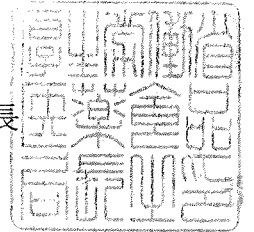


薬食発第 0321008 号
平成 20 年 3 月 21 日

各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬食品局長



日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成 13 年 12 月 25 日付け医薬発第 1411 号厚生労働省医薬局長通知により定めているところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を別添のとおり取りまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。



チアミンジスルフィド錠
Thiamine Disulfide Tablets

溶出性 (6.10) 本品1個をとり、試験液に水 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にチアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた 0.2mol/L 塩酸試液(3→4)2mL を正確に加えて混和し、試料溶液とする。別にチアミンジスルフィド標準品(別途 0.2g につき、容量滴定法、直接滴定により水分(2.48)を測定しておく)約 20mg を精密に量り、1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加え、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、1mol/L 塩酸試液 4mL を水で 100mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 242nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 400nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{チアミンジスルフィド}(C_{24}H_{34}N_8O_4S_2)\text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ & = W_s \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times (V/V') \times (1/C) \times (252/5) \end{aligned}$$

W_s : 脱水物に換算したチアミンジスルフィド標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のチアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	60分	70%以上

ニフェジピン徐放カプセル Nifedipine Extended-release Capsules

溶出性 a <6.10> 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温したポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)約 $11\mu\text{g}$ を含む液となるようにポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に $V\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途 105°C で 2 時間乾燥し、その減量 <2.41> を測定しておく)約 28mg を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)の表示量に対する溶出率(%)($n = 1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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°C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液

(11 : 9)にリン酸を加え, pH 6.1 に調整する.

流量 : ニフェジピンの保持時間が約 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, ニフェジピ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 4000 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, ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	20~50%
	60 分	40~70%
	6 時間	70%以上
20mg	30 分	20~50%
	60 分	35~65%
	6 時間	65%以上

溶出性b <6.10> 本操作は光を避けて行う. 本品1個をとり, 試験液に溶出試験第2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を正確にとり, 直ちに37 \pm 0.5 $^{\circ}$ Cに加温した溶出試験第2液20mLを正確に注意して補う. 溶出液は孔径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V mLを正確に量り, 表示量に従い1mL中にニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約5.6 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし, 試料溶液とする. 別にニフェジピン標準品(別途105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し, その減量<2.41>を測定しておく)約25mgを精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に100mLとする. この液2mLを正確に量り, 溶出試験第2液を加えて正確に100mL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, それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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.

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の表示量に対する溶出率(%)($n = 1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン($C_{17}H_{18}N_2O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : メタノール/0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液(11 : 9)にリン酸を加え, pH 6.1 に調整する.

流量 : ニフェジピンの保持時間が約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, ニフェジピ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4000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, ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	4時間	75%以上
10mg	60分	5~35%
	90分	35~65%
	4時間	75%以上
15mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	6時間	70%以上

ブロモクリプチンメシル酸塩錠 Bromocriptine Mesilate Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 0.5 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)約 2.8 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液 10mL を正確に量り、0.2mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に、ブロモクリプチンメシル酸塩標準品(別途 80°C で 5 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)約 16mg を精密に量り、0.2mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.2mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。別に 0.2mol/L 塩酸試液 10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 20mL とし、対照溶液とする。試料溶液、標準溶液及び対照溶液につき、蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い、励起の波長 302nm、蛍光の波長 422nm における蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times (V/V) \times (1/C) \times 18 \times 0.872$$

W_S : 乾燥物に換算したブロモクリプチンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	規格
2.5mg	15分	85%以上

*ブロモクリプチンとして

エトポシド軟カプセル Etoposide Soft Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にエトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)約28 μ g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。別にエトポシド標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 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、それぞれの液のエトポシドのピーク面積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。

エトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : 脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量(mg)

C : 1カプセル中のエトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ25cm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 : 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 硫酸ナトリウム十水和物6.44gを薄めた酢酸(100)(1 \rightarrow 100)に溶かし1000mLとした液にアセトニトリル400mLを加える。

流量 : エトポシドの保持時間が約7分になるよう調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、エトポシドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回

繰り返すとき, エトポシド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
25 mg	30 分	85%以上
50 mg	30 分	85%以上
100 mg	30 分	85%以上

エトポシド標準品 エトポシド(日局).

トラゾドン塩酸塩錠 Trazodone Hydrochloride Tablets

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)約 28 μ g 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、トラゾドン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、試料溶液及び標準溶液のトラゾドンのピーク面積 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。

トラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
 $= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$

W_S : トラゾドン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二アンモニウム 2.6g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH6.5 に調整する。この液 300mL をとり、メタノール 700mL を加える。

流量 : トラゾドンの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するときトラゾド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30分	85%以上
50mg	30分	85%以上

トラゾドン塩酸塩標準品 $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$: 408.32

2-[3-[4-(*m*-Chlorophenyl)-1-piperazinyl] propyl]-*s*-triazolo [4,3-*a*] pyridin-3(2*H*)-one hydrochloride で下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本品をエタノール(99.5)で再結晶する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1704cm^{-1} , 1641cm^{-1} , 1596cm^{-1} , 1436cm^{-1} 及び 743cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 25mg を水/アセトニトリル混液(3 : 2)25mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液(3 : 2)を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のトラゾドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトラゾドンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm 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：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/ジエチルアミン混液(1200 : 800 : 1)

流量：トラゾドンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラゾドンの保持時間の約 1.5 倍の範囲。

システム適合性

システムの性能：4-アミノ安息香酸イソプロピル及び 4-アミノ安息香酸 *n*-プロピル 5mg ずつをメタノール 100mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ安息香酸イソプロピル、4-アミノ安息香酸 *n*-プロピルの順に溶出し、その

分離度は 1.5 以上である。

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液 (3：2) を加えて正確に 10mL とする。この液 20 μ L から得たトラゾドンのピーク面積が，標準溶液のトラゾドンの面積の 45～55% になることを確認する。

乾燥減量〈2.41〉 0.5% 以下(1g, 減圧, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)

含量 99.5%以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，無水酢酸 80mL を加え，加温して溶かす。冷後，0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.83mg $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$

