

## グアイフェネシン 500mg/g 散

**溶出試験** 本品のグアイフェネシン ( $C_{10}H_{14}O_4$ ) 約 100mg 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 15 分後、溶出液 10mL 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 2mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にグアイフェネシン標準品を  $60^\circ\text{C}$  で 3 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 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 273nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{グアイフェネシン } (C_{10}H_{14}O_4) \text{ の表示量に対する溶出率 } (\%) \\ & = (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180 \end{aligned}$$

$W_S$ : グアイフェネシン標準品の量 (mg)

$W_T$ : グアイフェネシン散の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のグアイフェネシン ( $C_{10}H_{14}O_4$ ) の表示量 (mg)

グアイフェネシン標準品    グアイフェネシン標準品 (日局)

## フェニトイン 67mg・フェノバルビタール 33mg 錠

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液にポリソルベート80を0.3w/v%含む水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。溶出試験開始10分後、15分後及び120分後、溶出液20mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5$  °Cに加温した同容量のポリソルベート80を0.3w/v%含む水を正確に注意して補充する。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。別にフェニトイン標準品を $105^\circ\text{C}$ で2時間乾燥し、その約0.019gを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に50mLとし、標準原液(1)とする。また、フェノバルビタール標準品を $105^\circ\text{C}$ で2時間乾燥し、その約0.019gを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に100mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)10mL及び標準原液(2)10mLを正確に量り、ポリソルベート80を0.3w/v%を含む水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20 \mu\text{L}$ 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、それぞれの液のフェニトインのピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ 並びにフェノバルビタルのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Sb}$ を測定する。

本品の10分間、120分間のフェニトインの溶出率及び15分間のフェノバルビタルの溶出率がそれぞれ65%以下、70%以上及び85%以上のときは適合とする。

n回目の溶出液採取時におけるフェニトイン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ )の表示量に対する溶出率 (%) (n=1, 3)

$$= W_{Sa} \times \left[ \frac{A_{Ta(n)} \times 45 + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_{Sa}} \right) \right] \times \frac{1}{C_a} \times 8$$

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

$$= W_{Sb} \times \left[ \frac{A_{Tb(n)} \times 45 + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_{Sb}} \right) \right] \times \frac{1}{C_b} \times 4$$

$W_{Sa}$  : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

$W_{Sb}$  : フェノバルビタル標準品の秤取量(mg)

$C_a$  : 1錠中のフェニトイン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1錠中のフェノバルビタル( $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 258nm)

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 :  $40^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 : メタノール550mLにリン酸水素二ナトリウム・十二水和物3.58gを水900mLに溶かし、リン酸(1→5)を加えてpH3.0に調整し、水を加えて1000mLとした液450mLを加える。

流量：フェニトインの保持時間が約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  $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フェノバルビタール、フェニトインの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フェノバルビタール及びフェニトイ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。

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局)。

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局)。

## アンピシリン 100mg (力価) / g 顆粒

**溶出試験** 本品約 5.0g 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  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、アンピシリン標準品約 0.05g を精密に量り、試験液を加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、アンピシリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{アンピシリン}(\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}) \text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ & = W_S / W_T \times A_T / A_S \times P \times 1 / C \times 9 / 1000 \times 100 \end{aligned}$$

$W_S$ : アンピシリン標準品の秤取量(mg)

$W_T$ : 本品の秤取量(mg)

$P$ : アンピシリン標準品の力価 [ $\mu\text{g}$ (力価)/mg]

$C$ : 本品のアンピシリン( $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$ )の表示力価 [mg(力価)/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 4mm、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 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相: 水 850mL にリン酸水素二アンモニウム 5.943g を加えて溶解する。この液にアセトニトリル 100mL を加え、リン酸で pH を 5.0 に調整した後、更に水を加えて正確に 1000mL とする。

流量: アンピシリンの保持時間が約 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 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、アンピシリンのピークの理論段数は 3000 段以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 3% 以下である。

アンピシリン標準品 アンピシリン標準品 (日局) .

