

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム散 Isoniazid Sodum Methanesulfonate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) 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 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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品をシリカゲルを乾燥剤として 24 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 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 265nm 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。

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム散の秤取量(g)

C : 1g 中のイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 (2-イソニコチノイルヒドラジノ)メタンスルホン酸ナトリウム一水和物で、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 水/メタノール混液(3:2)で再結晶を繰り返した後、60℃で2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 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 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 3570 cm^{-1} , 3250 cm^{-1} , 1678 cm^{-1} , 1556 cm^{-1} , 1197 cm^{-1} , 1038 cm^{-1} , 758 cm^{-1} 及び 684 cm^{-1} 付近に吸収を認

める。

類縁物質 本品 0.10g をメタノールに溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし、正確に 100mL 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 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 10 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。次にメタノール/水混液(9:1)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、1 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 6.1~7.1%(0.15g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、水 10mL に溶かし、更に希塩酸 10mL を加え、5 分間煮沸する。冷後、塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え、1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の青色が緑色を経て淡黄緑色になったとき、更に、インジゴカルミン試液を 3 滴加え、激しくかき混ぜながら 15 秒間に 1 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1mL = 6.781mg $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム錠

Isoniazid Sodium Methanesulfonate 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、次のろ液ろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)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。別にイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品をシリカゲルを乾燥剤として24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265nm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。

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)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 : イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)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

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 (2-イソニコチノイルヒドラジノ)メタンスルホン酸ナトリウム一水和物で、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 水/メタノール混液(3:2)で再結晶を繰り返した後、60℃で2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 本品をシリカゲルを乾燥剤として24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3570 cm^{-1} 、3250 cm^{-1} 、1678 cm^{-1} 、1556 cm^{-1} 、1197 cm^{-1} 、1038 cm^{-1} 、758 cm^{-1} 及び684 cm^{-1} 付近に吸収を認

める。

類縁物質 本品 0.10g をメタノールに溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし、正確に 100mL 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 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 10 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。次にメタノール/水混液(9:1)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、1 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 6.1~7.1%(0.15g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、水 10mL に溶かし、更に希塩酸 10mL を加え、5 分間煮沸する。冷後、塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え、1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の青色が緑色を経て淡黄緑色になったとき、更に、インジゴカルミン試液を 3 滴加え、激しくかき混ぜながら 15 秒間に 1 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1mL = 6.781mg $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$

エチオナミド腸溶錠

Ethionamide 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 0.45 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 中にエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)約 11 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、試料溶液とする。別にエチオナミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 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、崩壊試験法の第 1 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 288nm 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。

エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)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 : エチオナミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)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 0.45 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 中にエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)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。別にエチオナミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 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 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 288nm 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。

エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)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 : エチオナミド標準品の量(mg)

C : 1錠中のエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
100mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	45 分	80%以上

エチオナミド標準品 エチオナミド(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき,
エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)99.0%以上を含むもの.

L-アスパラギン酸カリウム散 Potassium L-Aspartate Powder

溶出試験 本品の表示量に従い L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)約 0.3g に対応する量を精密に量り、試験液に pH6.8 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 0.5 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩化カリウム標準品を 130℃で 2 時間乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、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 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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 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。

L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 2.296$$

W_S : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_T : L-アスパラギン酸カリウム散の秤取量(g)

C : 1 g 中の L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)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 4.6mm, 長さ 15cm のポリエーテルエーテルケトン樹脂管に 6 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℃付近の一定温度

移動相 : 0.5mol/L 硫酸試液 7mL に水を加えて 1000mL とする。

流量 : カ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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カリウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1500 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、カリウム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
500mg/g	30 分	75%以上

塩化カリウム標準品 塩化カリウム(日局).

陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの.
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH6.8 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, pH6.8 に調整する.

L-アスパラギン酸カリウム錠

Potassium L-Aspartate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH6.8 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 0.5 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 L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)約 0.33mg を含む液となるように pH6.8 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' mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩化カリウム標準品を 130℃で 2 時間乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、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 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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 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。

L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 2.296$$

W_s : 塩化カリウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中の L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)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 4.6mm、長さ 15cm のポリエーテルエーテルケトン樹脂管に 6 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℃付近の一定温度

移動相：0.5mol/L 硫酸試液 7mL に水を加えて 1000mL とする。

流量：カ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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カリウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1500 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、カリウム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
300mg	45 分	75%以上

塩化カリウム標準品 塩化カリウム(日局).