4-アミノ安息香酸 n-プロピル $NH_2C_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$ 含量 98.0%以上含む。白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点〈2.60〉 72～76 $^{\circ}$ C

定量法 本品約 0.3g を精密に量り，酢酸(100)50mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 17.92mg $C_{10}H_{13}NO_2$

スルファジメトキシシ末 Sulfadimethoxine Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いスルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S) 約 50mg に対応する量を精密に量り，試験液に pH7.5 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 100 回転で試験を行う。ただし，試料は試験液に分散するように投入する。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 4mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする。別にスルファジメトキシシ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，その約 28mg を精密に量り，1mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り，pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 5mL を加えた後，1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い，波長 267 nm における吸光度 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。

スルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S)の表示量に対する溶出率(%)
$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180$$

W_S : スルファジメトキシシ標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(mg)

C : 1g 中のスルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1 g/g	180 分	70%以上

スルファジメトキシシ標準品 「スルファジメトキシシ」.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.5 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，pH7.5 に調整する。

クロルプロマジン塩酸塩 25mg・プロメタジン塩酸塩 12.5mg・
フェノバルビタール 40mg 錠
Chlorpromazine Hydrochloride 25mg,
Promethazine Hydrochloride 12.5mg and Phenobarbital 40mg Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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、次のろ液を試料溶液とする。別にクロルプロマジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 28mg、プロメタジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 14mg 及びフェノバルビタール標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 44mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、それぞれの液のクロルプロマジンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、プロメタジンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにフェノバルビタールのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 90$

プロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 90$

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 90$

W_{Sa} : クロルプロマジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

C_a : 1 錠中のクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のプロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_c : 1 錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 (1 \rightarrow 2) / アセトニトリル混液(27 : 13)

流量：フェノバルビタールの保持時間が約 4 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フェノバルビタール、プロメタジン、クロルプロマジンの順に溶出し、フェノバルビタール、プロメタジン及びクロルプロマジンの分離度はそれぞれ 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フェノバルビタール、プロメタジン及びクロルプロマジンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0% 以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルプロマジン塩酸塩	25mg	60 分	70%以上
プロメタジン塩酸塩	12.5mg		70%以上
フェノバルビタール	40mg		70%以上

クロルプロマジン塩酸塩標準品 クロルプロマジン塩酸塩(日局)。

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局)。

クロルプロマジン塩酸塩 12.5mg・プロメタジン塩酸塩 12.5mg・
フェノバルビタール 30mg 錠
Chlorpromazine Hydrochloride 12.5mg,
Promethazine Hydrochloride 12.5mg and Phenobarbital 30mg Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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、次のろ液を試料溶液とする。別にクロルプロマジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 14mg、プロメタジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 14mg 及びフェノバルビタール標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 33mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、それぞれの液のクロルプロマジンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、プロメタジンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにフェノバルビタールのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 90$

プロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 90$

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_{Sc} \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 90$

W_{Sa} : クロルプロマジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

C_a : 1 錠中のクロルプロマジン塩酸塩($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のプロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_c : 1 錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 (1 \rightarrow 2) / アセトニトリル混液(27 : 13)

流量：フェノバルビタールの保持時間が約 4 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，フェノバルビタール，プロメタジン，クロルプロマジンの順に溶出し，フェノバルビタール，プロメタジン及びクロルプロマジンの分離度はそれぞれ 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フェノバルビタール，プロメタジン及びクロルプロマジンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルプロマジン塩酸塩	12.5mg	90 分	75%以上
プロメタジン塩酸塩	12.5mg		75%以上
フェノバルビタール	30mg		70%以上

クロルプロマジン塩酸塩標準品 クロルプロマジン塩酸塩(日局).

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩(日局). ただし，乾燥したものを定量するとき，プロメタジン塩酸塩($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).

プロメタジン塩酸塩錠 Promethazine Hydrochloride Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パドル法により、毎分100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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にプロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)約5.6 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にプロメタジン塩酸塩標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100mL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〈2.24〉により試験を行い、波長249nmにおける吸光度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。

プロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$$

W_s : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のプロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	45分	85%以上
25mg	45分	85%以上

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)99.0%以上を含むもの。

アリメマジン酒石酸塩散
Alimemazine Tartrate Powder

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約2.5mgに対応する量を精密に量り、試験液に水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、次のろ液を試料溶液とする。別にアリメマジン酒石酸塩標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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〈2.24〉により試験を行い、波長251nmにおける吸光度 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。

アリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率 (%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 9$$

W_S : アリメマジン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g中のアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10 mg/g	15分	80%以上

アリメマジン酒石酸塩標準品 アリメマジン酒石酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 99.0%以上を含むもの。

アリメマジン酒石酸塩錠 Alimemazine Tartrate Tablets

溶出性 〈6.10〉本品 1 個をとり，試験液に水 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約 2.8 μ g 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．別にアリメマジン酒石酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 28mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL 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 〈2.24〉により試験を行い，波長 251nm における吸光度 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．

アリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : アリメマジン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2.5 mg	30 分	75%以上

アリメマジン酒石酸塩標準品 アリメマジン酒石酸塩(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，アリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 99.0%以上を含むもの．

プラジカンテル錠 Praziquantel Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にポリソルベート80 20gに水を加えて1000mLとした液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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にプラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)約0.67mgを含む液となるようにポリソルベート80 20gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にプラジカンテル標準品(別途1gにつき、50°Cで2時間減圧乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)約30mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLとする。この液10mLを正確に量り、ポリソルベート80 20gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確に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〉により試験を行ない、それぞれの液のプラジカンテルのピーク面積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。

プラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (I/C) \times 1800$$

W_s : 乾燥物に換算したプラジカンテル標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のプラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 263nm)

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 : 35°C付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/水混液 (3 : 2)

流量 : プラジカンテルの保持時間が約4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、プラジカンテルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それ

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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回
 繰り返すとき，プラジカンテル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
600 mg	45 分	70%以上

プラジカンテル標準品 (C₁₉H₂₄N₂O₂)：312.41 (±)-2-(シクロヘキシルカルボニル)-1, 2, 3, 6, 7, 11b-ヘキサヒドロ-4H-ピラジノ[2, 1-a]イソキノリン-4-オンで，下記規格に適合するもの。必要な場合は次に示す方法により精製する。