## アンピシリン 250mg (力価) カプセル

**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。溶出試験開始60分後、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。別にアンピシリン標準品約0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ 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、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の60分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

アンピシリンの表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$ : アンピシリン標準品の量[mg(力価)]

$C$ : 1カプセル中のアンピシリンの表示量[mg(力価)]

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230nm)

カラム: 内径4mm, 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: リン酸水素二アンモニウム5.943gを水850mLに溶かし、液体クロマトグラフ用アセトニトリル100mLを加える。この液にリン酸を加え、pH5.0に調整した後、水を加えて正確に1000mLとする。

流量: アンピシリンの保持時間が約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10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アンピシリ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段以上及び1.5以下である。

システムの再現性: 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

アンピシリン標準品 アンピシリン標準品(日局)

## アンピシリン 500mg (力価) カプセル

**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。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 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、アンピシリン標準品約 0.05g を精密に量り、試験液を加えて溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、アンピシリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。  
本品の 60 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

$$\text{アンピシリン(C}_{16}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_4\text{S)の表示量に対する溶出率(\%)} \\ = W_S \times A_T / A_S \times P \times 1 / C \times 9 / 1000 \times 100$$

- $W_S$  : アンピシリン標準品の秤取量(mg)  
 $P$  : アンピシリン標準品の力価 [ $\mu$ g(力価)/mg]  
 $C$  : 本品のアンピシリン(C<sub>16</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の表示力価 [mg(力価)/カプセル]

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4mm、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 : 水 850mL にリン酸水素二アンモニウム 5.943g を加えて溶解する。この液にアセトニトリル 100mL を加え、リン酸で pH を 5.0 に調整した後、更に水を加えて正確に 1000mL とする。

流量 : アンピシリンの保持時間が約 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 10 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、アンピシリンのピークの理論段数は 3000 段以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 3% 以下である。

アンピシリン標準品 アンピシリン標準品 (日局)

## アンピシリン 100mg (力価) / g ドライシロップ

**溶出試験** 本品約 2.50 g 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアンピシリン標準品約 0.028 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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法により試験を行い、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アンピシリンの表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$ : アンピシリン標準品の量 [mg(力価)]

$W_T$ : アンピシリンドライシロップの秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のアンピシリンの表示量 [mg(力価)]

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 230nm)

カラム: 内径 4mm, 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: リン酸水素二アンモニウム 6.6g を水 1000mL に溶かし、液体クロマトグラフ用アセトニトリル 130mL を加える。この液にリン酸を加え、pH6.25 に調整する。

流量: アンピシリンの保持時間が約 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 10 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、アンピシリ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 段以上及び 1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

アンピシリン標準品 アンピシリン標準品 (日局)

## ミトタン 500mg カプセル

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に1w/v%ポリソルベート80を添加した薄めた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100回転で試験を行う。溶出試験開始1時間、3時間及び24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1w/v%ポリソルベート80を添加した薄めた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、次のろ液を試料溶液とする。別にミトタン標準品を $60^{\circ}\text{C}$ で3時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、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法により試験を行い、ミトタンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の1時間、3時間及び24時間の溶出率が、それぞれ15~45%、35~65%及び80%以上のときは適合とする。

n回目の溶出液採取時におけるミトタン( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$ )の表示量に対する溶出率(%)  
(n=1, 2, 3)

$$= W_S \times \left( \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right) \times \frac{1}{C} \times 1800$$

$W_S$ : ミトタン標準品の量 (mg)

$C$ : 1カプセル中のミトタン ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$ ) 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4mm, 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:  $25^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム0.27gをとり、水を加えて溶かし200mLとし、水酸化カリウム試液、0.05mol/Lを加えてpH5.5に調整する。この液200mLにアセトニトリル800mLを加える。

流量: ミトタンの保持時間が約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 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ミトタンのピークの理論段数およびシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。

システムの再現性: 標準溶液 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ミトタンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。



ミトタン標準品  $C_{14}H_{10}Cl_4$  : 320.04

1,1-Dichloro-2-(2-chlorophenyl)-2-(4-chlorophenyl)ethane で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶で、わずかに特異なおいがある。本品はアセトニトリルに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。本品は旋光性を示さない。

