

クロルフェニラミンマレイン酸塩 3 mg/g・サリチルアミド 270 mg/g・アセトアミノフェン 150 mg/g・無水カフェイン 30 mg/g 顆粒

溶出性〈6.10〉 本品約 1 g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後及び 45 分後に溶出液 30 mL を正確にとり、直ちに 37±0.5 °C に加温した水 30 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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、次の液を試料溶液 (1) 及び試料溶液 (2) とし、試料溶液 (1) 15 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加えた液を試料溶液 (3) とする。

本品の 15 分間及び 45 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とした液 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液 (3) 及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 $A_{T(3)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_{T(3)} / A_S) \times (1 / C) \times 18$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 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: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (2→1000) / アセトニトリル (7:3)

流量: クロルフェニラミンの保持時間が、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 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

別に、無水カフェイン標準品を 80℃で 4 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30mg 及び 105℃で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を精密に量り、水約 50mL に溶かした後、標準原液 20 mL 及び水を加え、正確に 100 mL 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 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、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{Ta(1)}$ 、 $A_{Ta(2)}$ 及び A_{Sa} 、アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{Tb(1)}$ 、 $A_{Tb(2)}$ 及び A_{Sb} 、並びにカフェインのピーク面積 $A_{Tc(1)}$ 、 $A_{Tc(2)}$ 及び A_{Sc} を測定する。

本品の 45 分間のサリチルアミドの溶出率、アセトアミノフェンの溶出率及び無水カフェインの溶出率がそれぞれ 70%、80% 及び 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times \{(A_{Ta(1)}/A_{Sa}) \times (1/30) + (A_{Ta(2)}/A_{Sa})\} \times (1/C_a) \times 900$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times \{(A_{Tb(1)}/A_{Sb}) \times (1/30) + (A_{Tb(2)}/A_{Sb})\} \times (1/C_b) \times 900$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sc}/W_T) \times \{(A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/30) + (A_{Tc(2)}/A_{Sc})\} \times (1/C_c) \times 180$$

W_{Sa} ：サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

W_{Sb} ：アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

W_{Sc} ：無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_T ：クロロフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C_a ：1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_b ：1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量 (mg/g)

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

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 3.9 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm 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：水／メタノール／酢酸（100）混液（88：11：1）

流量：カフェインの保持時間が、約 13 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。

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がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトアミノフェン，サリチルアミド及びカフェインのピーク面積の相対標準偏差は，それぞれ 1.5%以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩 ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品「サリチルアミド」。ただし，乾燥したものを定量するとき，サリチルアミド ($C_7H_7NO_2$)99.0%以上含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，アセトアミノフェン ($C_8H_9NO_2$)99.0%以上含むもの。

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，無水カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上含むもの。

クロルフェニラミンマレイン酸塩 0.5 mg/g・サリチルアミド 45 mg/g・アセトアミノフェン 25 mg/g・無水カフェイン 5 mg/g 顆粒

溶出性〈6.10〉 本品約 2 g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後に溶出液 30 mL を正確にとり、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、次の液を試料溶液 (1) とし、試料溶液 (1) 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加えた液を試料溶液 (2) とする。

本品の 15 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 300 mL とした液 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液 (2) 及び標準溶液 150 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フェニラミンのピーク面積 $A_{T(2)}$ 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。

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_{T(2)}/A_S) \times (1/C) \times 6$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 nm)

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

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (2→1000) / アセトニトリル (7:3)

流量: クロルフェニラミンの保持時間が、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 150 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 150 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・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 17 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30 mg 及び 105 °C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を精密に量り、水約 50 mL に溶かした後、標準原液 20 mL 及び水を加え、正確に 300 mL とし、標準溶液とする。試料溶液（1）及び標準溶液 30 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〈2.0I〉により試験を行い、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{Ta(1)}$ 及び A_{Sa} 、アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{Tb(1)}$ 及び A_{Sb} 、並びにカフェインのピーク面積 $A_{Tc(1)}$ 及び A_{Sc} を測定する

本品の 15 分間のサリチルアミドの溶出率、アセトアミノフェンの溶出率及び無水カフェインの溶出率がそれぞれ 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta(1)}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 300$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb(1)}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 300$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 60$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

