

塩酸メクロフェノキサート錠

Meclofenoxate Hydrochloride 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中に塩酸メクロフェノキサート(C₁₂H₁₆ClNO₃·HCl)約0.11mg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10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メクロフェノキサート標準品(別途「塩酸メクロフェノキサート」と同様の方法で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10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加えた液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長279nm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。

塩酸メクロフェノキサート(C₁₂H₁₆ClNO₃·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸メクロフェノキサート標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸メクロフェノキサート(C₁₂H₁₆ClNO₃·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	85%以上

カルバマゼピン細粒

Carbamazepine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いカルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)約 0.2g 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 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 0.5 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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にカルバマゼピン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、水を加えて正確に 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、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 285nm 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。

カルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : カルバマゼピン標準品の量(mg)

W_T : カルバマゼピン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のカルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	30分	75%以上

カルバマゼピン標準品 カルバマゼピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルバマゼピン($C_{15}H_{12}N_2O$)99.0%以上を含むもの。

カルバマゼピン錠

Carbamazepine 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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中にカルバマゼピン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$)約 $8.9\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にカルバマゼピン標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール10mLに溶かした後、水を加えて正確に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、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 285nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるカルバマゼピン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$)の表示量に対する溶出率($\%$)($n=1, 2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : カルバマゼピン標準品の量(mg)

C : 1錠中のカルバマゼピン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	5分	55%以下
	30分	70%以上
200mg	5分	55%以下
	45分	70%以上

カルバマゼピン標準品 カルバマゼピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルバマゼピン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$)99.0%以上を含むもの。

ガンマ-アミノ酪酸錠

γ -Aminobutyric Acid 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 中にガンマ-アミノ酪酸 ($C_4H_9NO_2$) 約 0.28mg 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 γ -アミノ酪酸標準品を 105 $^{\circ}$ 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法により試験を行い、それぞれの液のガンマ-アミノ酪酸のピーク面積 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。

ガンマ-アミノ酪酸 ($C_4H_9NO_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : γ -アミノ酪酸標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のガンマ-アミノ酪酸 ($C_4H_9NO_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 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：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相： p -トルエンスルホン酸一水和物 0.95g を水に溶かし、1000mL とする。

流量：ガンマ-アミノ酪酸の保持時間が約 11 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、ガンマ-アミノ酪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 5000 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、ガンマ-アミノ酪酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45 分	85%以上

サイクロセリンカプセル

Cycloserine 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 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中にサイクロセリン約0.28mg(力価)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。別にサイクロセリン標準品約28mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 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、それぞれの液のサイクロセリンのピーク面積 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。

サイクロセリン($C_3H_6N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : サイクロセリン標準品の量[mg(力価)]

C : 1カプセル中のサイクロセリン($C_3H_6N_2O_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 226nm)

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 : 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム1.36g及び1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.08gを水に溶かし、正確に1000mLとする。この液にアセトニトリル100mLを正確に加え、リン酸を加え、pH2.5に調整する。

流量 : サイクロセリンの保持時間が約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5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、サイクロセリ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5000段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、サイクロセリ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
250mg(力価)	15分	85%以上

酢酸メドロキシプロゲステロン錠

Medroxyprogesterone Acetate Tablets

溶出試験(1) 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→200)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中に酢酸メドロキシプロゲステロン(C₂₄H₃₄O₄)約2.8 μ gを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→200)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に酢酸メドロキシプロゲステロン標準品を105℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→200)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、それぞれの液の酢酸メドロキシプロゲステロンのピーク面積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。

酢酸メドロキシプロゲステロン(C₂₄H₃₄O₄)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 : 酢酸メドロキシプロゲステロン標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸メドロキシプロゲステロン(C₂₄H₃₄O₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 243nm)

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℃付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/水混液(3 : 2)

流量 : 酢酸メドロキシプロゲステロンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、酢酸メドロキシプロゲステロ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、酢酸メドロキシプロゲステロ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
2.5mg	45分	70%以上
5mg	45分	70%以上

溶出試験(2) 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)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0.45μm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中に酢酸メドロキシprogesteron(C₂₄H₃₄O₄)約44μgを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)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、試料溶液とする。別に酢酸メドロキシprogesteron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5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に25mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→100)5mLを正確に加え、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245nm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。

酢酸メドロキシprogesteron(C₂₄H₃₄O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 酢酸メドロキシprogesteron標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸メドロキシprogesteron(C₂₄H₃₄O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60分	75%以上

ジクロフェナクナトリウムカプセル

Diclofenac Sodium 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中にジクロフェナクナトリウム(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)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。別にジクロフェナクナトリウム標準品を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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長276nm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。

ジクロフェナクナトリウム(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)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 : ジクロフェナクナトリウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のジクロフェナクナトリウム(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30分	70%以上