#### 確認試験

- (1) 本品 5mg をとり、0.01mol/L 水酸化ナトリウム液 0.2mL 及び水 10mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法によって分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。
- (2) 本品 50mg にエタノール (95) を加えて溶かし 100mL とする。この液 2mL をとりエタノール (95) を加えて 100mL とした液及び 8mL をとりエタノール (95) を加えて 20mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228～231nm, 259～262nm, 265～268nm 及び 273～276nm に吸収の極大を示す。259～262nm, 265～268nm 及び 273～276nm の極大吸収波長における吸光度を  $E_1$ ,  $E_2$  及び  $E_3$  とするとき、 $E_1/E_2$  は 0.84～0.89,  $E_3/E_2$  は 0.66～0.71 である。

融点 75～79°C

#### 純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20g をエタノール (95) 20mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 2.0g に水 40mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 20mL をとり、希硝酸 6mL 及び水を加えて 40mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.70mL を加える (0.025% 以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 2.0g に水 40mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 20mL をとり、希塩酸 1mL 及び水を加えて 40mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005mol/L 硫酸 0.50mL を加える (0.024% 以下)。
- (4) 重金属 本品 2.0g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (10ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 1.0g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1ppm 以下)。
- (6) pp'-DDD 及び op'-DDT 本品約 30mg をとりアセトニトリル 50mL を加えて溶かし試料溶液とする。試料溶液 5 $\mu$ L につき次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、op'-DDD, pp'-DDD 及び op'-DDT のピーク面積  $A_1$ ,  $A_2$  及び  $A_3$  を求めるとき、 $A_2/A_1+A_2+A_3$  は 0.005 以下、 $A_3/A_1+A_2+A_3$  は 0.001 以下である。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 30cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の逆相分配型充てん剤を充てんする。

カラム温度：25°C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/0.01mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH5.5) 混液

(80 : 20)

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 25~50mmHg, 60°C, 3時間) .

強熱残分 0.10%以下 (1g) .

含量 99.5%以上

定量法 本品を乾燥し, その約 40mg を精密に量り, 0.01mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5mL 及び水 20mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法によって分解した後, よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させて検液とする.

検液を 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で中和し, 硝酸 2mL, ニトロベンゼン 4mL 及び硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2mL を加え, 0.1mol/L 硝酸銀液 10mL を正確に加え, 0.05mol/L チオシアン酸カリウム液で滴定する ( $V_1$ mL) . 同様の方法で空試験を行う ( $V_2$ mL) .

ミトタン ( $C_{14}H_{10}Cl_4$ ) の量 (mg) =  $4.001 \times (V_2 - V_1)$

## ニコチン酸トコフェロール 400mg/g 細粒

**溶出試験** 本品約 0.5g を精密に量り、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 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。溶出試験開始 15 分後、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。別にニコチン酸トコフェロール標準品約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5) 5mL を加えて溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)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 10 $\mu$ 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、それぞれの液のニコチン酸トコフェロールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

ニコチン酸トコフェロール( $C_{35}H_{53}NO_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$ : ニコチン酸トコフェロール標準品の量(mg)

$W_T$ : ニコチン酸トコフェロール細粒の秤取量(g)

$C$ : 1g 中のニコチン酸トコフェロール( $C_{35}H_{53}NO_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 264nm)

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: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: メタノール

流量: ニコチン酸トコフェロールの保持時間が約 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニコチン酸トコフェロ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 2500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニコチン酸トコフェロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

**ニコチン酸トコフェロール標準品** ニコチン酸トコフェロール標準品 (日局)。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.8 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、pH 6.8 に調整する

## ニコチン酸トコフェロール 100mg カプセル

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 pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 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。溶出試験開始 15 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にニコチン酸トコフェロール標準品約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5) 10mL を加えて溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)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 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法により試験を行い、それぞれの液のニコチン酸トコフェロールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

ニコチン酸トコフェロール( $\text{C}_{35}\text{H}_{53}\text{NO}_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$ : ニコチン酸トコフェロール標準品の量(mg)

$C$ : 1 カプセル中のニコチン酸トコフェロール( $\text{C}_{35}\text{H}_{53}\text{NO}_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 264nm)

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 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相: メタノール

流量: ニコチン酸トコフェロールの保持時間が約 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 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ニコチン酸トコフェロ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 2500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニコチン酸トコフェロールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ニコチン酸トコフェロール標準品      ニコチン酸トコフェロール標準品 (日局) .

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.8      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、pH 6.8 に調整する。