

のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプロベネシド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 酸 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液にフェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 100 mL 及び硝酸 1 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する。冷後、必要ならば水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 100 mL 及び塩酸 1 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する。冷後、必要ならば水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g 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 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g 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 (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.536 \text{ mg C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$$

貯法 容器 密閉容器。

プロベネシド錠

Probenecid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するプロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$; 285.36) を含む。

製法 本品は「プロベネシド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロベネシド」0.5 g に対応する量を取り、エタノール (95) 50 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発し、約 20 mL とする。冷後、析出した結晶をろ取し、希エタノール 50 mL から再結晶し、105 °C で 4 時間乾燥するとき、その融点は 198 ~ 200 °C である。また、このものにつき、「プロベネシド」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の乾燥した結晶のエタノール (95) 溶液 (1 → 50000) 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 224 ~ 226 nm 及び 247 ~ 249

nm に吸収の極大を示し、234 ~ 236 nm に吸収の極小を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 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 30 分後、溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$) 約 14 μg を含む液となるように薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にプロベネシド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) を加えて正確に 50 mL 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 244 nm 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 80 % 以上のときは適合とする。

プロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

ただし、 W_s : プロベネシド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のプロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、エタノール (95) 200 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、70 °C の水浴上で時々振り混ぜながら 30 分間加熱する。冷後、エタノール (95) を加えて正確に 250 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール (95) を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別にプロベネシド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール (95) を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びエタノール (95) を加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL にエタノール (95) を加えて正確に 250 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロベネシド ($\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{NO}_4\text{S}$) の量 (mg)

$$= \text{プロベネシド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。