

スルファドキシシン500mg・ピリメタミン25mg錠
Sulfadoxine 500mg and Pyrimethamine 25mg Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パドル法により、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 $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した溶出試験第2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、溶出試験開始30分後及び60分後に採取した溶出液から得た液それぞれ2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にピリメタミン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mg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、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(1)とする。また、スルファドキシシン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)2mLずつを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液 $10\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のスルファドキシシンのピーク面積 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び A_{Sa} 及びピリメタミンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 、 $A_{\text{Tb}(2)}$ 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。

スルファドキシシン($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sa}} \times (A_{\text{Ta}(1)} / A_{\text{Sa}}) \times (1 / C_{\text{a}}) \times 1800$$

ピリメタミン($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sb}} \times [(A_{\text{Tb}(1)} / A_{\text{Sb}}) \times 1/45 + (A_{\text{Tb}(2)} / A_{\text{Sb}})] \times (1 / C_{\text{b}}) \times 90$$

W_{Sa} : スルファドキシシン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : ピリメタミン標準品の秤取量(mg)

C_{a} : 1錠中のスルファドキシシン($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$)の表示量(mg)

C_{b} : 1錠中のピリメタミン($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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ィー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：薄めたトリエチルアミン(1→500)190mL にアセトニトリル 60mL を加え，薄めたリン酸(1→10)を加えて pH4.0 に調整する。

流量：スルファドキシンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ピリメタミン，スルファドキシンの順に溶出し，その分離度は 8 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，スルファドキシン及びピリメタミンのピーク面積の相対標準偏差は，それぞれ 2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファドキシン	500 mg	30 分	70%以上
ピリメタミン	25 mg	60 分	70%以上

スルファドキシン標準品 $C_{12}H_{14}N_4O_4S$:310.33 4-アミノ-N-(5,6-ジメトキシ-4-ピリミジニル)ベンゼンスルホンアミド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〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3460cm^{-1} ， 3370cm^{-1} ， 1650cm^{-1} ， 1583cm^{-1} ， 1318cm^{-1} ， 1156cm^{-1} 及び 830cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点〈2.60〉 197～200℃

類縁物質 本品 50mg をアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)5.0mL に溶かし，試料溶液とする。この液 2mL を正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 1mL を正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 10mL 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ィー〈2.03〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘプタン/クロロホルム/エタノール(99.5)/酢酸(100)混液(4:4:4:1)を展開溶媒として約 12 cm 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。

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.5g を精密に量り, *N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に溶かし, 水 10mL を加えた後, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬: チモールフタレイン試液 0.5mL). 別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に水 26mL を加えた液につき, 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=31.03mg $C_{12}H_{14}N_4O_4S$

ピリメタミン標準品 $C_{12}H_{13}ClN_4$: 248.71 2,4-ジアミノ-5-(4-クロロフェニル)-6-エチルピリミジンで, 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〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3460 cm^{-1} , 3310 cm^{-1} , 1626 cm^{-1} , 1574 cm^{-1} , 1437 cm^{-1} 及び 832 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点〈2.60〉 238~242°C

類縁物質 本品 50mg をメタノール 5.0mL 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 100mL とする. 更にこの液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10mL 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ィー〈2.03〉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ィー用シリカゲル(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/1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(16:2:1:1)を展開溶媒として約 12cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これを塩素を満たした槽中に約 1 分間放置した後取り出し, 空気を吹きつけて過剰の塩素を除く. 次に TDM 溶液を薄層板に均等に噴霧し, 直ちに観察するとき, 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〈2.41〉 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 75mL に溶かし, 0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1mL=24.87mg $C_{12}H_{13}ClN_4$

TDM 溶液

A, B 液の全量及び C 液の 1.5mL を用時混合する.

A 液: 4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン 2.5g を酢酸(100)10 mL に溶かした後, 水 50mL を加える.

