ワルファリンカリウム錠

製剤均一性の項の次に次を追加する.

溶 出 性〈*6.10*〉 試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行うとき，0.5 mg 錠，1 mg 錠及び 2 mg 錠の 15 分間の溶出率及び 5 mg 錠の 30 分間の溶出率はそれぞれ 80%以上である．

本品 1 個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 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 中にワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）約 0.56 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にワルファリンカリウム標準品を 105℃で 3 時間乾燥し，その約 22 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL 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，それぞれの液のワルファリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 4)$$

W_S：ワルファリンカリウム標準品の秤取量(mg)

C：1 錠中のワルファリンカリウム（$C_{19}H_{15}KO_4$）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：283 nm）

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：35℃付近の一定温度

移動相：メタノール/水/リン酸混液（700：300：1）

流量：ワルファリンの保持時間が約 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 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ワルファリ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 2000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ワルファリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

9．0 1 標準品のワルファリンカリウム標準品の項を次のように改める.

ワルファリンカリウム標準品 確認試験，製剤均一性，溶出性，定量法