ジクロフェナクナトリウム標準品 ジクロフェナクナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム(C₁₄H₁₀Cl₂NNaO₂)99.0%以上を含むもの。

ジクロフェナクナトリウム徐放カプセル

Diclofenac Sodium Extended-release 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(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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)約 $17\mu\text{g}$ 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 $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にジクロフェナクナトリウム標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.017g 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 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 276nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : ジクロフェナクナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
37.5mg	30 分	15~45%
	70 分	35~65%
	6 時間	80%以上

ジクロフェナクナトリウム標準品 ジクロフェナクナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)99.0%以上を含むもの。

ジクロフェナクナトリウム徐放錠

Diclofenac Sodium Extended-release 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を正確にとり、直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中にジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)約 $17\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にジクロフェナクナトリウム標準品を 105°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 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 276nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)の表示量に対する溶出率($\%$)($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : ジクロフェナクナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
37.5mg	30分	15~45%
	1時間	30~60%
	4時間	75%以上

ジクロフェナクナトリウム標準品 ジクロフェナクナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$)99.0%以上を含むもの。

ジゴキシン散

Digoxin Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約 1mg 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。別にジゴキシン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 1 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、温エタノール(95)50mL に溶かした後、冷後、エタノール(95)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 5mL 及び希エタノールを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5 mL 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、それぞれの液のジゴキシンのピーク面積 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。

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : ジゴキシン標準品の量(mg)

W_T : ジゴキシン散の秤取量(g)

C : 1g 中のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)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 4mm、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 : 30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(7:3)

流量 : ジゴキシンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジゴキ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 2500 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、ジゴキシ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	30 分	75%以上

臭化チメピジウムカプセル

Timepidium Bromide 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0.5 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中に臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)約33 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で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25mL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282nm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。

臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

W_s : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	15分	85%以上

臭化チメピジウム標準品 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂)99.0%以上を含むもの。

臭化チメピジウム細粒

Timepidium Bromide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化チメピジウム($C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$)約 0.03g 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 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で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 25mL 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 282nm 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。

臭化チメピジウム($C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

W_S : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

W_T : 臭化チメピジウム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化チメピジウム($C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg/g	15 分	80%以上

臭化チメピジウム標準品 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム($C_{17}H_{22}BrNOS_2$)99.0%以上を含むもの。

臭化チメピジウム錠

Timepidium 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中に臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)約33 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で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25mL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282nm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。

臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

W_s : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

C : 1錠中の臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂·H₂O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30分	80%以上

臭化チメピジウム標準品 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム(C₁₇H₂₂BrNOS₂)99.0%以上を含むもの。

硝酸イソソルビド徐放カプセル

Isosorbide Dinitrate Extended-release 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を正確にとり、直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中に硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$)約 $22\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別に硝酸イソソルビド標準品(別途硝酸イソソルビド(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.022g 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 $20\mu\text{L}$ 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、それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時における硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : 脱水物に換算した硝酸イソソルビド標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の硝酸イソソルビド($\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$)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 $5\mu\text{m}$ 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 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液(11:9)

流量 : 硝酸イソソルビドの保持時間が約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 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルビ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2000段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、硝酸イソソルビ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
20mg	2時間	10~40%
	4時間	40~70%
	8時間	70%以上

硝酸イソソルビド標準品 硝酸イソソルビド(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)99.0%以上を含むもの.

チオプロニン錠

Tiopronin 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中にチオプロニン(C₅H₉NO₃S)約0.11mg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。別にチオプロニン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で6時間減圧乾燥し、その約0.022gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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、それぞれの液のチオプロニンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は測定まで冷所に保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

チオプロニン(C₅H₉NO₃S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : チオプロニン標準品の量(mg)

C : 1錠中のチオプロニン(C₅H₉NO₃S)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 245nm)

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℃付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(1→1000)/メタノール混液(4:1)

流量 : チオプロニンの保持時間が約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20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、チオプロニ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、1.7以下である。

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、チオプロニンのピーク面積の相対標準偏差が1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	60分	75%以上

チオプロニン標準品 「チオプロニン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チ

オプロニン(C₅H₉NO₃S)99.0%以上を含むもの.

テオフィリン徐放ドライシロップ

Theophylline Extended-release Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.8\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL 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、試料溶液とする。別に、テオフィリン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%) ($n=1,2,3$)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : テオフィリン標準品の量(mg)

W_T : テオフィリン徐放ドライシロップの秤取量(g)

C : 1 g 中のテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	1 時間	15~45%
	3 時間	40~70%
	12 時間	70%以上

テガフル 100mg・ウラシル 224mg カプセル

Tegafur 100mg and Uracil 224mg 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、溶出試験開始 30 分後及び 45 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にテガフル標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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(1)とする。また、ウラシル標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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(2)とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258nm における吸光度 $A_{T1(1)}$ 、 $A_{T1(2)}$ 、 $A_{S1(1)}$ 及び $A_{S1(2)}$ 、波長 271nm における吸光度 $A_{T2(1)}$ 、 $A_{T2(2)}$ 、 $A_{S2(1)}$ 及び $A_{S2(2)}$ 並びに 320nm における吸光度 $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 、 $A_{S3(1)}$ 及び $A_{S3(2)}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