W_{Sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量 (mg/g)

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

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：270 nm）

カラム：内径 3.9 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 10 μm 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 °C 付近の一定温度。

移動相：水／メタノール／酢酸（100）混液（88：11：1）

流量：カフェインの保持時間が、約 13 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。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がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインのピーク面積の相対標準偏差は、そ

れぞれ 1.5%以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品規格「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)99.0%以上含むもの。

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、無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上含むもの。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 20mg 腸溶錠 (a)

溶出性〈6.10〉 [p H1.2] 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60分後、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し、初めのろ液 10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mgを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に 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。

本品の120分間の溶出率が5%以下のときは適合とする。

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

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

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水和物標準品の秤取量(mg)

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

[p H6.8] 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45分後、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し、初めのろ液 10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mgを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 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 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 259nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

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

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

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水和物標準品の秤取量(mg)

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

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

アデノシン三リン酸二ナトリウム 20mg 腸溶錠 (b)

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900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始120分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約22 mgを精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に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259 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の120分間における溶出率が5%以下のときは適合とする。

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

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

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水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 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900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始45分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約22 mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に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259 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間における溶出率が85%以上のときは適合とする。

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

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

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水和物標準品の秤取量(mg)

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

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 60mg 腸溶錠

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60分後、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、溶出試験第1液 4mLを正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mgを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に 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。

本品の 120 分間の溶出率が 5%以下のときは適合とする。

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

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

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水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 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60分後、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、溶出試験第2液 4mLを正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品（別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mgを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 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 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 259nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする。

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

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

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水和物標準品の秤取量(mg)

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

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

ロメリジン塩酸塩 5mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液_{20mL}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 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にロメリジン塩酸塩標準品約 28mg 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 2 mL 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、pH 4.0 の 0.05 mol/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 20μL 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、ロメリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 10 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合する。

ロメリジン塩酸塩 ($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $W_S \times (A_T / A_S) \times (18 / 5)$

W_S : ロメリジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 225 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 : 50°C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 2.5 に調整する。この液 250mL をとり、メタノール 750 mL を加える。

流量 : ロメリジンの保持時間が約 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 20μL につき、上記の条件で操作するとき、ロメリ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 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

ロメリジン塩酸塩標準品 $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$: 541.46

1-[Bis(4-fluorophenyl)methyl]-4-(2,3,4-trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride で、下記の規格に適合するもの。

本品は、乾燥したものを定量するとき、ロメリジン塩酸塩 ($C_{27}H_{30}F_2O_3 \cdot 2HCl$: 541.46) を 99.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、無水酢酸又は水に溶けにくい。

融点 : 約 209°C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え、加熱するとき、発生するガスはフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

- (2) 本品のメタノール溶液 (1 → 4000) 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、263 ~ 267 nm 及び 270 ~ 274 nm に極大の吸収を示す。
- (3) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 → 2000) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.50 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、試料溶液のロメリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメリジンのピーク面積の 7/10 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：265 nm)

カラム：内径 4.0 mm, 長さ 25 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：50°C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g を水に溶かし 1000 mL とした液に、リン酸を加えて pH 2.5 に調整する。この液 250 mL にメタノール 750 mL を加える。

流量：ロメリジンの保持時間が約 12 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ロメリジンの保持時間の約 2 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 µL から得たロメリジンのピークの高さがフルスケールの約 20%になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 10 µL につき、上記の条件で操作するとき、ロメリ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、0.4 ~ 1.2 である。

システムの再現性：試料溶液 10 µL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

- (3) アセトニトリル 本品 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。アセトニトリル 6 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 0.5 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める (50 ppm 以下)。

$$\text{アセトニトリルの量 (ppm)} = W_T \times (Q_T / Q_S) \times 6 \times 0.782$$

Wt : 試料の秤取量 (g)

0.782 : アセトニトリルの密度 (g/mL)

内標準溶液 ドデカンの *N, N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1→100000).

試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.5 ~ 0.8 mm, 長さ 30 ~ 60 m のガラス管にガスクロマトグラフィ用エチレングリコールポリマーを膜厚 1.0 μm で被覆する.