B液：ヨウ化カリウム 5g を水 100mL に溶かす。

C液：ニンヒドリン 0.3g を水 90mL に溶かし，酢酸(100)10mL を加える。

4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン $C_{17}H_{22}N_2$ 白～帯青白色の光輝ある葉状結晶である。

融点 (2.60) $90\sim 91^{\circ}C$

フェニトイン・フェノバルビタール・安息香酸ナトリウム
カフェイン錠

Phenytoin, Phenobarbital and Caffeine and Sodium Benzoate
Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、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 $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加熱した水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5mLを正確に量り、メタノール5mLを正確に加え、試料溶液とする。別にフェニトイン標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約27mg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10mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、フェニトイン標準原液とする。また、フェノバルビタール標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約18mgを精密に量り、水に溶かして正確に200mLとし、フェノバルビタール標準原液とする。更に、無水カフェイン標準品を 80°C で4時間乾燥し、その約18mgを精密に量り、水に溶かして正確に200mLとし、カフェイン標準原液とする。フェノバルビタール標準原液及びカフェイン標準原液10mLずつを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液とする。フェニトイン標準原液5mLを正確に量り、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $30\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のカフェインのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタールのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにフェニトインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 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安息香酸ナトリウムカフェインの表示量に対する溶出率(%)($n=2$)

$$= W_{\text{Sa}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Ta}(n)}}{A_{\text{Sa}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Ta}(i)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_a} \times 4500 / 49$$

n回目の溶出液採取時におけるフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)($n=2$)

$$= W_{Sb} \times \left\{ \frac{A_{Tb(n)}}{A_{Sb}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tb(i)}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_b} \times 45$$

n 回目の溶出液採取時におけるフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)(n=1, 3)

$$= W_{Sc} \times \left\{ \frac{A_{Tc(n)}}{A_{Sc}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tc(i)}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

C_a : 1錠中の安息香酸ナトリウムカフェインの表示量(mg)

C_b : 1錠中のフェノバルビタルの表示量(mg)

C_c : 1錠中のフェニトインの表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 245nm)

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ィー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 : 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : pH4.3 の 0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(29:21)

流量 : フェニトインの保持時間が約 14.2 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 30 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, カフェイン, フェノバルビタール及びフェニトインの順に溶出し, 隣り合うピークの分離度は 1.5 以上である. また, それぞれ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 30 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, それぞれ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
フェニトイン	16.667mg	15分	55%以下
		90分	70%以上
	20.833mg	15分	50%以下
		120分	70%以上
	25.0mg	15分	45%以下
		180分	70%以上
フェノバルビタール	8.333mg	45分	85%以上
安息香酸ナトリウムカフェイン	16.667mg	45分	85%以上

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを
定量するとき, 無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上を含むもの.

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局).

0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.3 酢酸ナトリウム三水和物
1.36g を水 970mL に溶かし, 酢酸(100)を加え, pH4.3 に調整した後, 水
を加えて 1000mL とする.

ミノサイクリン塩酸塩カプセル Minocycline Hydrochloride Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(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中にミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)約22 μ g(力価)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。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り、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〈2.24〉により試験を行い、波長348nm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。

ミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1カプセル中のミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	15分	70%以上
100mg(力価)	30分	70%以上

マジンドール錠 Mazindol Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、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中にマジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)約0.28 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。別にマジンドール標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約22mg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5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mL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100mLとする。この液10mL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ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、マジンドールのピーク面積A_T、A_S及びマジンドールに対する相対保持時間が約1.2の2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジンのピーク面積A_{TD}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

マジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T + A_{TD} \times 0.88) / A_S \times (V/V) \times (1/C) \times (9/8)$$

W_S : マジンドール標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のマジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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ィー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 : リン酸二水素ナトリウム二水和物2.17gを水700mLに溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)を加えてpH3.0に調整する。この液にアセトニトリル300mL及び1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0gを加える。

流量 : マジンドールの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、

マジンドール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 50 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マジンドー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	規格
0.5mg	30 分	75%以上

マジンドール標準品 $C_{16}H_{13}ClN_2O$: 284.74

(\pm)-5-(4-クロロフェニル)-2,5-ジヒドロ-3*H*-イミダゾ[2,1-*a*]イソインドール-5-オールで、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で精製する。

精製法 マジンドールに *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて加熱して溶かし、温時ろ過する。冷後、ろ液から得られた結晶を分取しアセトンで洗い、減圧下で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

本品 20mg をとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン 2.2mg をとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)40mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) 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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/アンモニア水(28)混液(180:20:1)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 254nm)を照射するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得た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、主スポット及び塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン以外のスポットを認めない(0.5%以下)。

乾燥減量 (2.41) 0.2%以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、酢酸(100)70mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 = 28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン
 \cdot $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 339.22

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品 10mg を薄めた塩酸(1→20)に溶かし 1000mL とした溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により、吸収スペクトルを測定するとき、波長 221～224nm に吸収の極大を示す。

