

別紙

グリブゾール 125mg 錠

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。溶出試験開始 5 分及び 45 分後、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 $0.5 \mu\text{m}$ 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 2.5mL を正確に量り、移動相 2.5mL を加え、更に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別にグリブゾール標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.014g を精密に量り、移動相に溶かし、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 10mL 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、グリブゾールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 5 分間及び 45 分間の溶出率が、それぞれ 50% 以下及び 85% 以上のときは適合とする。

グリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : グリブゾール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のグリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 270nm)

カラム: 内径約 4mm、長さ約 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シ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: pH3.0 の 0.02mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1)

流量: グリブゾールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 $10 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、グリブゾールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

試験の再現性: 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、グリブゾールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

グリブゾール標準品 日本薬局方外医薬品規格「グリブゾール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、グリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) 99.0% 以上を含むもの。

グリブゾール 250mg 錠

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。溶出試験開始 10 分及び 60 分後、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 $0.5 \mu\text{m}$ 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 2.5mL を正確に量り、移動相 5mL を加え、更に薄めた 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。別にグリブゾール標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.014g を精密に量り、移動相に溶かし、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 10mL 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、グリブゾールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 10 分間及び 60 分間の溶出率が、それぞれ 50% 以下及び 85% 以上のときは適合とする。

グリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

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

W_S : グリブゾール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のグリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：270nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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チ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：pH3.0 の 0.02mol/L リン酸塩緩衝液／アセトニトリル混液 (1：1)

流量：グリブゾールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 $10 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、グリブゾールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、グリブゾールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

グリブゾール標準品 日本薬局方外医薬品規格「グリブゾール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、グリブゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) 99.0% 以上を含むもの。