

イブプロフェン顆粒

Ibuprofen Granules

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いイブプロフェン($C_{13}H_{18}O_2$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、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、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 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 28mg を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 50mL とする。この液 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 25mL 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イブプロフェン($C_{13}H_{18}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 720$$

W_S : イブプロフェン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のイブプロフェン($C_{13}H_{18}O_2$)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 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 : 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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	15 分	85%以上

イブプロフェン標準品 イブプロフェン(日局)を次に示す方法により精製したもので、次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 〈2.60〉 75～76℃。

乾燥減量 〈2.41〉 0.10%以下(1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間)。

含量 99.0%以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、エタノール(95)50mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。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 = 20.63mg C₁₃H₁₈O₂

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 無水リン酸水素二ナトリウム 7.098g を水に溶かし、1000mL とする。この液に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を pH5.5 になるまで加える。

イブプロフェン錠

Ibuprofen Tablets

溶出性 〈6.10〉 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，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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にイブプロフェン(C₁₃H₁₈O₂)約 0.11mg を含む液となるように 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 V'mL 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 28mg を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とする．この液 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 25mL 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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

イブプロフェン(C₁₃H₁₈O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 360$$

W_S：イブプロフェン標準品の秤取量(mg)

C：1 錠中のイブプロフェン(C₁₃H₁₈O₂)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 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填する．

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 μ 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 μ 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．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	45 分	70%以上
200mg	45 分	70%以上

イブプロフェン標準品 イブプロフェン(日局)を次に示す方法により精製したもので、次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 〈2.60〉 75～76℃.

乾燥減量 〈2.41〉 0.10%以下(1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4時間).

含量 99.0%以上. **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、エタノール(95)50mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴). 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 = 20.63mg $C_{13}H_{18}O_2$

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 無水リン酸水素二ナトリウム 7.098g を水に溶かし、1000mL とする。この液に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を pH5.5 になるまで加える。