カラム温度 : 100°C 付近の一定温度

注入部温度 : 140°C 付近の一定温度

検出器温度 : 220°C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : アセトニトリルの保持時間が約 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 3 μL につき, 上記の条件で操作するとき, アセトニトリルと内標準物質の分離度は, 半値幅法で 8.5 以上である. アセトニトリルのピークの理論段数及びテーリング係数は, それぞれ 9100 段以上, 0.9 ~ 2.4 である.

システムの再現性 : 標準溶液 3 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積比の相対標準偏差は 10.0% 以下である.

乾燥減量 <2.41> 1.0% 以下 (1 g, 減圧, 室温, 3 時間).

強熱残分 <2.44> 0.05%以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 無水酢酸 100 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/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 = 27.07 mg $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$

ドデカン $CH_3 (CH_2)_{10} CH_3$ 無色澄明の液体である.

密度 <2.56> (20°C) 0.749 g/mL

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 135mg/g 細粒

溶出性 (6.10) 本品約 0.1g 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 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始 90 分後、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、溶出試験第 1 液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にプロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品を 105°C で 3 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 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 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 1 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 249nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S : プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のプロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) の表示量 (mg)

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「プロメタジンメチレンジサリチル酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) 99.0% 以上を含むもの。

レボチロキシンナトリウム水和物 0.1mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り、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。溶出試験開始 90 分後、溶出液 5mL 以上をとり、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にレボチロキシン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 27mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、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、それぞれの液のレボチロキシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

レボチロキシンナトリウム ($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 25) \times 1.0283$$

W_S : レボチロキシン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のレボチロキシンナトリウム ($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 223nm)

カラム : 内径 4mm, 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 : メタノール/水/リン酸混液 (1200 : 800 : 1)

流量 : レボチロキシンの保持時間が約 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 200 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レボチロキシ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、1.5 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、レボチロキシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

レボチロキシン標準品 [USP30]

ペントキシベリンクエン酸塩 10mg 錠

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。溶出試験開始 120 分後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg 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 100mL 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

$$\text{ペントキシベリンクエン酸塩 (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 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 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 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液 (600 : 400 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベ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、ペントキシベリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 99.0% 以上を含むもの。

ペントキシベリンクエン酸塩 15mg 錠

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。溶出試験開始45分後、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。はじめのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、試験液1mLを正確に加え試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約22mg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、試験液を加えて正確に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、それぞれの液のペントキシベリンクエン酸塩のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ペントキシベリンクエン酸塩 (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \text{ の表示量に対する溶出率(\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (135/2) \end{aligned}$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 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: 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (600:400:1) にリン酸を加えてpH3.0に調製する。

流量: ペントキシベリンクエン酸塩の保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベリンクエン酸塩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 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンクエン酸塩のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 99.0%以上を含むもの。

ペントキシベリンクエン酸塩 30mg 錠

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。溶出試験開始90分後に溶出液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、水を加えて正確に6mLとし試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで4時間減圧乾燥し、その約22mg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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、ペントキシベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の90分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ペントキシベリンクエン酸塩 (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 135 \end{aligned}$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 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：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液（600：400：1）を混和し、リン酸でpH3.0に調整する。

流量：ペントキシベリンの保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベ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 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩標準品（日局）。ただし乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 99.0%以上含むもの。

ジメモルファンリン酸塩 100 mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 0.1 g を精密に量り、試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、溶出試験第 2 液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 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、それぞれの液のジメモルファンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 15 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 268 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 : 30 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 : トリエチルアミン 10 mL に水 950 mL を加え、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量 : ジメモルファンの保持時間が約 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、ジメモルファ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 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメモルファンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) 99.0 % 以上を含むもの。

ジメモルファンリン酸塩 10 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、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。溶出試験開始 60 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ 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、それぞれの液のジメモルファンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 268 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 : 30 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 : トリエチルアミン 10 mL に水 950 mL を加え、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量 : ジメモルファンの保持時間が約 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、ジメモルファ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 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメモルファンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジメモルファンリン酸塩 ($\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$) 99.0 % 以上を含むもの。

ピリドスチグミン臭化物 60mg 錠

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60分後、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、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。

本品の60分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

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(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$$

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)