精製法 メタノールから再結晶し減圧乾燥する。

性状 本品は白色～ほとんど白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2940cm⁻¹，2860cm⁻¹，1650cm⁻¹，1625cm⁻¹，1450cm⁻¹ 及び 1420cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品約 40mg を水/アセトニトリル混液(11:9)10 mL に溶かし，試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試料溶液のプラジカンテルのピーク面積 A 及び個々のピーク面積 A_n を自動積分法により測定し，次式により個々の類縁物質の量を求めるとき，類縁物質の合計は 0.5%以下である。

$$\text{個々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_n \times f_n \times 100}{A + \sum (A_n \times f_n)}$$

f_n ：感度補正係数 次の感度補正係数を用いる。

プラジカンテルに対する 相対保持時間	感度補正係 数
約 0.62	1.18
約 2.19	0.82
約 2.81	1.13
その他	1.00

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 25cm 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：25°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液 (11：9)

流量：プラジカンテルの保持時間が約 10 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプラジカンテルの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液(11:9)に溶かし正確に 20mL とする. 更にこの液 5mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液(11:9)を加えて正確に 50mL とし，システム適合性試験用溶液とする. システム適合性試験用溶液 2mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とする. この液 20 μ L から得たプラジカンテルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たプラジカンテルのピーク面積の 7~13%になることを確認する.

システムの性能：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プラジカンテルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.5 以下である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プラジカンテルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である.

乾燥減量 〈2.41〉 0.5%以下(1g, 減圧, 50°C, 2 時間)

強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1g)

含量 換算した脱水物に対し 99.0%以上. 100%より，類縁物質の量(%)及び強熱残分の量(%)を差し引いて求める.

ヒドロクロロチアジド錠 Hydrochlorothiazide Tablets

溶出性 (6.10) 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パドル法により、毎分100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1 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にヒドロクロロチアジド(C₇H₈ClN₃O₄S₂)約11 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にヒドロクロロチアジド標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、メタノール4mLを加えて溶かし、溶出試験第2液を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、溶出試験第2液を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、それぞれの液の波長272nmにおける吸光度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。

ヒドロクロロチアジド(C₇H₈ClN₃O₄S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_s : ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のヒドロクロロチアジド(C₇H₈ClN₃O₄S₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30分	80%以上

ヒドロクロロチアジド標準品 ヒドロクロロチアジド(日局).

スルファドキシシン500mg・ピリメタミン25mg錠
Sulfadoxine 500mg and Pyrimethamine 25mg Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2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を正確にとり、直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した溶出試験第2液20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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、溶出試験開始30分後及び60分後に採取した溶出液から得た液それぞれ2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にピリメタミン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(1)とする。また、スルファドキシシン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)2mLずつを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のスルファドキシシンのピーク面積 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び A_{Sa} 及びピリメタミンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 、 $A_{\text{Tb}(2)}$ 及び A_{Sb} を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スルファドキシシン($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sa}} \times (A_{\text{Ta}(1)} / A_{\text{Sa}}) \times (1 / C_{\text{a}}) \times 1800$$

ピリメタミン($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{\text{Sb}} \times [(A_{\text{Tb}(1)} / A_{\text{Sb}}) \times 1/45 + (A_{\text{Tb}(2)} / A_{\text{Sb}})] \times (1 / C_{\text{b}}) \times 90$$

W_{Sa} : スルファドキシシン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : ピリメタミン標準品の秤取量(mg)

C_{a} : 1錠中のスルファドキシシン($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$)の表示量(mg)

C_{b} : 1錠中のピリメタミン($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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：薄めたトリエチルアミン(1→500)190mL にアセトニトリル 60mL を加え，薄めたリン酸(1→10)を加えて pH4.0 に調整する．

流量：スルファドキシンの保持時間が約 7 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ピリメタミン，スルファドキシンの順に溶出し，その分離度は 8 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルファドキシン及びピリメタミンのピーク面積の相対標準偏差は，それぞれ 2.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファドキシン	500 mg	30 分	70%以上
ピリメタミン	25 mg	60 分	70%以上

スルファドキシン標準品 $C_{12}H_{14}N_4O_4S$:310.33 4-アミノ-N-(5,6-ジメトキシ-4-ピリミジニル)ベンゼンスルホンアミドで下記の規格に適合するもの．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3460 cm^{-1} ，3370 cm^{-1} ，1650 cm^{-1} ，1583 cm^{-1} ，1318 cm^{-1} ，1156 cm^{-1} 及び 830 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉 197～200℃

類縁物質 本品 50mg をアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)5.0mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 1mL を正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 10mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘプタン／クロロホルム／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(4：4：4：1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.5g を精密に量り, *N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に溶かし, 水 10mL を加えた後, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬: チモールフタレイン試液 0.5mL). 別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に水 26mL を加えた液につき, 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=31.03mg $C_{12}H_{14}N_4O_4S$

ピリメタミン標準品 $C_{12}H_{13}ClN_4$: 248.71 2,4-ジアミノ-5-(4-クロロフェニル)-6-エチルピリミジンで, 下記の規格に適合するもの.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3460 cm^{-1} , 3310 cm^{-1} , 1626 cm^{-1} , 1574 cm^{-1} , 1437 cm^{-1} 及び 832 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点〈2.60〉 238~242°C

類縁物質 本品 50mg をメタノール 5.0mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とする. 更にこの液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にメタノール/1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(16:2:1:1)を展開溶媒として約 12cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これを塩素を満たした槽中に約 1 分間放置した後取り出し, 空気を吹きつけて過剰の塩素を除く. 次に TDM 溶液を薄層板に均等に噴霧し, 直ちに観察するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 75mL に溶かし, 0.1mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する(電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1mL=24.87mg $C_{12}H_{13}ClN_4$

TDM 溶液

A, B 液の全量及び C 液の 1.5mL を用時混合する.

A 液: 4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン 2.5g を酢酸(100)10 mL に溶かした後, 水 50mL を加える.

