

イブプロフェン 200 mg/g 顆粒

溶出試験

本品約 1g を精密に量り、試験液に pH5.5 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 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 5mL を正確に量り、pH5.5 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 10mL とし、試料溶液とする。別にイブプロフェン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 4 時間減圧（0.67kPa 以下）乾燥し、その約 0.055g 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 10mL を正確に量り、pH5.5 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 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積 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。

イブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : イブプロフェン標準品の量 (mg)

W_T : イブプロフェン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のイブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) 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℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液（3：2）

流量：イブプロフェンの保持時間が約 6 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 8000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン（日局）。ただし、次に示す方法によ

り精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ($C_{13}H_{18}O_2$) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) を用いて 3 回再結晶を行い、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する。

融点 75～76℃。

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間)。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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, pH5.5 に調整する。

イブプロフェン 100 mg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に pH5.5 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 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 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。別にイブプロフェン標準品を酸化リン（V）を乾燥剤として 4 時間減圧（0.67kPa 以下）乾燥し、その約 0.055g 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 10mL を正確に量り、pH5.5 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 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

イブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : イブプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のイブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) 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℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液（3：2）

流量：イブプロフェンの保持時間が約 6 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 8000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン（日局）。ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) を用いて 3 回再結晶を行い，得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する．

融点 75～76℃．

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間) ．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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，pH5.5 に調整する．

イブプロフェン 200 mg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に pH5.5 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 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 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 5mL を正確に量り、pH5.5 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 10mL とし、試料溶液とする。別にイブプロフェン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥し、その約 0.055g 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 10mL を正確に量り、pH5.5 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 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

イブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : イブプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のイブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) 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填する。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル / pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液 (3 : 2)

流量 : イブプロフェンの保持時間が約 6 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 8000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン (日局) . ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$) 99.0%

以上を含み、下記の規格に適合するもの.

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) を用いて 3 回再結晶を行い、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する.

融点 75~76°C.

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間) .

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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, pH5.5 に調整する.