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 100mg/g 散

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。溶出試験開始 15 分後、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 5mL 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°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、水 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL 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 250nm における吸光度 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。

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)

パパベリン塩酸塩標準品 「パパベリン塩酸塩」。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。

ホルモテロールフマル酸塩水和物 40 µg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、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。溶出試験開始 60 分後、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 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加えたものを試料溶液とする。別にホルモテロールフマル酸塩水和物標準品（別途 0.5 g 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 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 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 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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。

本品の 60 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

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

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

W_S : 脱水物に換算したホルモテロールフマル酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

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

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 214 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: 40°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 21.06 g とリン酸 1.75 g に水を加えて 5000 mL とする。この液 4200 mL にアセトニトリル 800 mL 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 µL 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 µL 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。

ホルモテロールフマル酸塩水和物標準品 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。

ホルモテロールフマル酸塩水和物 40 µg/g ドライシロップ

溶出性 〈6.10〉 本品約 1 g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後、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 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にホルモテロールフマル酸塩水和物標準品（別途 0.5 g 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 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 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 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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。

本品の 15 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

ホルモテロールフマル酸塩水和物 ($(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$) 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フマル酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

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

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 214 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: 40°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 21.06 g とリン酸 1.75 g に水を加えて 5000 mL とする。この液 4200 mL にアセトニトリル 800 mL 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 µL 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 µL 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。

ホルモテロールフマル酸塩水和物標準品 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。

アモキシシリン水和物 100mg/g・クラブラン酸カリウム 50mg/g 顆粒

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いアモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 約 0.1g (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。溶出試験開始 15 分後、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。別にアモキシシリン水和物標準品約 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 $20 \mu L$ 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。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの 15 分間の溶出率が、それぞれ 85% 以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 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} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[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水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 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 $5 \mu m$ 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 1.36g を水 900mL に溶かし、薄めた酢酸 (100) (3→25) を用いて 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 $20 \mu L$ 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 $20 \mu L$ 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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局).

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局).

アモキシシリン水和物 125mg・クラブラン酸カリウム 62.5mg 錠

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。溶出試験開始 15 分後、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。別にアモキシシリン水和物標準品約 27.8mg (力価) 及びクラブラン酸リチウム標準品約 13.9mg (力価) を精密に量り、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 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_{T_a} 及び A_{S_a} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{T_b} 及び A_{S_b} を測定する。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの 15 分間の溶出率がそれぞれ、80%以上及び 85%以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S_a} \times (A_{T_a} / A_{S_a}) \times (1 / C_a) \times 450$$

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 (%)

$$= W_{S_b} \times (A_{T_b} / A_{S_b}) \times (1 / C_b) \times 450$$

W_{S_a} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{S_b} : 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水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 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) を用いて 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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局)。

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局)。

アモキシシリン水和物 250mg・クラブラン酸カリウム 125mg 錠

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。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm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。別にアモキシシリン水和物標準品約27.8mg（力価）及びクラブラン酸リチウム標準品約13.9mg（力価）を精密に量り、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20μL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。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの30分間の溶出率が、それぞれ85%以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / C_a) \times 900$$

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 (%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times 900$$

W_{Sa} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[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水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 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5μm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℃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)を用いて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20μL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20μL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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局)。

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局)。

タランピシリン塩酸塩 250mg カプセル

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。溶出試験開始 45 分後に溶出液 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 1mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 10mL 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。

本品の 45 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

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 (%)

$$= W_S \times (A_{T1} - A_{T2} / A_{S1} - A_{S2}) \times (1 / C) \times 1800$$

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)]

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).

ベプリジル塩酸塩水和物 50mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、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。溶出試験開始 45 分後、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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にベプリジル塩酸塩水和物標準品約 20 mg 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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〈2.24〉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。

本品の 30 分の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ベプリジル塩酸塩水和物 (C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2) \end{aligned}$$

W_S : ベプリジル塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

ベプリジル塩酸塩水和物標準品 $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 421.02

(±)-*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。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベプリジル塩酸塩 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。本品はメタノール、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品のジクロロメタン溶液 (1 → 10) は旋光性がない。