B液：ヨウ化カリウム 5g を水 100mL に溶かす。

C液：ニンヒドリン 0.3g を水 90mL に溶かし，酢酸(100)10mL を加える。

4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン $C_{17}H_{22}N_2$ 白～帯青白色の光輝ある葉状結晶である。

融点〈2.60〉 90～91°C

フェニトイン・フェノバルビタール・安息香酸ナトリウム
カフェイン錠

Phenytoin, Phenobarbital and Caffeine and Sodium Benzoate
Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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、メタノール5mLを正確に加え、試料溶液とする。別にフェニトイン標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約27mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、フェニトイン標準原液とする。また、フェノバルビタール標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約18mgを精密に量り、水に溶かして正確に200mLとし、フェノバルビタール標準原液とする。更に、無水カフェイン標準品を 80°C で4時間乾燥し、その約18mgを精密に量り、水に溶かして正確に200mLとし、カフェイン標準原液とする。フェノバルビタール標準原液及びカフェイン標準原液10mLずつを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液とする。フェニトイン標準原液5mLを正確に量り、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $30\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のカフェインのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタールのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにフェニトインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

n回目の溶出液採取時における安息香酸ナトリウムカフェインの表示量に対する溶出率(%)($n=2$)

$$= W_{\text{Sa}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Ta}(n)}}{A_{\text{Sa}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Ta}(i)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_a} \times 4500 / 49$$

n回目の溶出液採取時におけるフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)($n=2$)

$$= W_{Sb} \times \left\{ \frac{A_{Tb(n)}}{A_{Sb}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tb(i)}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_b} \times 45$$

n 回目の溶出液採取時におけるフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)(n=1, 3)

$$= W_{Sc} \times \left\{ \frac{A_{Tc(n)}}{A_{Sc}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tc(i)}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

C_a : 1錠中の安息香酸ナトリウムカフェインの表示量(mg)

C_b : 1錠中のフェノバルビタルの表示量(mg)

C_c : 1錠中のフェニトインの表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 245nm)

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 : 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : pH4.3 の 0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(29:21)

流量 : フェニトインの保持時間が約 14.2 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 30 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, カフェイン, フェノバルビタール及びフェニトインの順に溶出し, 隣り合うピークの分離度は 1.5 以上である。また, それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 1500 段以上, 2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 30 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, それぞれのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
フェニトイン	16.667mg	15分	55%以下
		90分	70%以上
	20.833mg	15分	50%以下
		120分	70%以上
	25.0mg	15分	45%以下
		180分	70%以上
フェノバルビタール	8.333mg	45分	85%以上
安息香酸ナトリウムカフェイン	16.667mg	45分	85%以上

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを
定量するとき, 無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上を含むもの.

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局).

0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.3 酢酸ナトリウム三水和物
1.36g を水 970mL に溶かし, 酢酸(100)を加え, pH4.3 に調整した後, 水
を加えて 1000mL とする.

ミノサイクリン塩酸塩カプセル Minocycline Hydrochloride Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)約22 μ g(力価)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。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長348nmにおける吸光度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。

ミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1カプセル中のミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	15分	70%以上
100mg(力価)	30分	70%以上

マジンドール錠 Mazindol Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に水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0.5 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にマジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)約0.28 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にマジンドール標準品を105°Cで4時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確に量り、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、マジンドールのピーク面積A_T、A_S及びマジンドールに対する相対保持時間が約1.2の2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジンのピーク面積A_{TD}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{マジンドール(C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_{2}\text{O)の表示量に対する溶出率(\%)} \\ & = W_S \times (A_T + A_{TD} \times 0.88) / A_S \times (V/V) \times (1/C) \times (9/8) \end{aligned}$$

W_S : マジンドール標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のマジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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 : 25°C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物2.17gを水700mLに溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)を加えてpH3.0に調整する。この液にアセトニトリル300mL及び1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0gを加える。

流量 : マジンドールの保持時間が約8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、

マジンドール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 50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、マジンドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	規格
0.5mg	30分	75%以上

マジンドール標準品 $C_{16}H_{13}ClN_2O$: 284.74

(\pm)-5-(4-クロロフェニル)-2,5-ジヒドロ-3*H*-イミダゾ[2,1-*a*]インドール-5-オールで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法で精製する。

精製法 マジンドールに *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて加熱して溶かし、温時ろ過する。冷後、ろ液から得られた結晶を分取しアセトンで洗い、減圧下で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。

本品 20mg をとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン 2.2mg をとり、メタノール/クロロホルム混液(1:1)40mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー 〈2.03〉 により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/アンモニア水(28)混液(180:20:1)を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。また、試料溶液には、主スポット及び塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン以外のスポットを認めない(0.5%以下)。

乾燥減量 〈2.41〉 0.2%以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 4時間)

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、酢酸(100)70mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 339.22

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品 10mg を薄めた塩酸(1→20)に溶かし 1000mL とした溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により、吸収スペクトルを測定するとき、波長 221~224nm に吸収の極大を示す。

含量 98.0%以上。 定量法 本品約 50mg を精密に量り、非水滴定用酢酸水銀(II)試液に溶かした後、酢酸(100)40mL を加え、0.02mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02mol/L 過塩素酸 1mL = 6.784mg $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$

ベンフォチアミン散 Benfotiamine Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)約 34.58mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 $0.45\mu m$ 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 10mL を正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に、ベンフォチアミン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液 60mL を正確に加えた後、水を加えて正確に 100mL 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 (2.24) により試験を行い、波長 243nm における吸光度 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。

ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (225/2)$$

W_S : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
138.3mg/g	15 分	80%以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)99.0 % 以上を含む。

ベンフォチアミン錠

Benfotiamine Tablets

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり，試験液に水 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)約 15 μ g を含む液となるように 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に，ベンフォチアミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し，その約 30mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 60mL を正確に加えた後，水を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.1mol/L 塩酸試液/水(3:2)を対照とし，紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い，波長 243nm における吸光度 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．

ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : ベンフォチアミン標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
34.58mg	90 分	70 %以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンフォチアミン($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$) 99.0 % 以上を含む．

