

ニソルジピン錠

Nisoldipine Tablets

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液として、5mg錠にはポリソルベート80 1gに水を加えて2000mLとした液を、10mg錠にはポリソルベート80 1gに水を加えて1000mL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25mL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20mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にニソルジピン(C₂₀H₂₄N₂O₆)約5.6 μ 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。別にニソルジピン標準品(別途105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その減量を測定しておく)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4mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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、それぞれの液のニソルジピンのピーク面積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。

ニソルジピン(C₂₀H₂₄N₂O₆)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 : 乾燥物に換算したニソルジピン標準品の量(mg)

C : 1錠中のニソルジピン(C₂₀H₂₄N₂O₆)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 237nm)

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 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール/テトラヒドロフラン混液(9:9:2)

流量 : ニソルジピンの保持時間が約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20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ニソルジピ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4000段以上、1.5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、ニソルジピ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
5mg	45分	75%以上
10mg	45分	75%以上

ニソルジピン標準品 「ニソルジピン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ニソルジピン($C_{20}H_{24}N_2O_6$)99.0%以上を含むもの。

バルプロ酸ナトリウム細粒

Sodium Valproate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)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 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 10 mL 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。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.056g を精密に量り、水に溶かし、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 50mL 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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積 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。

バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : バルプロ酸ナトリウム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液／アセトニトリル混液(1 : 1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸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
200mg/g	30分	75%以上
400mg/g	15分	85%以上

バルプロ酸ナトリウム錠

Sodium Valproate 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(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中にバルプロ酸ナトリウム(C₈H₁₅NaO₂)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。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を105℃で3時間乾燥し、その約0.056gを精密に量り、水に溶かし、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50mL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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積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。

バルプロ酸ナトリウム(C₈H₁₅NaO₂)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 : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のバルプロ酸ナトリウム(C₈H₁₅NaO₂)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 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 : pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(1 : 1)

流量 : バルプロ酸の保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、バルプロ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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バルプロ酸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
100mg	30分	85%以上
200mg	30分	85%以上

バルプロ酸ナトリウム徐放錠

Sodium Valproate 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中にバルプロ酸ナトリウム($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$)約0.11mg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。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105°C で3時間乾燥し、その約0.056gを精密に量り、水に溶かし、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50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積 $A_{T(n)}$ 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バルプロ酸ナトリウム($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のバルプロ酸ナトリウム($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$)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 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : pH3.0の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(1 : 1)

流量 : バルプロ酸の保持時間が約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50 μL につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ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50 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バルプロ酸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
100mg	4 時間	15~45%
	6 時間	40~70%
	12 時間	75%以上
200mg	4 時間	15~45%
	6 時間	35~65%
	12 時間	75%以上

バルプロ酸ナトリウム徐放顆粒

Sodium Valproate Extended-release Granules

溶出試験 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)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 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ C$ に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu m$ 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 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。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を $105^\circ C$ で 3 時間乾燥し、その約 0.056g を精密に量り、水に溶かし、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 50mL とし、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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積 $A_{T(n)}$ 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バルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : バルプロ酸ナトリウム徐放顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のバルプロ酸ナトリウム($C_8H_{15}NaO_2$)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 $5\mu m$ 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 : pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 / アセトニトリル混液(1 : 1)

流量 : バルプロ酸の保持時間が約 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 $50\mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ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 $50\mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸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
400mg/g	3 時間	15~45%
	6 時間	35~65%
	24 時間	75%以上

パンテチン細粒

Pantethine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いパンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900 mL 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 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.069 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL 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、それぞれの液のパンテチンのピーク面積 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。

パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

W_T : パンテチン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のパンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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 : リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量 : パンテチンの保持時間が約 13 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、パンテチ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、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、パンテチン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
200mg/g	15分	80%以上
500mg/g	15分	70%以上

パンテチン標準品 パンテチン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)99.0%以上を含むもの。

パンテチン散

Pantethine Powder

溶出試験 本品の表示量に従いパンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900 mL 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 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.069 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL 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、それぞれの液のパンテチンのピーク面積 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。

パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

W_T : パンテチン散の秤取量(g)

C : 1g 中のパンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：パンテチンの保持時間が約 13 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、パンテチ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、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、パンテチン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
200mg/g	45 分	70%以上

パンテチン標準品 パンテチン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に
対し, パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)99.0%以上を含むもの.