確認試験

- (1) 本品 2~3 mg をジクロロメタン 3 滴に溶かし、2, 4-ジニトロクロロベンゼンのエーテル溶液 (1→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 20 mg に 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) を加えて溶かし、1000 mL 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 247~249 nm 及び 294 ~ 297 nm 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 2954 cm^{-1} , 1597 cm^{-1} , 1501 cm^{-1} , 1067 cm^{-1} 及び 745 cm^{-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。

吸光度〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (248 nm) : 330~360 [2 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1 → 100), 200 mL]

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (295 nm) : 46~56 [10 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100), 100 mL]

融点〈2.60〉 89 ~ 93 °C

pH〈2.54〉 本品 0.10 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、この液の pH を測定するとき、pH は 5.3~5.7 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) 10 mL に溶かす

とき、液は透明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 0.32 mL をとり、水を加えて 10 mL とする。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500 mL 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 15 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% (0.5 g, 容量滴定法)。

強熱残分〈2.44〉 0.1% 以下 (1.0 g)。

定量法 本品約 0.60 g を精密に量り、水 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、ジクロロメタン 30 mL 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 3 g 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 100 mL とし、試料溶液とする。この液 60 mL を正確に量り、酢酸 (100) 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する〈2.50〉。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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.30 mg $C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$

亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 1 g を水に加えて 10 mL とする。

ベプリジル塩酸塩水和物 100mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、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。溶出試験開始 45 分後、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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にベプリジル塩酸塩水和物標準品約 20 mg 精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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〈2.24〉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。

本品の 45 分の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

$$\text{ベプリジル塩酸塩水和物 (C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2)$$

W_S : ベプリジル塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

ベプリジル塩酸塩水和物標準品 $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 421.02

(±)-*N*-Benzyl-*N*-[3-isobutoxy-2-(1-pyrrolidiny)propyl]aniline hydrochloride hydrate で、下記の規格に適合するもの。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベプリジル塩酸塩 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。本品はメタノール、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品のジクロロメタン溶液 (1 → 10) は旋光性がない。

確認試験

- (1) 本品 2~3 mg 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→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 20 mg に 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) を加えて溶かし、1000 mL 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 247~249 nm 及び 294 ~ 297 nm 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 2954 cm^{-1} 、1597 cm^{-1} 、1501 cm^{-1} 、1067 cm^{-1} 及び 745 cm^{-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。

吸光度〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (248 nm) : 330~360 [2 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1 → 100), 200 mL]

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (295 nm) : 46~56 [10 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100), 100 mL]

融点〈2.60〉 89 ~ 93 °C

pH〈2.54〉 本品 0.10 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、この液の pH を測定するとき、pH は 5.3~5.7 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) 10 mL に溶かす

とき、液は透明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 0.32 mL をとり、水を加えて 10 mL とする。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500 mL 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 15 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% (0.5 g, 容量滴定法)。

強熱残分〈2.44〉 0.1% 以下 (1.0 g)。

定量法 本品約 0.60 g を精密に量り、水 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、ジクロロメタン 30 mL 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 3 g 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 100 mL とし、試料溶液とする。この液 60 mL を正確に量り、酢酸 (100) 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する〈2.50〉。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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.30 mg $C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$

亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 1 g を水に加えて 10 mL とする。

ニカルジピン塩酸塩 20mg 徐放性錠

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。溶出試験開始30分、90分及び24時間後、溶出液20mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加熱した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10mL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、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。

本品の30分、90分及び24時間の溶出率がそれぞれ25~55%、45~70%及び75%以上のときは適合とする。

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(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{2}$$

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)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

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 40mg 徐放性錠

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。溶出試験開始 30 分、90 分及び 24 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 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 20mL 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、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。

本品の 30 分、90 分及び 24 時間の溶出率がそれぞれ 25~55%、45~70%及び 70%以上のときは適合とする。

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(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 225$$

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)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

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 20mg 徐放性カプセル

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。溶出試験開始 30 分、120 分及び 24 時間後に溶出液 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、次のろ液を試料溶液とする。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。

本品の 30 分間、120 分間及び 24 時間の溶出率が 15～45%、35～65%及び 60%以上のときは適合とする。

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(%)

($n = 1 \sim 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 144$$

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)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 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、pH を 3.0 に調整する。

