

クロルタリドン錠 Chlorthalidone Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100) 900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分100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中にクロルタリドン(C₁₄H₁₁ClN₂O₄S)約56 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(3→100)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にクロルタリドン標準品を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10mLに溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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。

クロルタリドン(C₁₄H₁₁ClN₂O₄S)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 : クロルタリドン標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロルタリドン(C₁₄H₁₁ClN₂O₄S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30分	80%以上

クロルタリドン標準品 「クロルタリドン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロルタリドン(C₁₄H₁₁ClN₂O₄S)99.0%以上を含むもの。

トリアムテレン顆粒 Triamterene Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)約0.03g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0.45 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6mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mLとする。この液4mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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357nm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。

トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 120$$

W_S : トリアムテレン標準品の量(mg)

W_T : トリアムテレン顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
333mg/g	45分	85%以上

トリアムテレン錠 Triamterene Tablets

溶出試験 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0.45 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中にトリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)約10 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mLとする。この液4mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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357nm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。

トリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)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 : トリアムテレン標準品の量(mg)

C : 1錠中のトリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	45分	85%以上

トリアムテレンカプセル Triamterene Capsules

溶出試験 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0.45 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中にトリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)約11 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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357nm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。

トリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)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 : トリアムテレン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のトリアムテレン(C₁₂H₁₁N₇)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	90分	75%以上

トリクロルメチアジド錠 Trichlormethiazide 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中にトリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)約1.1 μ gを含む液となるように薄めたリン酸(1→50)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にトリクロルメチアジド標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→50)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40 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、それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積A_{Tb}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb} \times 0.95}{A_{Sa}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : トリクロルメチアジド標準品の量(mg)

C : 1錠中のトリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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フェニ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 : 薄めたリン酸(1→1000)/アセトニトリル混液(3 : 1)

流量 : トリクロルメチアジドの保持時間が約9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 : トリクロルメチアジド0.025gをアセトニトリル50mLに溶かす。この液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする。この液5mLに水5mLを加え、60°Cの水浴中で30分間加温する。冷後、この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド、ト

トリクロルメチアジドの順に溶出し、トリクロルメチアジドに対する分解物の相対保持時間は約 0.3 であり、トリクロルメチアジ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 5000 段以上、1.2 以下である。

システムの再現性：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トリクロルメチアジ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
2mg	15 分	75%以上

ピレタニド錠 Piretanide 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中にピレタニド(C₁₇H₁₈N₂O₅S)約3.3 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。別にピレタニド標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.017g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、それぞれの液のピレタニドのピーク面積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。

ピレタニド(C₁₇H₁₈N₂O₅S)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_s : ピレタニド標準品の量(mg)

C : 1錠中のピレタニド(C₁₇H₁₈N₂O₅S)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 275nm)

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 : メタノール/水/酢酸(100)混液(300 : 200 : 1)

流量 : ピレタニドの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ピレタニ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、2.0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、ピレタニ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
3mg	15分	70%以上
6mg	15分	70%以上

ピレタニド標準品「ピレタニド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピレタニド($C_{17}H_{18}N_2O_5S$)99.0%以上を含むもの。

ブメタニド錠 Bumetanide 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中にブメタニド(C₁₇H₂₀N₂O₅S)約1.1 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6mLを正確に量り、pH3.2のグリシン緩衝液を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にブメタニド標準品を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20mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液6mLを正確に量り、pH3.2のグリシン緩衝液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。別に水6mLを正確に量り、pH3.2のグリシン緩衝液を加えて正確に20mLとし、対照溶液とする。試料溶液、標準溶液及び対照溶液につき、蛍光光度法により試験を行い、励起の波長360nm、蛍光の波長440nmにおける蛍光の強さF_T、F_S及びF_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。

ブメタニド(C₁₇H₂₀N₂O₅S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : ブメタニド標準品の量(mg)

C : 1錠中のブメタニド(C₁₇H₂₀N₂O₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15分	85%以上

