

## オキサトミド錠

### Oxatomide Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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 1 mL 中にオキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )約 27  $\mu$  g を含む液となるように 0.5mol/L 塩酸試液を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別にオキサトミド標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として、80°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.027g を精密に量り、0.5mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 200mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸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、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。

オキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : オキサトミド標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のオキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30 mg	45 分	70% 以上

**オキサトミド標準品** 「オキサトミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサトミド ( $C_{27}H_{30}N_4O$ ) 99.0%以上を含むもの。

**リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5** 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1g を水に溶かし、1000mL とする。この液にクエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.5 に調整する。

# オキサトミドドライシロップ

## Oxatomide Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いオキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )約 0.03g に対応する量を精密に量り、試験液に pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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 4mL を正確に量り、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別にオキサトミド標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 80°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.027g を精密に量り、0.5mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 200mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸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、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。

オキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{2}$$

$W_S$  : オキサトミド標準品の量 (mg)

$W_T$  : オキサトミドドライシロップの秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のオキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )の表示量 (mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20 mg/g	60 分	70% 以上

**オキサトミド標準品** 「オキサトミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサトミド( $C_{27}H_{30}N_4O$ )99.0%以上を含むもの。

**リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5** 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1g を水に溶かし、1000mL とする。この液にクエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.5 に調整する。

## テガフル細粒

### Tegafur Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 0.2 g 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 20 mL 以上をとり、孔径 0.8  $\mu$  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。別にテガフル標準品を 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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに波長 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : テガフル標準品の量 (mg)

$W_T$  : テガフル細粒の秤取量 (g)

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

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200 mg/g	15 分	85% 以上
500 mg/g	15 分	85% 以上

## テガフルル顆粒

### Tegafur Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いテガフルル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 200mg 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  $0.8 \mu m$  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。別にテガフルル標準品を  $105^\circ C$  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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : テガフルル標準品の量 (mg)

$W_T$  : テガフルル顆粒の秤取量 (g)

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

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	15 分	85% 以上

## テガフル腸溶顆粒 Tegafur Enteric-coated Granules

### 溶出試験

[pH1.2] 本品の表示量に従いテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 200mg に対応する量を精密に量り、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 0.8  $\mu$  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、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℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : テガフル標準品の量 (mg)

$W_T$  : テガフ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] 本品の表示量に従いテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 200mg 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 以上をとり、孔径 0.8  $\mu$  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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W<sub>S</sub> : テガフル標準品の量 (mg)

W<sub>T</sub> : テガフル腸溶顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のテガフル (C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	60分 (pH1.2)	5% 以下
	60分 (pH6.8)	85% 以上

## テガフル腸溶錠 Tegafur 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 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 0.8  $\mu$  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 中にテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 11  $\mu$  g 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。別にテガフル標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$  : テガフル標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 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→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 0.8  $\mu$  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 中にテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約 11  $\mu$  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。別にテガフル標準品を 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  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<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W<sub>S</sub> : テガフル標準品の量 (mg)

C : 1錠中のテガフル (C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</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	120分 (pH1.2)	5% 以下
	45分 (pH6.8)	80% 以上



## テガフルカプセル

### Tegafur 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20 mL以上をとり、孔径0.8  $\mu$  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1 mL中にテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 約11  $\mu$  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。別にテガフル標準品を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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長271nmにおける吸光度 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 並びに波長320nmにおける吸光度 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ 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 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$  : テガフル標準品の量 (mg)

$C$  : 1カプセル中のテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200 mg	30 分	70% 以上

## テガフル腸溶カプセル

### Tegafur Enteric-coated Capsules

#### 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0.8 $\mu$ 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1 mL中にテガフル( $C_8H_9FN_2O_3$ )約11 $\mu$ g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。別にテガフル標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.022 g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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長271nmにおける吸光度 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 並びに320nmにおける吸光度 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ 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 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_s$ : テガフル標準品の量 (mg)

$C$ : 1カプセル中のテガフル ( $C_8H_9FN_2O_3$ ) 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→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0.8 $\mu$ 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1 mL中にテガフル( $C_8H_9FN_2O_3$ )約11 $\mu$ 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。別にテガフル標準品を105℃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、吸光度測定法により試験を行い、波長271nmにおける吸光度 $A_{T1}$ 及び $A_{S1}$ 並びに320nmにおける吸光度 $A_{T2}$ 及び $A_{S2}$ 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<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W<sub>S</sub> : テガフル標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のテガフル (C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200 mg	60 分 (pH 1.2)	5% 以下
	90 分 (pH 6.8)	75% 以上

## テガフル徐放カプセル

### Tegafur 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 $0.8 \mu\text{m}$ 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中にテガフル( $\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$ )約 $11 \mu\text{g}$ 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。別にテガフル標準品を $105^\circ\text{C}$ で4時間乾燥し、その約 $0.022\text{g}$ を精密に量り、水に溶かし、正確に $100\text{mL}$ とする。この液 $5\text{mL}$ を正確に量り、水を加えて正確に $100\text{mL}$ とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 $271\text{nm}$ における吸光度 $A_{T1(n)}$ 及び $A_{S1}$ 並びに $320\text{nm}$ における吸光度 $A_{T2(n)}$ 及び $A_{S2}$ 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(%)  
( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T1(n)} - A_{T2(n)}}{A_{S1} - A_{S2}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T1(i)} - A_{T2(i)}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$ : テガフル標準品の量 (mg)