ニカルジピン塩酸塩 40 mg 徐放性カプセル

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL 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。溶出試験開始 30 分、120 分及び 24 時間後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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、次のろ液を試料溶液とする。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 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、pH 3.0 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 3.0 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 357 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、120 分間及び 24 時間の溶出率が 15~45 %、35~65 % 及び 60 % 以上のときは適合とする。

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 (%) ($n = 1 \sim 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 144$$

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)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に、クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え、pH を 3.0 に調整する。

別添2

標準製剤について

有効成分名	剤型	含量	整理番号	標準製剤	標準ロット	標準製剤提供業者
ニフェジピン	徐放性カプセル剤(1)	10mg	29124	セバミット-Rカプセル10	17H68	日本オルカノン(株)
		20mg	29126	セバミット-Rカプセル20	17H69	
	徐放性カプセル剤(2)	5mg	29123	エマベリンLカプセル5mg	D7A1	高田製薬(株)
		10mg	29124	エマベリンLカプセル10mg	EYB2	
		15mg	29125	エマベリンLカプセル15mg	F2A1	
プロモクリフチンメシル酸塩	錠剤	2.87mg	30151	パーロデル2.5mg	P0063	ノバルティスファーマ(株)
エドト酸カルシウムニナトリウム	腸溶性錠剤	500mg	4523A	フライアNS錠	904051	日新製薬(株)
エトピシト	カプセル剤	25mg	4526A	ラステット25	Z62045	日本化薬(株)
		50mg	4526B	ラステット50	Y62026	
		100mg	4526C	ラステット100	Y62027	
トラゾピドン塩酸塩	錠剤	25mg	48051	レスリン錠25	18H68	日本オルカノン(株)
		50mg	48052	レスリン錠50	18H69	
スルファンメトキシ	散剤	1g/g	48221	アプシート	RRADJ74	第一製薬(株)
クロルプロマジン塩酸塩・ プロメタジン塩酸塩・ フェノバルビタール	錠剤	25mg・ 12.5mg・ 40mg	48241	ヘケタミン錠-A	4346	塩野義製薬(株)
		12.5mg・ 12.5mg・ 30mg	48242	ヘケタミン錠-B	4347	
プロメタジン塩酸塩	錠剤	5mg	4907A	ピレチア錠(5mg)	5002	第一製薬(株)
		25mg	4907B	ピレチア錠(25mg)	5003	
アリメジン酒石酸塩	散剤	10mg/g	4909A	アリメジン散	LDADH05	第一製薬(株)
	錠剤	2.5mg	4909B	アリメジン錠	LECD35	
ブラジカンテル	錠剤	600mg	4925A	ピルトシト錠	E047	バリエル薬品(株)
ヒドロキシゾン塩酸塩	錠剤	10mg	4929A	アタラックス錠10mg	0627002	ファイザー(株)
		25mg	4929B	アタラックス錠25mg	0627101	
ヒドロクロロアゾト	錠剤	25mg	4940A	ダイクロトライト錠25mg	2FC02H	萬有製薬(株)
ジアセパム	錠剤	10mg/g	4946A	セルシン散1%	O034	武田薬品工業(株)
		2mg	4946D	2mgセルシン錠	O319	武田薬品工業(株)
		3mg	4946E	3mgセルシン錠	J6G01	中外製薬(株)
		5mg	4946F	5mgセルシン錠	O928	武田薬品工業(株)
スルファトキシ・ ピリメタジン	錠剤	500mg・ 25mg	4953A	ファンシターール錠	B31025	中外製薬(株)
		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	16.667mg・ 8.333mg・ 16.667mg	4957A	ヒダントールD	W01N
20.833mg・ 8.333mg・ 16.667mg	4957B		ヒダントールE	W01N		
25mg・ 8.333mg・ 16.667mg	4957C		ヒダントールF	W03N		
ミノサイクリン塩酸塩	カプセル剤	50mg	5109B	ミノマイシンカプセル50mg	07A01A	ライズ(株)
		100mg	5109C	ミノマイシンカプセル100mg	06M01A	