パンテチン錠

Pantethine Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900 mL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 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10 mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1 mL中にパンテチン(C₂₂H₄₂N₄O₈S₂)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。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約0.069 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液3 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mL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、それぞれの液のパンテチンのピーク面積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。

パンテチン(C₂₂H₄₂N₄O₈S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 54$$

W_S : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

C : 1錠中のパンテチン(C₂₂H₄₂N₄O₈S₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220 nm)

カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cm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 : リン酸二水素カリウム6.80 gを水1000 mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.5に調整する。この液600 mLにアセトニトリル100 mLを加える。

流量 : パンテチンの保持時間が約13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、パンテチ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、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、パンテチン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
30mg	15分	85%以上
60mg	30分	85%以上
100mg	30分	85%以上
200mg	45分	80%以上

パンテチン標準品 パンテチン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, パンテチン($C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$)99.0%以上を含むもの.

フェノバルビタール錠

Phenobarbital 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中にフェノバルビタール(C₁₂H₁₂N₂O₃)約33 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。この液5mLを正確に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mLを正確に加え、試料溶液とする。別にフェノバルビタール標準品を105℃で2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25mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液10mL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、pH9.6のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液/水混液(2:1)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240nm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。

フェノバルビタール(C₁₂H₁₂N₂O₃)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 : フェノバルビタール標準品の量(mg)

C : 1錠中のフェノバルビタール(C₁₂H₁₂N₂O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30分	75%以上

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).

プリミドン細粒

Primidone Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いプリミドン($C_{12}H_{14}N_2O_2$)約0.25g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 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、次のろ液を試料溶液とする。別にプリミドン標準品を 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)5mL に溶かし、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、それぞれの液のプリミドンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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プリミドン($C_{12}H_{14}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

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

W_S : プリミドン標準品の量(mg)

W_T : プリミドン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のプリミドン($C_{12}H_{14}N_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 257nm)

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/アセトニトリル混液(17 : 3)

流量 : プリミドンの保持時間が約 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 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、プリミド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 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プリミド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
995mg/g	15分	50%以下
	90分	70%以上

プリミドン錠

Primidone 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中にプリミドン(C₁₂H₁₄N₂O₂)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。別にプリミドン標準品を105 $^{\circ}$ 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)5mLに溶かし、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、それぞれの液のプリミドンのピーク面積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。

プリミドン(C₁₂H₁₄N₂O₂)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 : プリミドン標準品の量(mg)

C : 1錠中のプリミドン(C₁₂H₁₄N₂O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 257nm)

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 : 水/アセトニトリル混液(17 : 3)

流量 : プリミドンの保持時間が約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 : 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、プリミド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20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プリミド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	15分	80%以上

メチル硫酸アメジニウム錠

Amezinium Metilsulfate Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900 mL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 μm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V mLを正確に量り、表示量に従い1 mL中にメチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)約11 μg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。別にメチル硫酸アメジニウム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.028 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mL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288 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。

メチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)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 : メチル硫酸アメジニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のメチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15分	85%以上

メチル硫酸アメジニウム標準品 C₁₂H₁₅N₃O₅S : 313.33 4-アミノ-6-メトキシ-1-フェニルピリダジニウムメチル硫酸塩で、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 メチル硫酸アメジニウムに6倍量の水を加え、加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を氷冷し、析出した結晶をろ取する。同様の操作を更に2回繰り返す。得られた結晶を105°Cで2時間乾燥する。

性状 本品は白色～帯黄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3330 cm⁻¹、3160 cm⁻¹、1626 cm⁻¹、1234 cm⁻¹及び1214 cm⁻¹付近に吸収を認める。

吸光度 E_{1cm}^{1%} (289 nm) : 476 ~ 486(乾燥後, 0.05 g, メタノール, 5000mL).

