\text{L}$  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、それぞれの液のデキサ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。

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{4}$$

$W_S$  : デキサメタゾン標準品の量(mg)

$W_T$  : デキサメタゾンドライシロップの秤取量(g)

$C$  : 1g 中のデキサメタゾン( $C_{22}H_{29}FO_5$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 :  $242\text{nm}$ )

カラム : 内径  $4.6\text{mm}$ 、長さ  $15\text{cm}$  のステンレス管に  $5\mu\text{m}$  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 :  $25^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(2 : 1)

流量 : デキサメタゾンの保持時間が約 8 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  $100\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、デキサ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 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液  $100\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デキサメタゾン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   |
|-------|------|-------|
| 1mg/g | 15分  | 85%以上 |

## ヒドロコルチゾン錠 Hydrocortisone Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・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 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にヒドロコルチゾン( $C_{21}H_{30}O_5$ )約 11 $\mu$ g を含む液となるように pH4.0 の酢酸・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。別にヒドロコルチゾン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 5mL に溶かした後、pH4.0 の酢酸・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 248nm 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。

ヒドロコルチゾン( $C_{21}H_{30}O_5$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : ヒドロコルチゾン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のヒドロコルチゾン( $C_{21}H_{30}O_5$ )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 |

## プレドニゾン散 Prednisolone Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )約 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 $\mu$ 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。別にプレドニゾン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g 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 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により試験を行い、波長 247nm 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。

プレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

$W_S$  : プレドニゾン標準品の量 (mg)

$W_T$  : プレドニゾン散の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のプレドニゾン( $C_{21}H_{28}O_5$ )の表示量 (mg)

### 溶出規格

| 表示量    | 規定時間 | 溶出率   |
|--------|------|-------|
| 10mg/g | 15 分 | 80%以上 |

スピロノラクトン細粒  
Spironolactone Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いスピロノラクトン( $C_{24}H_{32}O_4S$ )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 1~5 $\mu$ m 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。別にスピロノラクトン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95) 20mL に溶かした後、水を加えて正確に 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により試験を行い、波長 243nm 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。

スピロノラクトン( $C_{24}H_{32}O_4S$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : スピロノラクトン標準品の量(mg)

$W_T$  : スピロノラクトン細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のスピロノラクトン( $C_{24}H_{32}O_4S$ )の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 100mg/g | 90 分 | 70%以上 |

## スピロノラクトン錠 Spironolactone Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液として、25mg錠には水900mLを、50mg錠にはポリソルベート80 1gに水を加えて500mLとした液900mLを用いる。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、25mg錠は孔径1~5 $\mu$ m、50mg錠は孔径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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にスピロノラクトン(C<sub>24</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>S)約14 $\mu$ gを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にスピロノラクトン標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、エタノール(95)20mLに溶かした後、試験液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、25mg錠は波長243nm、50mg錠は波長250nm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。

スピロノラクトン(C<sub>24</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>S)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<sub>s</sub> : スピロノラクトン標準品の量(mg)

C : 1錠中のスピロノラクトン(C<sub>24</sub>H<sub>32</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 25mg | 45分  | 70%以上 |
| 50mg | 30分  | 70%以上 |

## ホリナートカルシウム錠 Calcium Folate 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 $\mu$ 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 mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にホリナート(C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>7</sub>O<sub>7</sub>)約5.6 $\mu$ 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。別にホリナートカルシウム標準品(別途ホリナートカルシウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約0.027gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mL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287nm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。

ホリナート(C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>7</sub>O<sub>7</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2} \times 0.926$$

W<sub>s</sub> : 脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のホリナート(C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>7</sub>O<sub>7</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量* | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 5mg  | 30分  | 75%以上 |

\*ホリナートとして



## コバマミド散 Cobamamide Powder

**溶出試験** 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いコバマミド ( $C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$ )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 $\mu$ 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。別にコバマミド標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで15時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その減量を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、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50mLとする。更にこの液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 $\mu$ 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、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 $A_T$ 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。

コバマミド( $C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

$W_s$  : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

$W_T$  : コバマミド散の秤取量(g)

$C$  : 1g中のコバマミド( $C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 261nm)

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 : pH6.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量 : コバマミドの保持時間が約6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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、コバマミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、コバマミド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  | 85%以上 |

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.5 リン酸二水素カリウム 6.8g を水 900mL に溶かした液に, 水酸化ナトリウム試液を加え, pH6.5 に調整し, 水を加えて 1000mL とする.