グリチルリチン酸モノンニウム・ グリシン・ DL-メチオニン	錠剤	35mg・ 25mg・ 25mg	5124A	グリチロン錠	06093	(株)ミノファークン製薬
テルグリド	錠剤	0.5mg	5205A	テルロン錠0.5	64131	日本シエリング(株)
マシントール	錠剤	0.5mg	5206A	サノレックス錠0.5mg	P0006	ノバルティスファーマ(株)
トロピセトロン塩酸塩	カプセル剤	5mg	5212A	ナボハンカプセル5mg	60020	ノバルティスファーマ(株)
ベンゾチアミン	散剤	138.3mg/g	5221A	ビオタミン散10%	WW004	三共(株)
	錠剤	34.58mg	5221B	ビオタミン錠25	PE028	
フマル酸第一鉄	徐放性カプセル剤	305mg	5226A	フェルム・カプセル	L00801	日医工(株)
イフェンロジール酒石酸塩	細粒剤	40mg/g	5228A	セロクラー細粒4%	3E068A	サノフィ・アベンティス(株)
	錠剤	10mg	5228B	セロクラー錠10mg	3E189B	
		20mg	5228C	セロクラー錠20mg	3E847C	
アセクラトン	錠剤	187.5mg	5229A	ケルカロン錠187.5mg	G5J02	中外製薬(株)
プラゾシン塩酸塩	錠剤	0.55mg	5231A	ミニプレス錠0.5mg	0604302A	ファイザー(株)
		1.10mg	5231B	ミニプレス錠1mg	0604402A	
エルゴタミン酒石酸塩・ 無水カフェイン	錠剤	1mg・ 100mg・	5238A	カフェルゴット	P0013	ノバルティスファーマ(株)
ヘタネコール塩化物	散剤	50mg/g	5501A	ヘタコリン散	46A98S	サンノーバ(株)
エメタスチンフマル酸塩	徐放性カプセル剤	1mg	5506A	タレンカプセル1mg	1YG68	日本オルガノン(株)
		2mg	5506B	タレンカプセル2mg	14H68	
プロパントリン臭化物・ 銅クロロフィリンナトリウム・ ケイ酸マグネシウム	散剤	15mg/g・ 30mg/g・ 831.2mg/g	5901A	メサフィリン末	5XB63S	サンノーバ(株)
トリフロヘラジンマレイン酸塩	散剤	15.7mg/g	6011A	トリフロヘラジン散1%「ミツビシ」	M064	三菱ケルファーマ(株)
	錠剤	3.90mg	6011B	トリフロヘラジン糖衣錠「ヨシトミ」(2.5)	M005	
		7.80mg	6011C	トリフロヘラジン糖衣錠「ヨシトミ」(5)	M007	
フルフェナジンマンニン酸塩	散剤	3.06mg/g	6012A	フルメジン散0.2%	L299	
	錠剤	0.383mg	6012B	フルメジン糖衣錠(0.25)	M069	
		0.765mg	6012C	フルメジン糖衣錠(0.5)	K222	
		1.53mg	6012D	フルメジン糖衣錠(1)	K381	
ヒドロキシジソプロパモ酸塩	錠剤	42.6mg	6104A	ハタジソン錠	120152	日新製薬(株)
	ドライシロップ剤	42.6mg/g	6104B	アタラックス-PTドライシロップ2.5%	0627602	ファイザー(株)
ヘモリン	錠剤	10mg	6105A	ヘタタミン錠10mg	FC09AK	(株)三和化学研究所
		25mg	6105B	ヘタタミン錠25mg	EH09BK	
		50mg	6105C	ヘタタミン錠50mg	FC10AK	
フロプロピオン	カプセル剤	40mg	6107C	コスハンカプセル	64C26K	エーザイ(株)
クロルフェニラミンマレイン酸塩・ サリチルアミド・ アセトアミノフェン・ 無水カフェイン	散剤	3mg/g・ 270mg/g・ 150mg/g・ 30mg/g	6112A	ネオアムノール散	FB20AK	(株)三和化学研究所
	顆粒剤	3mg/g・ 270mg/g・ 150mg/g・ 30mg/g	6112B	ヘレックス顆粒	6A94A	大鵬薬品工業(株)
		0.5mg/g・ 45mg/g・ 25mg/g・ 5mg/g	6112C	ヘレックス1/6顆粒	5H78B	