フマル酸第一鉄徐放カプセル Ferrous Fumarate Extended-release Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中に鉄(Fe)として約 $111\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別に硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物約0.19gを精密に量り、水20mLに溶かした後、希塩酸1mL及び水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水3mLずつを正確に量り、それぞれに1mol/L塩酸試液2mL及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)4mLを正確に加えてよく振り混ぜ、5分間放置後、1,10-フェナントロリン-水和物の鉄試験用pH4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→1000)10mLを正確に加え、更に水を加えて正確に100mLとし、15分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長510nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 、 A_S 及び A_B を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

n回目の溶出液採取時における鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)
($n = 1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)} - A_B}{A_S - A_B} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)} - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : 硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物中の鉄(Fe)の量(mg)

C : 1カプセル中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg	6時間	10~40%
	10時間	30~60%
	24時間	60%以上

* 鉄として

イフェンプロジル酒石酸塩細粒 Ifenprodil Tartrate Fine Granules

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いイフェンプロジル酒石酸塩

$((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約20mg に対応する量を精密に量り、試験液に水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、水を加えて正確に10mL とし、試料溶液とする。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品(別途0.5g につき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mg を精密に量り、水に溶かし、正確に250mL とする。この液10mL を正確に量り、水を加えて正確に100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液30 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、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積 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。

イフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 72$$

W_S : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の採取量(g)

C : 1g 中のイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 無水リン酸水素二ナトリウム1.42g を水に溶かし、1000mL とする。この液650mL にアセトニトリル350mL を加え、リン酸でpH2.5 に調整する。

流量 : イフェンプロジルの保持時間が約5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30 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、

イフェンプロジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000 段以上，2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液30 μ L につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg/g	15分	85%以上

イフェンプロジル酒石酸塩錠 Ifenprodil Tartrate Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約11 μ g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。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り、水に溶かし、正確に250mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液30 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、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積 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。

イフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 36$$

W_S : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 無水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水に溶かし、1000mLとする。この液650mLにアセトニトリル350mLを加え、リン酸でpH2.5に調整する。

流量 : イフェンプロジルの保持時間が約5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30 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、イフェンプロジルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それ

ぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液30 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30分	80%以上
20mg	90分	75%以上

アセグラトン錠 Aceglatone Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により毎分100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8mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液1mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にアセグラトン標準品(別途2gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約16mgを精密に量り、水100mLを加え、次いで水酸化ナトリウム試液10mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて、正確に200mL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、それぞれの液のアセグラトンをアルカリ分解して得られた酢酸のピーク面積 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。

$$\begin{aligned} & \text{アセグラトン(C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_8\text{)の表示量に対する溶出率(\%)} \\ & = W_s \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 1125 \end{aligned}$$

W_s : 脱水物換算したアセグラトン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアセグラトン(C₁₀H₁₀O₈)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

カラム : 内径8mm、長さ30cmのステンレス管に9 μ mの水素イオン型の8%架橋度を有するスチレンジビニルベンゼン共重合体カチオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水にリン酸を加えてpH2.8に調整する。

流量 : 酢酸の保持時間が約12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、酢酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ10000

段以上，2.0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，酢酸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
187.5mg	120分	75%以上

アセグラトン標準品 日本薬局方外医薬品規格「アセグラトン」。ただし，定量するとき，アセグラトン(C₁₀H₁₀O₈)99.0%以上を含むもの。

エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 100mg 錠
Ergotamine Tartrate 1mg and Anhydrous Caffeine 100mg
Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 0.5 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 15mL を除き、次のろ液 2.5mL を正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エルゴタミン酒石酸塩

別にエルゴタミン酒石酸塩標準品(別途 0.1 g につき、60°C で 4 時間減圧乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)約 22mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び酒石酸溶液(1→100)/pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(9:1)につき、蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い、励起の波長 330nm、蛍光の波長 485nm における蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定する。

エルゴタミン酒石酸塩($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1/C) \times (9/2)$$

W_S : 乾燥物に換算したエルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$)の表示量(mg)

無水カフェイン

別に無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、酒石酸溶液(1→100)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につき、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 273nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 360$$

W_S : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
エルゴタミン酒石酸塩	1mg	90分	75%以上
無水カフェイン	100mg		80%以上

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, エルゴタミン酒石酸塩($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$)99.0%以上を含むもの.

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上を含むもの.

ベタネコール塩化物散 Bethanechol Chloride Powder

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$) 約 50mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 $0.45\mu m$ 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。別にベタネコール塩化物標準品を $105^\circ C$ で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu L$ 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、それぞれの液のベタネコールのピーク面積 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。

ベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180$$

W_S : ベタネコール塩化物標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1 g 中のベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 190nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu m$ 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 : $30^\circ C$ 付近の一定温度

移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→383) / アセトニトリル / リン酸混液(980 : 20 : 1)

流量 : ベタネコールの保持時間が約 8 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 $20\mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、ベタネコール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 $20\mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベタネコールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg/g	15分	70%以上

ベタネコール塩化物標準品 ベタネコール塩化物(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, ベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$)99.0%以上を含むもの.

エメダスチンフマル酸塩徐放カプセル
Emedastine Difumarate Extended-release Capsules

溶出性 〈6.10〉本品 1 個をとり，試験液に水 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 を正確にとり，直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 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 $V\text{mL}$ を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にエメダスチンフマル酸塩 ($\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 約 $0.56\mu\text{g}$ を含む液となるように溶出試験液第 1 液を加えて $V'\text{mL}$ とし，試料溶液とする．別にエメダスチンフマル酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し，その約 25mg を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，溶出試験法第 1 液を加えて正確に 10mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のエメダスチンのピーク面積 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．

n 回目の溶出液採取時におけるエメダスチンフマル酸塩 ($\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times (9/5)$$

W_S : エメダスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のエメダスチンフマル酸塩 ($\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	60 分	15~45%
	90 分	35~65%
	6 時間	75%以上
2mg	30 分	10~40%
	90 分	35~65%
	6 時間	75%以上

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5g を水 1000mL に溶かし, リン酸を加えて pH 2.4 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL を加える。

流量：エメダスチンの保持時間が約 5 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 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, エメダスチ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 3000 段以上, 1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, エメダスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

エメダスチンフマル酸塩標準品 $C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$: 534.56
1-(2-ethoxyethyl)-2-(hexahydro-4-methyl-1H-1,

4-diazepin-1-yl)benzimidazole difumarate で, 下記の規格に適合するもの。
必要ならば下記の方法で精製する。

精製方法 本品をエタノール(95)で再結晶する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性粉末である。