$C$ : 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)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200 mg	60 分	10~40%
	120 分	35~65%
	5 時間	70% 以上

## ピペミド酸三水和物錠

### Pipemidic Acid Trihydrate 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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にピペミド酸(C<sub>14</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)約2.8 $\mu$ gを含む液となるように薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にピペミド酸三水和物標準品を105℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)に溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、薄めた希水酸化ナトリウム試液(1→10)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、吸光度測定法により試験を行い、波長272nm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。

ピペミド酸(C<sub>14</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub>: ピペミド酸三水和物標準品の量(mg)

C: 1錠中のピペミド酸(C<sub>14</sub>H<sub>17</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
250mg	60分	70%以上

**ピペミド酸三水和物標準品** ピペミド酸三水和物(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピペミド酸(C<sub>14</sub>H<sub>17</sub>N<sub>5</sub>O<sub>3</sub>)99.0%以上を含むもの。

## フルコナゾールカプセル

### Fluconazole 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中にフルコナゾール（C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O）約28 $\mu$ g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。別にフルコナゾール標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.056g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、フルコナゾールのピーク面積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。

フルコナゾール（C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O）の表示量に対する溶出率（%）

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

W<sub>s</sub>：フルコナゾール標準品の量（mg）

C：1カプセル中のフルコナゾール（C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>F<sub>2</sub>N<sub>6</sub>O）の表示量（mg）

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261nm）

カラム：内径約4mm、長さ約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：35℃付近の一定温度

移動相：無水酢酸ナトリウム0.82gを水1000mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH5.0に調整する。この液700mLにメタノール200mL及びアセトニトリル100mLを加える。

流量：フルコナゾールの保持時間が約4分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルコナゾールのピークの理論段数及びシンメトリー係数が、それぞれ3000段以上、1.5以下のものを用いる。

試験の再現性：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、フルコナゾール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
50mg	90分	80%以上
100mg	90分	70%以上

**フルコナゾール標準品**  $C_{13}H_{12}F_2N_6O$ :306.27 2,4-ジフルオロ- $\alpha, \alpha$ -ビス(1*H*-1,2,4-トリアゾール-1-イルメチル)ベンジルアルコールで、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

**精製法** 本品をクロロホルム・メタノール混液(9:1)に溶かし、シリカゲルカラムを通した後、2-プロパノールを用いて再結晶し、更に2-プロパノールに懸濁し、65℃で3時間以上かき混ぜた後、冷却し、40℃で24時間減圧乾燥する。

**性状** 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 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 $3180\text{ cm}^{-1}$ 、 $3010\text{ cm}^{-1}$ 、 $2970\text{ cm}^{-1}$ 、 $1617\text{ cm}^{-1}$ 、 $1416\text{ cm}^{-1}$ 、 $1383\text{ cm}^{-1}$ 及び $849\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

**純度試験 類縁物質** 本品0.20gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に500mL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 $5\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン・メタノール・アンモニア水(28)混液(80:20:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を105℃で10分間乾燥する。冷後、これに水・ヨウ化カリウム溶液(1→10)・ヘキサクロロ白金(IV)酸六水和物の1mol/L塩酸試液溶液(1→20)混液(20:9:1)を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2つ以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

**乾燥減量** 1.0%以下(1g, 105℃, 4時間)。

**含量** 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.25gを精密に量り、無水酢酸・酢酸(100)混液(7:3)100mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1\text{mol/L過塩素酸}1\text{mL} = 15.314\text{mg } C_{13}H_{12}F_2N_6O$$

## フルシトシン顆粒

### Flucytosine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いフルシトシン ( $C_4H_4FN_3O$ ) 約 500mg 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 20 mL 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 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にフルシトシン標準品を  $105^\circ C$  で 4 時間乾燥し、その約 0.055g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 1mL 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、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。

フルシトシン ( $C_4H_4FN_3O$ ) の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : フルシトシン標準品の量 (mg)

$W_T$  : フルシトシン顆粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のフルシトシン ( $C_4H_4FN_3O$ ) の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	30 分	85% 以上

**フルシトシン標準品** フルシトシン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルシトシン ( $C_4H_4FN_3O$ ) 99.0%以上を含むもの。



## フルシトシン錠

### Flucytosine 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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフルシトシン(C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O)約11 $\mu$ 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。別にフルシトシン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.055gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液1mL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、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<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。

フルシトシン(C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub> : フルシトシン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフルシトシン(C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O)の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg	15分	80%以上

**フルシトシン標準品** フルシトシン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルシトシン(C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>FN<sub>3</sub>O)99.0%以上を含むもの。

