

塩酸ブロムヘキシシン細粒 Bromhexine Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ブロムヘキシシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)約4mg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20 μ mのポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液10mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20mLとし、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。別に塩酸ブロムヘキシシン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、移動相に溶かし、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とする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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、それぞれの液のブロムヘキシシンのピーク面積 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。

塩酸ブロムヘキシシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ブロムヘキシシン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ブロムヘキシシン細粒の秤取量(g)

C : 1g中の塩酸ブロムヘキシシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 246nm)

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 : 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.5gを水550mL, メタノール350mL及び1-プロパノール100mLに溶かし, 薄めたリン酸(1→10)を加え, pH3.0に調整する。

流量 : ブロムヘキシシンの保持時間が約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 μ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, ブロムヘキシ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、ブロムヘキシ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
20mg/g	15分	80%以上

塩酸ブロムヘキシシン錠 Bromhexine 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20 μ mのポリエステル繊維を積層した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中に塩酸ブロムヘキシシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)約2.2 μ 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、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。別に塩酸ブロムヘキシシン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、移動相に溶かし、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とする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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、それぞれの液のブロムヘキシシンのピーク面積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。

塩酸ブロムヘキシシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ブロムヘキシシン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ブロムヘキシシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)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 : 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.5gを水550mL, メタノール350mL及び1-プロパノール100mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.0に調整する。

流量 : ブロムヘキシシンの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ブロムヘキシ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、ブロムヘキシ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
4mg	30分	75%以上

塩酸ブロムヘキシンドライシロップ Bromhexine Hydrochloride Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)約4mg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 20 μ m のポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、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。別に塩酸ブロムヘキシシ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、移動相に溶かし、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 とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のブロムヘキシシのピーク面積 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。

塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ブロムヘキシシ標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ブロムヘキシシドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5g を水 550mL, メタノール 350mL 及び 1-プロパノール 100mL に溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)を加え、pH3.0 に調整する。

流量 : ブロムヘキシシの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブロムヘキシシ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，ブロムヘキシ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
4mg/g	15 分	75%以上

L-塩酸メチルシステイン腸溶錠
L-Methyleysteine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

溶出試験

[pH1.2] 溶出液採取後の操作は速やかに行う。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 40mL 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 5mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)約 56 μ 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、試料原液とする。別に L-塩酸メチルシステイン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、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 25mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び崩壊試験法の第 1 液 20mL ずつを正確に量り、それぞれに酢酸ナトリウム試液及び用時調製した *N*-エチルマレイミドの薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 2)溶液(3 \rightarrow 2000)2mL ずつを正確に加え、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、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 302nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : L-塩酸メチルシステイン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

[pH6.8] 溶出液採取後の操作は速やかに行う。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 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 40mL 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 5mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)約 56 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 \rightarrow 2)を加えて正確に V' mL とし、試料原液とする。別に L-塩酸メチルシステイン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 5 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 \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 25mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL ずつを正確に量り、それぞれに用時調製した *N*-エチルマレイミドの薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)溶液(3→2000)2mL を正確に加え、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、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、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 302nm における吸光度 A_{T1} , A_{S1} 及び A_{B1} 並びに波長 282nm における吸光度 A_{T2} , A_{S2} 及び A_{B2} を測定する。
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{B1} - A_{T1'}}{A_{B1} - A_{S1}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

$$A_{T1'} = \frac{10.0 \times A_{T1} - A_{T2} + \frac{A_{S2} \times A_{B1} - A_{B2} \times A_{S1}}{A_{B1} - A_{S1}}}{10.0 - \frac{A_{B2} - A_{S2}}{A_{B1} - A_{S1}}}$$

W_s : L-塩酸メチルシステイン標準品の量(mg)

C : 1錠中の L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	120分 (pH1.2)	5%以下
	120分 (pH6.8)	80%以上
100mg	120分 (pH1.2)	5%以下
	120分 (pH6.8)	80%以上

L-塩酸メチルシステイン標準品 「L-塩酸メチルシステイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