陽イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの.
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, **pH6.8** 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, pH6.8 に調整する.

チニダゾール錠 Tinidazole 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 中にチニダゾール ($C_8H_{13}N_3O_4S$) 約 13 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。別にチニダゾール標準品を 105℃で 2 時間乾燥し，その約 0.027g 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 317nm 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。

チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)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 : チニダゾール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	30 分	85%以上
500mg	45 分	75%以上

チニダゾール標準品 チニダゾール (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)99.0%以上を含むもの。

メベンダゾール錠 Mebendazole Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にポリソルベート80 0.1gに崩壊試験法の第1液を加えて1000mLとした液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中にメベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃)約0.11mgを含む液となるようにポリソルベート80 0.1gに崩壊試験法の第1液を加えて1000mLとした液を加えて正確にV' mLとする。この液10mLを正確に量り、テトラヒドロフラン5mLを正確に加え、更にポリソルベート80 0.1gに崩壊試験法の第1液を加えて1000mLとした液を加えて正確に100mLとし、試料溶液とする。別にメベンダゾール標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として100℃で4時間減圧乾燥し、その約0.022gを精密に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、ポリソルベート80 0.1gに崩壊試験法の第1液を加えて1000mLとした液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長287nm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。

メベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃)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 : メベンダゾール標準品の量(mg)

C : 1錠中のメベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	120分	70%以上

メベンダゾール標準品 C₁₆H₁₃N₃O₃ : 295.29 メチル 5-ベンゾイル-2-ベンズイミダゾールカルバメートで、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 メベンダゾール100gを薄めたギ酸(17→20)400mLに加え、60℃で15分間攪拌し、減圧ろ過する。55℃に加温したろ液に水400mLを徐々に加えた後、メベンダゾールの種晶を加えて、25℃で1時間攪拌し、析出した結晶をろ取す。

る。結晶を水 200mL 及びアセトン 100mL で洗浄し、90℃で 17 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3410cm^{-1} 及び 1720cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.1g をクロロホルム/ギ酸混液(9:1)10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、クロロホルム/ギ酸混液(9:1)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 10 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/ギ酸/メタノール混液(18:1:1)を展開溶媒として約 12cm 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 0.5%以下 (1g, 減圧, 酸化リン(V), 100℃, 4 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.23g を精密に量り、ギ酸 3mL に溶かし、更に非水滴定用酢酸 40mL を加え、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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 29.529mg $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3$

塩酸メチルフェニデート散 Methylphenidate Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)約 0.01g 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 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メチルフェニデート標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 16mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のメチルフェニデートのピーク面積 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。

塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸メチルフェニデート標準品の量(mg)

W_T : 塩酸メチルフェニデート散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 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 : 25℃付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(160 : 40 : 1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量 : メチルフェニデートの保持時間が約 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、メチルフェニデート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、メチルフェニデート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
10mg/g	15 分	80%以上

塩酸メチルフェニデート標準品 「塩酸メチルフェニデート」.

塩酸メチルフェニデート錠 Methylphenidate 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 0.5 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 中に塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)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 5mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メチルフェニデート標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 16mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のメチルフェニデートのピーク面積 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。

塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸メチルフェニデート標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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填する。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(160 : 40 : 1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：メチルフェニデートの保持時間が約 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、メチルフェニデート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、メチルフェニデート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
10mg	15 分	75%以上

塩酸メチルフェニデート標準品 「塩酸メチルフェニデート」.