## ベザフィブラート徐放錠

### Bezafibrate Extended-release Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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 中にベザフィブラート ( $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClNO}_4$ ) 約  $13 \mu\text{g}$  を含む液となるように pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に  $V'\text{mL}$  とし、試料溶液とする。別にベザフィブラート標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 0.066g 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、pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 228nm 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ベザフィブラート ( $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClNO}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n=1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : ベザフィブラート標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のベザフィブラート ( $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ClNO}_4$ ) の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	90分	15~45%
	2.5時間	35~65%
	8時間	80%以上
200mg	90分	15~45%
	2.5時間	30~60%
	8時間	75%以上

**リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2** 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1g を水に溶かし、1000mL とする。この液に、クエン酸一水和物 5.3g を水に溶かして 1000mL とした液を加えて pH7.2 に調整する。

**ベザフィブラート標準品**  $C_{19}H_{20}ClNO_4$  : 361.83 2-[4-[2-(4-クロロベンズアミド)エチル]フェノキシ]-2-メチルプロピオン酸で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

**精製法** ベザフィブラートをエタノール(99.5)で3回再結晶し、105℃で3時間乾燥する。

**性状** 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** 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  $3360\text{cm}^{-1}$ 、 $1719\text{cm}^{-1}$ 、 $1612\text{cm}^{-1}$ 、 $1549\text{cm}^{-1}$  及び  $1148\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

**融点** 183~186℃

**純度試験 類縁物質** 本品 0.1g をメタノール 35mL に溶かし、更に薄めた 0.05mol/L 酢酸アンモニウム試液 (1→5) を加えて 50mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノール 70mL を加え、更に薄めた 0.05mol/L 酢酸アンモニウム試液 (1→5) 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 5  $\mu$ 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、試料溶液のベザフィブラート以外のピークの合計面積は、標準溶液のベザフィブラートのピーク面積の 1/5 より大きくない。

**操作条件**

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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℃付近の一定温度

移動相：メタノール・薄めた酢酸(100)(1→100)混液 (9：4)

流量：ベザフィブラートの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.02g、4-クロロ安息香酸 0.01g 及び 2-[4-[2-(3,4-ジクロロベンズアミド)エチル]フェノキシ]-2-メチルプロピオン酸 (ジクロル体) 0.02g をメタノール 70mL に溶かし、更に薄めた 0.05mol/L 酢酸アンモニウム試液 (1→5) を加えて 100mL とする。この液 5  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、4-クロロ安息香酸、ベザフィブラート、ジクロル体の順に溶出し、4-クロロ安息香酸とベザフィブラートの分離度が 3 以上で、ベザフィブラートとジクロル体の分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5  $\mu$ L から得たベザフィブラートのピーク高さが 3cm 以上になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からベザフィブラートの保持時間の約 2.5 倍の範囲  
乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105℃, 3時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.7g を精密に量り、エタノール (99.5)50mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 36.183mg  $C_{19}H_{20}ClNO_4$

2-[4-[2-(3,4-ジクロロベンズアミド)エチル]フェノキシ]-2-メチルプロピオン酸 (ジクロロール体)  $C_{19}H_{19}Cl_2NO_4$  白色の結晶性の粉末である。

融点 169~172°C

純度試験 類縁物質 本品 0.1g をメタノール 35mL に溶かし、更に薄めた 0.05mol/L 酢酸アンモニウム試液 (1→5) を加えて 50mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、メタノール 70mL を加え、更に薄めた 0.05mol/L 酢酸アンモニウム試液 (1→5) 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 5  $\mu$  L につき、ベザフィブラート標準品の純度試験の類縁物質の項の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。ジクロロール体の保持時間の約 2 倍の範囲について、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、試料溶液のジクロロール体以外のピークの合計面積は標準溶液のジクロロール体のピーク面積より大きくない。

# マレイン酸エナラプリル錠

## Enalapril Maleate 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1 mL中にマレイン酸エナラプリル(C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約2.8 $\mu$ 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。別にマレイン酸エナラプリル標準品を60℃で2時間減圧乾燥し、その約0.014gを精密に量り、水に溶かし、正確に500mL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50 $\mu$ 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い、試料溶液及び標準溶液のエナラプリルのピーク面積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。

マレイン酸エナラプリル(C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub>: マレイン酸エナラプリル標準品の量(mg)

C: 1錠中のマレイン酸エナラプリル(C<sub>20</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>・C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

### 操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 215nm)

カラム: 内径約4mm, 長さ約25cm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シル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 50℃付近の一定温度

移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物1.88gを水900mLに溶かし、リン酸を加えてpH2.2に調整した後、水を加えて1000mLとした液750mLにアセトニトリル250mLを加える。

流量: エナラプリルの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、エナラプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数が、それぞれ300段以上、2.0以下のものを用いる。

試験の再現性: 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、エナラプリ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
2.5 mg	15 分	85% 以上
5 mg	15 分	85% 以上
10 mg	30 分	85% 以上

## ミゾリビン錠

### Mizoribine 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1 mL中にミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)約14 $\mu$ 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。別にミゾリビン標準品(別途「ミゾリビン」と同様の方法で水分を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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<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。

ミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub> : 脱水物に換算したミゾリビン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のミゾリビン(C<sub>9</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>)の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25 mg	45 分	80% 以上
50 mg	45 分	80% 以上