含量 98.0%以上。 定量法 本品約 50mg を精密に量り、非水滴定用酢酸水銀(Ⅱ)試液に溶かした後、酢酸(100)40mL を加え、0.02mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02mol/L 過塩素酸 1mL = 6.784mg $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$

ベンフォチアミン散 Benfotiamine Powder

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)約 34.58mg に対応する量を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，パドル法により，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，0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし，試料溶液とする。別に，ベンフォチアミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し，その約 30mg 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，0.1mol/L 塩酸試液 60mL を正確に加えた後，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〈2.24〉により試験を行い，波長 243nm 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。

ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_s/W_T) \times (A_T/A_s) \times (1/C) \times (225/2)$$

W_s : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
138.3mg/g	15 分	80%以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)99.0 % 以上を含む。

ベンフォチアミン錠

Benfotiamine Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、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中にベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)約15 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、ベンフォチアミン標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約30mg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、0.1mol/L塩酸試液60mLを正確に加えた後、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、0.1mol/L塩酸試液/水(3:2)を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長243nm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。

ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_s : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
34.58mg	90分	70%以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS) 99.0%以上を含む。

フマル酸第一鉄徐放カプセル Ferrous Fumarate Extended-release Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(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し、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中に鉄(Fe)として約 $111\mu\text{g}$ 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。別に硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物約 0.19g を精密に量り、水20mLに溶かした後、希塩酸1mL及び水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水3mLずつを正確に量り、それぞれに1mol/L塩酸試液2mL及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)4mLを正確に加えてよく振り混ぜ、5分間放置後、1,10-フェナントロリン-水和物の鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→1000)10mLを正確に加え、更に水を加えて正確に100mLとし、15分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長510nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 、 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。

n回目の溶出液採取時における鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)
($n = 1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left\{ \frac{A_{T(n)} - A_B}{A_S - A_B} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)} - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : 硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物中の鉄(Fe)の量(mg)

C : 1カプセル中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg	6時間	10~40%
	10時間	30~60%
	24時間	60%以上

* 鉄として

イフェンプロジル酒石酸塩細粒 Ifenprodil Tartrate Fine Granules

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いイフェンプロジル酒石酸塩

$((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約20mg に対応する量を精密に量り、試験液に水900mL を用い、パドル法により、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。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品(別途0.5g につき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mg を精密に量り、水に溶かし、正確に250mL とする。この液10mL 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 $30\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積 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。

イフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 72$$

W_S : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の採取量(g)

C : 1g 中のイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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ィー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 : 無水リン酸水素二ナトリウム1.42g を水に溶かし、1000mL とする。この液650mL にアセトニトリル350mL を加え、リン酸でpH2.5 に調整する。

流量 : イフェンプロジルの保持時間が約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 $30\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、

イフェンプロジル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30 μ L につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、イフェンプロジ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
40mg/g	15分	85%以上

イフェンプロジル酒石酸塩錠 Ifenprodil Tartrate Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、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中にイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 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。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り、水に溶かし、正確に250mLとする。この液10mL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30 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積 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。

イフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 36$$

W_S : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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ィー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 : 無水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水に溶かし、1000mLとする。この液650mLにアセトニトリル350mLを加え、リン酸でpH2.5に調整する。

流量 : イフェンプロジルの保持時間が約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30 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、イフェンプロジル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30 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イフェンプロジ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
10mg	30分	80%以上
20mg	90分	75%以上

アセグラトン錠 Aceglatone Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により毎分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8mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液1mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にアセグラトン標準品(別途2gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約16mgを精密に量り、水100mLを加え、次いで水酸化ナトリウム試液10mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて、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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアセグラトンをアルカリ分解して得られた酢酸のピーク面積 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。

アセグラトン($C_{10}H_{10}O_8$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_s \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 1125$$

W_s : 脱水物換算したアセグラトン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアセグラトン($C_{10}H_{10}O_8$)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8mm, 長さ30cm のステンレス管に9 μ m の水素イオン型の8%架橋度を有するスチレンジビニルベンゼン共重合体カチ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 : 水にリン酸を加えてpH2.8に調整する。

流量 : 酢酸の保持時間が約12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、酢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10000

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，酢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
187.5mg	120分	75%以上

アセグラトン標準品 日本薬局方外医薬品規格「アセグラトン」。ただし，定量するとき，アセグラトン(C₁₀H₁₀O₈)99.0%以上を含むもの。