

別添 1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するものの他、日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する。）

アズレンスルホン酸ナトリウム 3mg/g・L-グルタミン 990mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従いアズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) 約 3mg 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 10mL 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 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。

本品の 15 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

アズレンスルホン酸ナトリウム

別にアズレ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 0.03g 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 とする。更に、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、吸光度測定法により試験を行い、波長 293nm 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。

アズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : アズレンスルホン酸ナトリウム標準品の量 (mg)

W_T : アズレンスルホン酸ナトリウム・L-グルタミン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のアズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) の表示量 (mg)

アズレンスルホン酸ナトリウム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

L-グルタミン

別に L-グルタミン標準品を 105℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、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 20 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、L-グルタミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80%以上。

L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 3600$$

W_s : L-グルタミン標準品の量 (mg)

W_T : アズレンスルホン酸ナトリウム・L-グルタミン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 210nm)

カラム : 内径約 4mm, 長さ約 25cm 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 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.865g を水 1000mL に溶かした液にリン酸 0.5mL 及びアセトニトリル 110mL を加える。

流量 : L-グルタミンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で操作するとき, L-グルタミンのピークのシンメトリー係数が 2.1 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 $20\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, L-グルタミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

L-グルタミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「L-グルタミン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) 99.0% 以上を含む。

アズレンスルホン酸ナトリウム 3mg/g・L-グルタミン 990mg/g 顆粒

溶出試験 本品の表示量に従いアズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) 約 3mg 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 10mL 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 5mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。

本品の 30 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

アズレンスルホン酸ナトリウム

別にアズレ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 0.03g 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 とする。更に、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、吸光度測定法により試験を行い、波長 293nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上。

アズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : アズレンスルホン酸ナトリウム標準品の量 (mg)

W_T : アズレンスルホン酸ナトリウム・L-グルタミン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のアズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$ 又は H_2O) の表示量 (mg)

アズレンスルホン酸ナトリウム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

L-グルタミン

別に L-グルタミン標準品を $105^\circ C$ で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、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 $20\mu L$ 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、L-グルタミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上。

L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 3600$$

W_s : L-グルタミン標準品の量 (mg)

W_T : アズレンスルホン酸ナトリウム・L-グルタミン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 210nm)

カラム : 内径約 4mm, 長さ約 25cm 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 0.865g を水 1000mL に溶かした液にリン酸 0.5mL 及びアセトニトリル 110mL を加える.

流量 : L-グルタミンの保持時間が約 7 分になるように調整する.

カラムの選定 : 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, L-グルタミンのピークのシンメトリー係数が 2.1 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 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, L-グルタミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である.

L-グルタミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「L-グルタミン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) 99.0% 以上を含む.