テガフル($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{S1} \times \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{C_1} \times 360$$

ウラシル($\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{S2} \times \left[\frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(2)} - A_{T3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(2)} - A_{T3(2)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} + \frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{C_2} \times 900$$

W_{S1} : テガフル標準品の量(mg)

W_{S2} : ウラシル標準品の量(mg)

C_1 : 1 カプセル中のテガフル($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$)の表示量(mg)

C_2 : 1 カプセル中のウラシル($\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$)の表示量(mg)

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
テガフル	100mg	30分	80%以上
ウラシル	224mg	45分	80%以上

ウラシル標準品 $C_4H_4N_2O_2$: 112.09 2,4(1*H*,3*H*)-ピリミジンジオンで、下記の規格に適合するもの。

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 本品 0.01g を水酸化ナトリウム試液 1000mL に溶かし、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 273~277nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (260 nm): 724 ~ 739(乾燥後, 3mg, pH7.0 のリン酸緩衝液, 500mL)。

類縁物質 本品 0.06g を水 30mL に溶かし、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 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 15 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロース(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 1-ブタノール/アセトン/酢酸(100)/水混液(5:4:1:1)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 0.3%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 3時間)。

テガフル 200mg/g・ウラシル 448mg/g 腸溶顆粒

Tegafur 200mg/g and Uracil 448mg/g Enteric-coated Granules

溶出試験

[pH1.2] 本品約 0.5g を精密に量り、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 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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品を 105 $^{\circ}$ C で 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 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液(1)とする。また、ウラシル標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258nm における吸光度 A_{T1} 、 $A_{S1(1)}$ 及び $A_{S1(2)}$ 、波長 271nm における吸光度 A_{T2} 、 $A_{S2(1)}$ 及び $A_{S2(2)}$ 並びに 320nm における吸光度 A_{T3} 、 $A_{S3(1)}$ 及び $A_{S3(2)}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

テガフル($C_8H_9FN_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1} - A_{T3}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2} - A_{T3})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_s : テガフル標準品の量(mg)

W_T : テガフル・ウラシル腸溶顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のテガフル($C_8H_9FN_2O_3$)の表示量(mg)

[pH6.8] 本品の約 0.5g を精密に量り、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 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 を正確にとり、直ちに 37 \pm 0.5 $^{\circ}$ C に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 2)を加えて正確に 100mL とし、溶出試験開始 45 分後及び 60 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にテガフル標準品を 105 $^{\circ}$ C で 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 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 2)を加えて正確に 100mL とし、標準溶液(1)とする。また、ウラシル標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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(2)とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258nm における吸光度 $A_{T1(1)}$ 、 $A_{T1(2)}$ 、 $A_{S1(1)}$ 及び $A_{S1(2)}$ 、波長 271nm における吸光度 $A_{T2(1)}$ 、 $A_{T2(2)}$ 、 $A_{S2(1)}$ 及び $A_{S2(2)}$ 並びに 320nm における吸光度 $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 、 $A_{S3(1)}$ 及び $A_{S3(2)}$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

テガフル($C_8H_9FN_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{S1}}{W_T} \times \left[\frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(2)} - A_{T3(2)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(2)} - A_{T3(2)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} + \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{C_1} \times 360$$

ウラシル($C_4H_4N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{S2}}{W_T} \times \frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} \times \frac{1}{C_2} \times 900$$

W_{S1} : テガフル標準品の量(mg)

W_{S2} : ウラシル標準品の量(mg)

W_T : テガフル・ウラシル腸溶顆粒の秤取量(g)

C_1 : 1g 中のテガフル($C_8H_9FN_2O_3$)の表示量(mg)

C_2 : 1g 中のウラシル($C_4H_4N_2O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

	表示量	PH	規定時間	溶出率
テガフル	200mg/g	1.2	60分	5%以下
		6.8	60分	85%以上
ウラシル	448mg/g	6.8	45分	80%以上

ウラシル標準品 $C_4H_4N_2O_2$: 112.09 2,4(1*H*,3*H*)-ピリミジンジオンで、下記の規格に適合するもの。

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 本品 0.01g を水酸化ナトリウム試液 1000mL に溶かし、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 273~277nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (260 nm): 724 ~ 739(乾燥後, 3mg, pH7.0 のリン酸緩衝液, 500mL).

類縁物質 本品 0.06g を水 30mL に溶かし、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 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 15 μ L ずつを

薄層クロマトグラフ用セルロース(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1-ブタノール/アセトン/酢酸(100)/水混液(5:4:1:1)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 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。