確認試験 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3440 cm^{-1} , 1613 cm^{-1} , 1121 cm^{-1} 及び 983 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

類縁物質 本品 5mg を移動相 5mL に溶かし, 試料溶液とする。この 1mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のエメダスチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のエメダスチンのピーク面積の 1/5 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.9g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5g を水 1000mL に溶かし，リン酸を加えて pH2.4 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL を加える。

流量：エメダスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：フマル酸のピークの後からエメダスチンの保持時間の約 2 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 5mL とする。この液 10 μ L から得たエメダスチンのピーク面積が，標準溶液のエメダスチンの面積の 15~25% になることを確認する。

システム性能：本品約 20mg をとり，0.1mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，100mL とする。この液 2mL をとり 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液(1 \rightarrow 30000)4mL を加える。この液 10 μ L につき，上記の条件で操作すると，エメダスチン，4-メチルベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき，エメダスチンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

乾燥減量 <2.41> 0.5% 以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)

含量 99.5%以上 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，酢酸(100) 50mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 26.73 mgC₁₇H₂₆N₄O \cdot 2C₄H₄O₄

4-メチルベンゾフェノン C₁₄H₁₂O 白色の結晶である。

融点 <2.60> 54~58 $^{\circ}$ C

プロパンテリン臭化物 15mg/g ・銅クロロフィリンナトリウム
30mg/g ・ケイ酸マグネシウム 831.2mg/g 散
Propantheline Bromide 15mg/g, Sodium Copper Chlorophyllin
30mg/g and Magnesium Silicate 831.2mg/g Powder

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 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、次のろ液を試料溶液とする。別に、プロパンテリン臭化物標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 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 10 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、それぞれの液のプロパンテリンのピーク面積 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。

プロパンテリン臭化物($C_{23}H_{30}BrNO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

W_S : プロパンテリン臭化物標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のプロパンテリン臭化物($C_{23}H_{30}BrNO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 280nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 17.3g に薄めたリン酸(1 \rightarrow 200)を加え 1000mL とした液に、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、pH3.5 に調整する。この液 400mL にアセトニトリル 600mL を加える。

流量 : プロパンテリンの保持時間が約 8 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロパンテ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 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, プロパンテリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15mg/g	60 分	75%以上

プロパンテリン臭化物標準品 プロパンテリン臭化物(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, プロパンテリン臭化物 ($C_{23}H_{30}BrNO_3$)99.0%以上を含むもの.

トリフロペラジンマレイン酸塩散 Trifluoperazine Maleate Powder

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約 4mg に対応する量を精密に量り、試験液に溶出試験第 2 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 $0.45\mu m$ 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。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準品($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)を $105^\circ C$ で 3 時間乾燥し、約 22mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、溶出試験第 2 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 256nm における吸光度 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。

トリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18$$

W_S : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15.7mg/g	15 分	70%以上

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 「トリフロペラジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

トリフロペラジンマレイン酸塩錠 Trifluoperazine Maleate Tablets

溶出性〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約 4.3 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、約 22mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 256nm における吸光度 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。

トリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 18$$

W_S : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3.90mg	30 分	80%以上
7.80mg	30 分	80%以上

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 「トリフロペラジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

フルフェナジンマレイン酸塩散 Fluphenazine Maleate Powder

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いフルフェナジンマレイン酸塩($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)約 0.765mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 2 時間減圧乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて標準溶液とする。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、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積 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。

フルフェナジンマレイン酸塩($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$$

W_S : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g中のフルフェナジンマレイン酸塩($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 258nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし, 1000mL とする。

この液 400mL をとり, アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量 : フルフェナジンの保持時間が約 7 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、フルフェナジ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 5000 段以上、2.0 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、フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3.06mg/g	15 分	70%以上

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 「フルフェナジンマレイン酸塩」.

ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナジンマレイン酸塩 (C₂₂H₂₆F₃N₃OS·2C₄H₄O₄)99.0%以上を含むもの。

フルフェナジンマレイン酸塩錠 Fluphenazine Maleate Tablets

溶出性 〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL にフルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) 約 0.42 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/移動相混液(1:1)を加えて正確に V 'mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 2 時間減圧乾燥し、その約 21mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 500mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて標準溶液とする。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、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積 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。

フルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/5)$$

W_S : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のフルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 258nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし，1000mL とする。
この液 400mL をとり，アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量：フルフェナジンの保持時間が約 7 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，フルフェナジ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 5000 段以上，2.0 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，フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.3825mg	15 分	75%以上
0.765mg	15 分	70%以上
1.53mg	15 分	75%以上

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 「フルフェナジンマレイン酸塩」。

ただし，乾燥したものを定量するとき，フルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

ヒドロキシジンパモ酸塩ドライシロップ

Hydroxyzine Pamoate Dry Syrup

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)約 25mg に対応する量を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。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、次のろ液を試料溶液とする。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、溶出試験第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のヒドロキシジンのピーク面積 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。

ヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

W_S : ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
25mg/g	15 分	80%以上

*ヒドロキシジン塩酸塩として

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 232 nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸 3mL 及び水酸化ナトリウム試液 33mL を水 900mL に加え、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)で pH を 2.4 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 350mL にメタノール 650mL を加える。

流量：ヒドロキシジンの保持時間が約4分と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 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ヒドロキシジ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3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ヒドロキシジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ヒドロキシジン塩酸塩標準品 ヒドロキシジン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの。

ペモリン錠 Pemoline Tablets

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にペモリン($C_9H_8N_2O_2$)約 11 μ g を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V mL とする。この液 5mL を正確に量り，エタノール(99.5)5mL を正確に加え，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする。別に，ペモリン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 22mg を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(99.5)5mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とした溶液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉より試験を行い，波長 215nm における吸光度 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。

ペモリン($C_9H_8N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 45$$

W_S : ペモリン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のペモリン($C_9H_8N_2O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15 分	85%以上
25mg	45 分	85%以上
50mg	60 分	85%以上

ペモリン標準品 「ペモリン」。ただし，乾燥したものを定量したとき，ペモリン($C_9H_8N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

フロプロピオンカプセル Flopropione Capsules

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)により毎分100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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフロプロピオン(C₉H₁₀O₄)約8.8 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフロプロピオン標準品(別途0.5gにつき、容量適定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを精密に量り、メタノールに溶かし正確に50mLとする。この液2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長284nmにおける吸光度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。

フロプロピオン(C₉H₁₀O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 36$$

W_S: 脱水物に換算したフロプロピオン標準品の秤取量(mg)

C: 1カプセル中のフロプロピオン(C₉H₁₀O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	45分	80%以上

フロプロピオン標準品 定量用フロプロピオン(日局).