ペルフェナジン散 Perphenazine 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ペルフェナジン ($C_{21}H_{26}ClN_3OS$) 約 8mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 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。別にペルフェナジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 65°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 255nm 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。

ペルフェナジン ($C_{21}H_{26}ClN_3OS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : ペルフェナジン標準品の量 (mg)

W_T : ペルフェナジン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のペルフェナジン ($C_{21}H_{26}ClN_3OS$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	80%以上

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

マレイン酸カルピプラミン散 Carpipramine Maleate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いマレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)約 0.063g 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 10mL とし、試料溶液とする。別にマレイン酸カルピプラミン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 105℃で 8 時間減圧乾燥し、その約 0.018g を精密に量り、水 30mL 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 25mL 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 247nm 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。

マレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)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 : マレイン酸カルピプラミン標準品の量(mg)

W_T : マレイン酸カルピプラミン散の秤取量(g)

C : 1g 中のマレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
126mg/g	30 分	75%以上

マレイン酸カルピプラミン標準品 「マレイン酸カルピプラミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、マレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)99.0% 以上を含むもの。

ウルソデオキシコール酸顆粒 Ursodeoxycholic Acid Granules

溶出試験 本品の表示量に従いウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約0.05g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、次のろ液を試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸標準品を105℃で2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、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 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。

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ウルソデオキシコール酸標準品の量(mg)

W_T : ウルソデオキシコール酸顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)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 : 40℃付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(1→500)/アセトニトリル混液(11 : 9)

流量 : ウルソデオキシコール酸の保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸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
50mg/g	15 分	80%以上

ウルソデオキシコール酸標準品 ウルソデオキシコール酸(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)99.0%以上を含むもの。

ウルソデオキシコール酸錠 Ursodeoxycholic Acid 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 中にウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)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→2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸標準品を 105℃で 2 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 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 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、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 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。

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_S : ウルソデオキシコール酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)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填する。

カラム温度 : 40℃付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(1→500)/アセトニトリル混液(11 : 9)

流量 : ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコール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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ウルソデオキシコール酸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
50mg	30 分	80%以上
100mg	45 分	70%以上

ウルソデオキシコール酸標準品 ウルソデオキシコール酸(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)99.0%以上を含むもの.

リン酸ピリドキサル腸溶錠

Pyridoxal Phosphate Enteric-coated Tablets

溶出試験

[pH1.2] 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1→10000) 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 0.45 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 中にリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)約 11 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1→10000)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、ラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1→10000)に溶かし、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の崩壊試験法の第 1 液溶液(1→10000)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 295nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 500nm 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。

リン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)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 : リン酸ピリドキサル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量(mg)

[pH6.8] 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→10000) 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 0.45 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 中にリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)約 11 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→10000)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、ラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素

二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→10000)に溶かし、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の pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→10000)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 388nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 500nm 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。

リン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)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 : リン酸ピリドキサル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
10mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上
20mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上
30mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, **pH6.8** 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、pH6.8 に調整する。

アセチルフエネトライド散 Acetylpheneturide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いアセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液にポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL とした液 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 $0.45\mu m$ 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、次のろ液を試料溶液とする。別にアセチルフエネトライド標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として $60^{\circ}C$ で 3 時間減圧($0.67kpa$ 以下)乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、ポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL とした液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL 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 257nm 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。

アセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_S : アセチルフエネトライド標準品の量(mg)

W_T : アセチルフエネトライドの秤取量(g)

C : 1g 中のアセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	90 分	75%以上

アセチルフエネトライド標準品 「アセチルフエネトライド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)99.0%以上を含むもの。

アセチルフエネトライド錠

Acetylpheneturide 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(1→200)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 0.45 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 中にアセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)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→200)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアセチルフエネトライド標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧(0.67kpa 以下)乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、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につき、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→200)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 257nm 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。

アセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)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 : アセチルフエネトライド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45 分	75%以上

アセチルフエネトライド標準品 「アセチルフエネトライド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセチルフエネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)99.0%以上を含むもの。

ピロミド酸錠 Piromidic Acid 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の pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3→200) 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 0.45 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 中にピロミド酸($C_{14}H_{16}N_4O_3$)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の pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3→200)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にピロミド酸標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、ラウリル硫酸ナトリウムの pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3→200)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の pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3→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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 274nm 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。

ピロミド酸($C_{14}H_{16}N_4O_3$)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 : ピロミド酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のピロミド酸($C_{14}H_{16}N_4O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45 分	75%以上

ピロミド酸標準品 「ピロミド酸」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピロミド酸($C_{14}H_{16}N_4O_3$)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, pH8.0 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、pH8.0 に調整する。