類縁物質 本品0.20gをメタノール10mL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200mL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 μ L 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。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/ジエチルエーテル混液(6:2:1:1)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 R_f 値 0.57 付近のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、試料溶液には主スポット及び R_f 値 0.57 付近のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、水 15mL に溶かし、クロマトグラフ柱(75~150 μ m のカラムクロマトグラフ用強塩基性陰イオン交換樹脂(Cl 型) 50g に 2mol/L 塩酸試液 500mL を加えて 16 時間放置した後、上澄液を除き、洗液が酸性を示さなくなるまで水洗したものを内径 10mm、長さ 200mm のクロマトグラフ管に注入し、約 60mm の層としたもの)に入れる。1 分間に 1mL の流速で流出させ、更にクロマトグラフ柱を水 10mL ずつで 5 回洗い、流出液及び洗液を合わせる。この液を 50°C の水浴中で減圧留去し、残留物を酢酸(100) 15mL に溶かした後、無水酢酸 35mL を加え、0.1 mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.333 mg $C_{12}H_{15}N_3O_5S$

強塩基性陰イオン交換樹脂、カラムクロマトグラフ用 カラムクロマトグラフ用に製造したもの。

ヨウ化チエモニウム錠

Tiemonium Iodide 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中にヨウ化チエモニウム(C₁₈H₂₄INO₂S)約11 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。別にヨウ化チエモニウム標準品をシリカゲルを乾燥剤として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、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_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。

ヨウ化チエモニウム(C₁₈H₂₄INO₂S)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 : ヨウ化チエモニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のヨウ化チエモニウム(C₁₈H₂₄INO₂S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	15分	85%以上

ヨウ化チエモニウム標準品 「ヨウ化チエモニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヨウ化チエモニウム(C₁₈H₂₄INO₂S)99.0%以上を含むもの。

リン酸ピリドキサルカルシウム散

Pyridoxal Calcium Phosphate 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リン酸ピリドキサルカルシウム($C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$)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、pH6.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサルカルシウム標準品約 0.028g を精密に量り、pH6.8 の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、pH6.8 のリン酸塩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、pH6.8 のリン酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 388nm 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。

リン酸ピリドキサルカルシウム($C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$)の表示量に対する溶出率

$$(\%) = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : リン酸ピリドキサルカルシウム標準品の量(mg)

W_T : リン酸ピリドキサルカルシウム散の秤取量(g)

C : 1g 中のリン酸ピリドキサルカルシウム($C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$)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

リン酸ピリドキサルカルシウム標準品 「リン酸ピリドキサルカルシウム」。
ただし、定量するとき、リン酸ピリドキサルカルシウム($C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$)99.0%以上を含むもの。

ロベンザリット二ナトリウム錠

Lobenzarit Disodium 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 中にロベンザリット二ナトリウム($C_{14}H_8ClNNa_2O_4$)約 4.4 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。別にロベンザリット二ナトリウム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 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 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→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 298nm 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。

ロベンザリット二ナトリウム($C_{14}H_8ClNNa_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ロベンザリット二ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のロベンザリット二ナトリウム($C_{14}H_8ClNNa_2O_4$)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
80mg	30 分	80%以上

ロベンザリット二ナトリウム標準品 $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$:335.65 4-クロロ-2,2'-イミノ二安息香酸二ナトリウムで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は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 3265 cm^{-1} , 1603 cm^{-1} , 1543 cm^{-1} , 1490 cm^{-1} , 1395 cm^{-1} , 1265 cm^{-1} , 1209 cm^{-1} , 858 cm^{-1} , 745 cm^{-1} 及び 690 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.05g を水 5mL 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 5 μ L 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。次にテトラヒドロフラン/水/トリエチルアミン混液(50 : 15 : 8)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 1.0%以下(1g, 105°C, 2時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.1gを精密に量り、水40mLに溶かし、テトラヒドロフラン/ジエチルエーテル混液(1:1)60mLを加え、0.1mol/L塩酸で滴定する(指示薬:プロモフェノールブルー試液10滴)。ただし、滴定の終点は水層の青色が持続する淡青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 塩酸 1mL=16.783mg $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$