アデノシン三リン酸二ナトリウム腸溶錠
Adenosine 5'-Triphosphate Disodium Enteric-coated Tablets

溶出性 <6.10>

[pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 1 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 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い、1mL 中にアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 約 22 μ g を含む液となるように溶出試験第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品(別途 0.1g につき、容量滴定法、逆滴定により水分 <2.48> を測定しておく。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用エチレングリコール/水分測定用メタノール混液(3 : 2)を用いる)約 22mg を精密に量り、溶出試験第 1 液に溶かし、正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 100mL 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 <2.24> により試験を行い、波長 259nm における吸光度 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。

アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 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 V mL を正確に量り、表示量に従い、1mL 中にアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 約 22 μ g を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸

二ナトリウム標準品(別途 0.1gにつき, 容量滴定法, 逆滴定により水分〈2.48〉を測定しておく。ただし, 水分測定用メタノールの代わりに水分測定用エチレングリコール/水分測定用メタノール混液(3:2)を用いる)約 22mg を精密に量り, 溶出試験第 2 液に溶かし, 正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り, 溶出試験第 2 液を加えて正確に 100mL 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〈2.24〉により試験を行い, 波長 259nm における吸光度 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。

アデノシン三リン酸二ナトリウム($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$)の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
20mg	1.2	120分	5%以下
	6.8	45分	85%以上
21.96mg	1.2	120分	5%以下
	6.8	45分	85%以上
60mg	1.2	120分	5%以下
	6.8	60分	85%以上

アデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」。ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, アデノシン三リン酸二ナトリウム($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3$)99.0%以上を含むもの。

ピリドスチグミン臭化物錠
Pyridostigmine Bromide Tablets

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にピリドスチグミン臭化物($C_9H_{13}BrN_2O_2$)約 33 μ g 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。別にピリドスチグミン臭化物標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 100 $^{\circ}$ C で 5 時間減圧乾燥し、その約 33mg を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照として、紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い、波長 270nm における吸光度 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。

ピリドスチグミン臭化物 ($C_9H_{13}BrN_2O_2$) の表示量に対する溶出率(%)
 $= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$

W_S : ピリドスチグミン臭化物標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のピリドスチグミン臭化物($C_9H_{13}BrN_2O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	60 分	80%以上

ピリドスチグミン臭化物標準品 ピリドスチグミン臭化物(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピリドスチグミン臭化物($C_9H_{13}BrN_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

パパベリン塩酸塩散
Papaverine Hydrochloride Powder

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いパパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)約50mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にパパベリン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、水 2mL を正確に加え、更に 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 250nm における吸光度 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。

パパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180$$

W_S : パパベリン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のパパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

パパベリン塩酸塩標準品 パパベリン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、パパベリン塩酸塩($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

ホルモテロール fumarate 錠 Formoterol Fumarate Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にホルモテロール fumarate 水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ 約 44ng を含む液となるように水を加えて正確に V mL とする。この液 3mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1mL を正確に加え、試料溶液とする。別にホルモテロール fumarate 標準品(別途 0.5g につき、容量滴定法、直接滴定により水分 <2.48> を測定しておく)約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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、それぞれの液のホルモテロールのピーク面積 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。

ホルモテロール fumarate 水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times (9/50) \times 1.045$$

W_s : 脱水物に換算したホルモテロール fumarate 標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のホルモテロール fumarate 水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 214nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物 21.06g 及びリン酸 1.75g を水に溶かして 5000mL とする。この液 4200mL にアセトニトリル 800mL を加える。

流量：ホルモテロールの保持時間が約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 200 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ホルモテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液 200 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ホルモテロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40 μ g	60分	80%以上

ホルモテロールフマル酸塩標準品　ホルモテロールフマル酸塩水和物(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ホルモテロールフマル酸塩($(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

ホルモテロール fumarate 酸塩ドライシロップ Formoterol Fumarate Dry Syrup

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いホルモテロール fumarate 酸塩水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ 約 40 μ g に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 3mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1mL を正確に加え、試料溶液とする。別にホルモテロール fumarate 酸塩標準品(別途 0.5g につき、容量滴定法、直接滴定で水分 <2.48> を測定しておく)約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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、それぞれの液のホルモテロールのピーク面積 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。

ホルモテロール fumarate 酸塩水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/50) \times 1.045$$

W_S : 脱水物に換算したホルモテロール fumarate 酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のホルモテロール fumarate 酸塩水和物 $((C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O)$ の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 214nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物 21.06g 及びリン酸 1.75g に水に溶かして 5000mL とする。この液 4200mL にアセトニトリル 800mL を加える。

流量：ホルモテロールの保持時間が約 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 200 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ホルモテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 200 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ホルモテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40 μ g/g	15 分	85%以上

ホルモテロールフマル酸塩標準品　ホルモテロールフマル酸塩水和物 (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ホルモテロールフマル酸塩($(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0% 以上を含むもの。

アモキシシリン 100mg/g(力価)・クラブラン酸カリウム 50mg/g(力価)顆粒
Amoxicillin 100mg/g(potency) and Potassium Clavulanate
50mg/g(potency)Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)約 100mg(力価)及びクラブラン酸カリウム($C_8H_8KNO_5$)約 50mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に水 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 $0.45\mu\text{m}$ 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。別にアモキシシリン標準品約 22.2mg(力価)及びクラブラン酸リチウム標準品約 11.1mg(力価)に対応する量をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 450$$

クラブラン酸カリウム($C_8H_8KNO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 450$$

W_{Sa} : アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{Sb} : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量(g)

C_a : 1g 中のアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

C_b : 1g 中のクラブラン酸カリウム($C_8H_8KNO_5$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物 1.36g を水 900mL に溶かし、薄めた酢酸(100)(3→25)を加えて pH4.5 に調整した後、メタノール 30mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。

