

ナリジクス酸錠

Nalidixic Acid Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH7.8 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 0.45 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 中にナリジクス酸($C_{12}H_{12}N_2O_3$)約 11 μ g を含む液となるように pH7.8 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 とし、試料溶液とする。別にナリジクス酸標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、pH7.8 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 2mL を正確に量り、pH7.8 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 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 335nm 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。

ナリジクス酸($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : ナリジクス酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のナリジクス酸($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	90 分	70%以上
500mg	120 分	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液に、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、pH7.8 に調整する。

ニフェジピン錠 Nifedipine 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 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 中にニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)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。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、ニフェ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。

ニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)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 : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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：メタノール・0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液(11 : 9)にリン酸を加え、pH6.1 に調整する。

流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、ニフェジピ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
10 mg	30 分	75% 以上

ブスルファン散 Busulfan Powder

溶出試験 本品の表示量に従いブスルファン($C_6H_{14}O_6S_2$)約 2mg 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 30mL 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 10mL を正確に量り、アセトニトリル 2mL 及び酢酸エチル 20mL を正確に加える。この液に、*N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物溶液(3→25)2mL を加え、直ちに 10 分間振り混ぜた後、酢酸エチル層を分取する。この液 10mL を正確に量り、窒素気流下 30℃で蒸発乾固し（この際、90 分以内に乾固するような窒素流量とする。）、残留物に移動相 2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にブスルファン標準品(別途ブスルファン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g 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 2mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、水 10mL 及び酢酸エチル 20mL を正確に加える。この液に、*N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸ナトリウム三水和物溶液(3→25)2mL を加え、直ちに 10 分間振り混ぜた後、以下試料溶液の調製と同様に操作し、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、ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸誘導体のピーク面積 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。

ブスルファン($C_6H_{14}O_6S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{36}{5}$$

W_S : 乾燥物に換算したブスルファン標準品の量 (mg)

W_T : ブスルファン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のブスルファン ($C_6H_{14}O_6S_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

カラム : 内径約 4mm、長さ約 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 : 30℃付近の一定温度

移動相 : メタノール・水混液(4 : 1)

流量 : ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸誘導体の保持時間が約

9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸誘導体のピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で，理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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，ブスルファンの *N,N*-ジエチルジチオカルバミド酸誘導体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	70%以上

ブスルファン標準品 ブスルファン（日局）。ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブスルファン（ $C_6H_{14}O_6S_2$ ）99.0%以上を含むもの。

ホパンテン酸カルシウム散 Calcium Hopantenate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いホパンテン酸カルシウム($C_{20}H_{36}CaN_2O_{10} \cdot 1/2H_2O$)約0.5g 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。別にホパンテン酸カルシウム標準品(別途「ホパンテン酸カルシウム」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225nm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。

ホパンテン酸カルシウム($C_{20}H_{36}CaN_2O_{10} \cdot 1/2H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5} \times 1.018$$

W_s : 脱水物に換算したホパンテン酸カルシウム標準品の量(mg)

W_T : ホパンテン酸カルシウム散の秤取量(g)

C : 1g 中のホパンテン酸カルシウム($C_{20}H_{36}CaN_2O_{10} \cdot 1/2H_2O$)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15分	85%以上

ホパンテン酸カルシウム標準品 「ホパンテン酸カルシウム」。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ホパンテン酸($C_{10}H_{19}NO_5$: 233.26)91.1～93.9%及びカルシウム(Ca : 40.08)7.8～8.1%を含むもの。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン錠 Dihydroergotamine Mesilate 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0.8 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中にメシル酸ジヒドロエルゴタミン(C₃₃H₃₇N₅O₅・CH₄O₃S)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とし、試料溶液とする。別にメシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品（別途メシル酸ジヒドロエルゴタミン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約0.019gを精密に量り、水に溶かし、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50mLとする。更にこの液3mL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、標準溶液及び水につき、蛍光光度法により試験を行い、励起の波長276nm、蛍光の波長356nmにおける蛍光の強さF_T、F_S及びF_Bを測定する。

本品が規格を満たすときは適合とする。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン(C₃₃H₃₇N₅O₅・CH₄O₃S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{27}{5}$$

W_s : 乾燥物に換算したメシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品の量(mg)

C : 1錠中のメシル酸ジヒドロエルゴタミン(C₃₃H₃₇N₅O₅・CH₄O₃S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15分	80%以上