クエン酸カリウム 463mg/g・クエン酸ナトリウム 390mg/g 散
Potassium Citrate 463mg/g and Sodium Citrate 390mg/g Powder

溶出試験 本品の表示量に従いクエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)約 463mg 及びクエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)約 390mg 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 130 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.038g 及び 130 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.029g をそれぞれ精密に量り、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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : クエン酸カリウム・クエン酸ナトリウム散の秤取量(g)

C_a : 1g 中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 電気伝導度検出器

カラム : 内径 5mm, 長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 薄めた硝酸(1 \rightarrow 3140)

流量 : ナトリ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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、カリウムの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

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、カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	463mg/g*	15 分	85%以上
クエン酸ナトリウム	390mg/g*		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム (日局).

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム (日局).

液体クロマトグラフ用、陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの.

クエン酸カリウム 231.5mg・クエン酸ナトリウム 195.0mg 錠
Potassium Citrate 231.5mg and Sodium Citrate 195.0mg 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、次のろ液を試料溶液とする。別に 130 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.019g 及び 130 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.015g をそれぞれ精密に量り、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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

C_a : 1 錠中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5mm、長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1 \rightarrow 3140)

流量：ナトリ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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、カリウムの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

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、カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ

1.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	231.5mg*	90分	85%以上
クエン酸ナトリウム	195.0mg*		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム (日局).

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム (日局).

液体クロマトグラフ用, 陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの.

グリクラジド錠 Gliclazide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH6.0 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 pH6.0 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 中にグリクラジド($\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$)約 $8.9\mu\text{g}$ を含む液となるように pH6.0 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。別にグリクラジド標準品を 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 25mL に溶かした後、pH6.0 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 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH6.0 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液*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 227nm における吸光度 $A_{T1(n)}$ 及び A_{S1} 並びに 300nm 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グリクラジド($\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%) ($n = 1, 2$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T1(n)} - A_{T2(n)}}{A_{S1} - A_{S2}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T1(i)} - A_{T2(i)}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : グリクラジド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のグリクラジド($\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40 mg	5 分	55%以下
	45 分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液*, **pH6.0** 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL 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、pH6.0 に調整する。

クロモグリク酸ナトリウム細粒 Sodium Cromoglicate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いクロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)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 0.5 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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にクロモグリク酸ナトリウム標準品(別途クロモグリク酸ナトリウム(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 327 nm 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。

クロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 乾燥物に換算したクロモグリク酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : クロモグリク酸ナトリウム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のクロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

クロモグリク酸ナトリウム標準品 クロモグリク酸ナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、クロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)99.0%以上を含むもの。

ザルトプロフェン錠 Zaltoprofen 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 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 中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約 44 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 とし、試料溶液とする。別にザルトプロフェン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5)20mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 100mL 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→2)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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→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 340 nm 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。

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)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 : ザルトプロフェン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
80mg	30 分	75%以上

ザルトプロフェン標準品 $C_{17}H_{14}O_3S$: 298.36 (±)2-(10,11-dihydro-10-oxodibenzo [b,f] thiepin-2-yl)propionic acid 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 ザルトプロフェン 10g を薄めたアセトン(10→11)44mL に溶かし、液が白濁するまで水を滴下する。液をかき混ぜながら、室温及び氷水中でそれぞれ 2 時間放置後、析出した結晶をろ取し、薄めたアセトン(1→3)少量で洗う。同様の操作を更に 2 回行い、得られた結晶を 80 $^{\circ}$ 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 本品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、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 2980 cm^{-1} , 1703 cm^{-1} , 1671 cm^{-1} , 1280 cm^{-1} ,

799 cm^{-1} 及び 752 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 136~139 °C

類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いてできるかぎり速やかに行う。本品 0.20g をジクロロメタン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする。この液 1mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 20mL 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 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。直ちに遮光してクロロホルム/メタノール混液(10:1) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)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。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.50g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 29.836mg $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$