流量：アモキシシリンの保持時間が約 11 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 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クラブラン酸、アモキシシリンの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリン及びクラブラン酸のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
アモキシシリン	100mg/g(力価)	15 分	85%以上
クラブラン酸カリウム	50mg/g(力価)		85%以上

アモキシシリン・クラブラン酸カリウム錠 Amoxicillin and Potassium Clavulanate Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり，試験液に水 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)約 0.14mg(力価)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．別にアモキシシリン標準品約 27.8mg(力価)及びクラブラン酸リチウム標準品約 13.9mg(力価)に対応する量をそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 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，それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

$$\begin{aligned} & \text{アモキシシリン}(C_{16}H_{19}N_3O_5S)\text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ & = W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (V'/V) \times (1/C_a) \times 450 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{クラブラン酸カリウム}(C_8H_8KNO_5)\text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ & = W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (V'/V) \times (1/C_b) \times 450 \end{aligned}$$

W_{Sa} : アモキシシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{Sb} : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

C_a : 1 錠中のアモキシシリン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

C_b : 1 錠中のクラブラン酸カリウム($C_8H_8KNO_5$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900mL に溶かし，薄めた酢酸(100)(3 \rightarrow 25)を加えて pH4.5 に調整した後，メタノール 30mL を加え，更に水を加えて 1000mL とする．

流量 : アモキシシリンの保持時間が約 11 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 20 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，クラブラン酸，アモキシシリンの順に溶出し，その分離度は8以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アモキシシリン及びクラブラン酸のピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
アモキシシリン	250mg(力価)	30分	85%以上
	125mg(力価)	15分	80%以上
クラブラン酸カリウム	125mg(力価)	30分	85%以上
	62.5mg(力価)	15分	85%以上

タランピシリン塩酸塩カプセル Talampicillin Hydrochloride Capsules

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にタランピシリン塩酸塩 ($C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$) 約 28 μ g(力価)を含む液となるように希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にタランピシリン塩酸塩標準品を約 14mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、希水酸化ナトリウム試液/水混液(9:1)を対照として、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 253nm 及び 281nm における吸光度 A_{T1} , A_{S1} 及び A_{T2} , A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

タランピシリン塩酸塩($C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 180$$

W_S : タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中のタランピシリン塩酸塩($C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$)の表示量
[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg(力価)	45 分	85%以上

タランピシリン塩酸塩標準品 タランピシリン塩酸塩(日局).

ベプリジル塩酸塩錠 Bepriidil Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にベプリジル塩酸塩($C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$)約 11 μ g 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。別にベプリジル塩酸塩標準品(別途 0.5g につき、容量滴定法、直接滴定により水分 <2.48> を測定しておく)約 20mg 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長 248nm における吸光度 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。

ベプリジル塩酸塩($C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : 脱水物に換算したベプリジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のベプリジル塩酸塩($C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50 mg	30 分	75%以上
100 mg	45 分	75%以上

ベプリジル塩酸塩標準品 $C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$: 421.02(\pm)-*N*-Benzyl-*N*-[3-isobutoxy-2-(1-pyrrolidinyl)propyl]aniline hydrochloride hydrate で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品のジクロロメタン溶液(1 \rightarrow 10)は旋光性がない。

確認試験

(1)本品 3mg をジクロロメタン 3 滴に溶かし、2, 4-ジニトロクロルベンゼンのエーテル溶液(1 \rightarrow 100)3 滴を加え、溶媒を留去するとき、残留物は黄色を呈する。

(2)本品 20mg に 0.1mol/L 塩酸のエタノール溶液(1 \rightarrow 100)を加えて溶かし、1000mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により吸収ス

ペクトルを測定するとき、波長 247~249nm 及び 294~297nm に吸収の極大を示す。

(3)本品 1mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法 <2.25> の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2950cm^{-1} , 1597cm^{-1} , 1501cm^{-1} , 1067cm^{-1} 及び 745cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4)本品の水溶液(1→500)は塩化物の定性反応 <1.09> を呈する。

融点 <2.60> 89~93°C

類縁物質 本品 0.25g をメタノール 10mL に溶かし、試料溶液とする。

この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー <2.03> により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。直ちにジクロロメタン/メタノール/酢酸(100)混液(50 : 10 : 1)を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た青紫色の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。またこの薄層板に 噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、室温で風乾した後、亜硝酸ナトリウム溶液(1→50)を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た赤褐色の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない(0.2%以下)。

水分 <2.48> 4.1~4.4%(0.5g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 <2.44> 0.1% 以下(1.0g)。

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上 定量法 本品約 0.60g を精密に量り、水 15mL 及び水酸化ナトリウム試液 10mL を加え、ジクロロメタン 30mL ずつで 3 回抽出する。ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム約 3g をおいた漏斗でろ過する。全ジクロロメタン抽出液にジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。この液 60mL を正確に量り、酢酸(100)10mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.30mg $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}\cdot\text{HCl}$

ニカルジピン塩酸塩徐放錠 Nicardipine Hydrochloride Extended-release Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH3.0 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) 約 $9\mu\text{g}$ を含む液となるように pH3.0 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 $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 18mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH3.0 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 240nm における吸光度 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。

n 回目の溶出液採取時におけるニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	30分	25～55%
	90分	40～70%
	24時間	75%以上
40mg	30分	25～55%
	90分	40～70%
	24時間	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物
 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に, 0.05mol/L リン酸水素二ナト
 リウム試液を加え, pH3.0 に調整する.

ニカルジピン塩酸塩徐放カプセル
Nicardipine Hydrochloride Extended-release Capsules

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に pH3.0 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（ただし、シンカーを用いる）により、毎分 100 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) 約 $22\mu\text{g}$ を含む液となるように pH3.0 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 $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 15mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH3.0 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につき、pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長 357nm における吸光度 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。

n 回目の溶出液採取時におけるニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 144$$

W_S : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20 mg	30 分	15～45%
	120 分	35～65%
	24 時間	60%以上
40 mg	30 分	15～45%
	120 分	35～65%
	24 時間	60%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH3.0 クエン酸一水和物
 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に，0.05mol/L リン酸水素二ナト
 リウム試液を加え，pH3.0 に調整する。