メトクロプラミド散 Metoclopramide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約 7.7mg 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 0.5 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。別にメトクロプラミド標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.021g 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 2mL 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 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、メトクロプラミドのピーク面積 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。

メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : メトクロプラミド標準品の量(mg)

W_T : メトクロプラミド散の秤取量(g)

C : 1g 中のメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量(mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 275nm)

カラム : 内径約 4mm, 長さ約 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 : ラウリル硫酸ナトリウム 0.79g を水 550mL に溶かし、アセトニトリル 450mL 及び酢酸(100) 0.3mL を加える。

流量 : メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミドのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、メトクロプラミド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
15.35 mg/g	15 分	85 %以上

メトクロプラミド細粒

Metoclopramide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約 7.7mg 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 0.5 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。別にメトクロプラミド標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.021g 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 2mL 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 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、メトクロプラミドのピーク面積 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。

メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : メトクロプラミド標準品の量(mg)

W_T : メトクロプラミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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：ラウリル硫酸ナトリウム 0.79g を水 550mL に溶かし、アセトニトリル 450mL 及び酢酸(100) 0.3mL を加える。

流量：メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミドのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、メトクロプラミド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
15.35 mg/g	15 分	75 %以上

メトクロプラミド顆粒

Metoclopramide Granules

溶出試験 本品の表示量に従いメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約 7.7mg 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 0.5 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。別にメトクロプラミド標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.021g 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 2mL 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 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、メトクロプラミドのピーク面積 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。

メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : メトクロプラミド標準品の量(mg)

W_T : メトクロプラミド顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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：ラウリル硫酸ナトリウム 0.79g を水 550mL に溶かし、アセトニトリル 450mL 及び酢酸(100) 0.3mL を加える。

流量：メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミドのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、メトクロプラミド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
15.35 mg/g	15 分	85 %以上

メトクロプラミド錠 Metoclopramide 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 0.5 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 中にメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)約 4.3 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。別にメトクロプラミド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.021g 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 2mL 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 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、メトクロプラミドのピーク面積 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。

メトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)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 : メトクロプラミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメトクロプラミド($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$)の表示量(mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 275nm)

カラム : 内径約 4mm、長さ約 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 : ラウリル硫酸ナトリウム 0.79g を水 550mL に溶かし、アセトニトリル 450mL 及び酢酸(100)0.3mL を加える。

流量 : メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミドのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、メトクロプラミド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
3.84mg	45 分	80%以上
7.67mg	15 分	85%以上

リシノプリル錠

Lisinopril 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中にリシノプリル無水物($C_{21}H_{31}N_3O_5$)約5.6 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。別にリシノプリル標準品(別途本品0.15gにつき、水分測定法の容量滴定法(直接滴定)により水分を測定しておく)約0.015gを精密に量り、水に溶かし、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、リシノプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

リシノプリル無水物($C_{21}H_{31}N_3O_5$)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 : 脱水物に換算したリシノプリル標準品の量(mg)

C : 1錠中のリシノプリル無水物($C_{21}H_{31}N_3O_5$)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 : 60 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 薄めた0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液(1 $\rightarrow$ 2)・アセトニトリル混液(19 : 1)

流量 : リシノプリルの保持時間が約7分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、リシノプリルのピークのシンメトリー係数が1.5以下で、理論段数が1000以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、リシノ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
5mg	60 分	80%以上
10mg	90 分	80%以上
20mg	90 分	75%以上

*リシノプリル無水物として

リシノプリル標準品 [USP24]

チオクト酸アミド顆粒

Thioctic Acid Amide Granules

溶出試験 本品の表示量に従いチオクト酸アミド($C_8H_{15}NOS_2$)約0.03g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。別にチオクト酸アミド標準品を105℃で4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50mLとする。この液2mL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、チオクト酸アミドのピーク面積 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。

チオクト酸アミド($C_8H_{15}NOS_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : チオクト酸アミド標準品の量(mg)

W_T : チオクト酸アミド顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のチオクト酸アミド($C_8H_{15}NOS_2$)の表示量(mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

カラム : 内径約4mm, 長さ約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 : 0.01mol/L リン酸二水素カリウム試液・メタノール混液(11 : 9)

流量 : チオクト酸アミドの保持時間が約7分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、チオクト酸アミドのピークのシンメトリー係数が1.5以下で、理論段数が5000以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、チオクト酸アミド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
30mg/g	30 分	80%以上