ブメタニド標準品 ブメタニド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ブメタニド(C₁₇H₂₀N₂O₅S)99.0%以上を含むもの。

グリシン緩衝液, pH3.2 グリシン22.5g及び塩化ナトリウム17.5gを水800mLに溶かす。この液に2mol/L塩酸試液を加え、pH3.2に調整した後、水を加えて1000mLとする。

フロセミド細粒 Furosemide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約 0.04g 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 0.45 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→2)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 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 5mL 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 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、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 277nm 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。

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : フロセミド標準品の量(mg)

W_T : フロセミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg/g	15 分	85%以上

フロセミド錠 Furosemide 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 中にフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約 11 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。別にフロセミド標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 5mL 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 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、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 277nm 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。

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)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 : フロセミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	15 分	80%以上
40mg	30 分	80%以上

フロセミド徐放カプセル
Furosemide 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 中にフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)約 $11\mu\text{g}$ 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。別にフロセミド標準品を 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 5mL 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 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、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 277nm 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。

n 回目の溶出液採取時におけるフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

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

W_s : フロセミド標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	2 時間	15~45%
	4 時間	40~70%
	8 時間	70%以上

アネトールトリチオン錠 Anetholtrithion Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分100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中にアネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)約6.9 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(3→100)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアネトールトリチオン標準品をシリカゲルを乾燥剤として5時間乾燥し、その約0.017g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4mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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356nm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。

アネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)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 : アネトールトリチオン標準品の量(mg)

C : 1錠中のアネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
12.5mg	90分	70%以上

アネトールトリチオン標準品 「アネトールトリチオン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)99.0%以上を含むもの。

トレピブトン細粒 Trepibutone Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)約0.04g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10mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にトレピブトン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、エタノール(95)30mL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50mL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325nm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。

トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トレピブトン標準品の量(mg)

W_T : トレピブトン細粒の秤取量(g)

C : 1g中のトレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	80%以上

トレピブトン標準品 トレピブトン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)99.0%以上を含むもの。

トレピブトン錠 Trepibutone 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中にトレピブトン(C₁₆H₂₂O₆)約22 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。別にトレピブトン標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、エタノール(95)30mL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50mL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325nm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。

トレピブトン(C₁₆H₂₂O₆)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 : トレピブトン標準品の量(mg)

C : 1錠中のトレピブトン(C₁₆H₂₂O₆)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	30分	80%以上

トレピブトン標準品 トレピブトン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トレピブトン(C₁₆H₂₂O₆)99.0%以上を含むもの。

ヒメクロモンカプセル Hymecromone Capsules

溶出試験 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→25)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100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中にヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)約0.22mgを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→25)を加えて正確にV' mLとする。この液3mL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。別にヒメクロモン標準品を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3mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→25)3mLを正確に加え、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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→25)3mL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321nm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。

ヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)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 : ヒメクロモン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	30分	70%以上

ヒメクロモン標準品 ヒメクロモン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)99.0%以上を含むもの。

グルタチオン散 Glutathione Powder

溶出試験 本品の表示量に従いグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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 2mL を正確に量り、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にグルタチオン標準品(別途 105°C で 3 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩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 20 μL 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、それぞれの液のグルタチオンのピーク面積 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。

グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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 : 乾燥物に換算したグルタチオン標準品の量(mg)

W_T : グルタチオン散の秤取量(g)

C : 1g 中のグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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 $5\mu\text{m}$ 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 : 30°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.8g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。この液 930mL にメタノール 70mL を加える。

流量 : グルタチオンの保持時間が約 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、グルタチオ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 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グルタチオ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
200mg/g	15分	85%以上

グルタチオン標準品 「グルタチオン」。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、グルタチオン(C₁₀H₁₇N₃O₆S)99.0%以上を含むもの。

クエン酸・リン酸塩緩衝液, pH4.0 クエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液にを加え、pH 4.0に調整する。