アデノシン三リン酸二ナトリウム	腸溶性錠剤	20mg (a)	6201A	アデノスコール腸溶錠20	UM6M	興和(株)
		20mg (b)		ATP腸溶錠”第一”	LLADB06	第一製薬(株)
		60mg	6201C	アデノスコール腸溶錠60	QV6E	興和(株)
ロメリゾン塩酸塩	錠剤	5mg	6202A	テラナス錠5	47H68	日本オルガン(株)
プロメタジンメチルシチリル酸塩	細粒剤	135mg/g	6203A	ピレチア細粒10%	4057	塩野義製薬(株)
レボチロキシンナトリウム水和物	散剤	0.1mg/g	6204A	チラーヂンS散	Y128	あすか製薬(株)
ヘントキシヘリクエン酸塩	錠剤	10mg	6205A	カイレス錠「イエイ」	5J28D2	(株)イエイ
		15mg	6205B	アストマトップ	601A	鶴原製薬(株)
		30mg	6205C	アトミンS	RD10BAT	長生堂製薬(株)
ジメメルファンリン酸塩	散剤	100mg/g	6206A	アストミン散10%	W003Y01	アステラス製薬(株)
	錠剤	10mg	6206B	アストミン錠10mg	W016R01	
ピリトスチグミン臭化物	錠剤	60mg	6207A	メスチン錠	6007	共和薬品工業(株)
ハハペリン塩酸塩	散剤	100mg/g	6208A	塩酸ハハペリン散10%「メルク」	1660HP	メルク製薬(株)
ホルモテロールアマル酸塩水和物	錠剤	40μg	6209A	アトック錠40μg	S001	アステラス製薬(株)
	トライシロップ剤	40μg/g	6209B	アトックトライシロップ40μg	W003Y01	
アモキシシリン水和物・クラファン酸カリウム	顆粒剤	100mg/g・50mg/g	6210A	オーグメンチン小児用顆粒	0810A	グラクソ・スミスクライン(株)
	錠剤	125mg・62.5mg	6210B	オーグメンチン錠125	F9282D	
		250mg・125mg	6210C	オーグメンチン錠250	F8041D	
タランピリン塩酸塩	カプセル剤	250mg	6211A	アオセシリン250カプセル	QK25B3B	長生堂製薬(株)
ヘパリン硫酸塩水和物	錠剤	50mg	6212A	ヘパリコール錠50	17H68	日本オルガン(株)
		100mg	6212B	ヘパリコール錠100	27H68	
ニカルジピン塩酸塩	徐放性錠剤	20mg	6213A	ラジストミンL錠20	609802	大洋薬品工業(株)
		40mg	6213B	ラジストミンL錠40	609903	
	徐放性カプセル剤	20mg	6213C	ヘルジピンLAカプセル20mg	W005N01	アステラス製薬(株)
				ニコテールLA20	53104	日本シエリング(株)
		40mg	6213D	ヘルジピンLAカプセル40mg	W013N02	アステラス製薬(株)
ニコテールLA40	54117			日本シエリング(株)		

別添 3

医薬品の範囲及び標準的な試験条件について

有効成分名	剤型	含量	試験液 (pH)		回転数	整理番号
			基準液	その他	(rpm)	
ニフェジピン	徐放性カプセル剤 (1)	10mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	29124
		0.05 w/v% ホリスルベート80添加				
	20mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	29126	
		0.05 w/v% ホリスルベート80添加				
	徐放性カプセル剤 (2)	5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	29123
		10mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	29124
15mg		6.8	1.2, 4.0, 水	75	29125	
プロモクリプチン塩酸塩	錠剤	2.87mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	30151
エテト酸カルシウム二ナトリウム	腸溶性錠剤	500mg	1.2, 6.8	6.0※1, 水	100	4523A
ニトホシト	カプセル剤	25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4526A
		50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4526B
		100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4526C
トラゾプトン塩酸塩	錠剤	25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48051
		50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48052
スルファジメトキシ	散剤	1g/g	7.5※2	1.2, 6.8, 水	100	48221
クロルプロマジン塩酸塩・ プロメタジン塩酸塩・ フェノバルビタール	錠剤	25mg・ 12.5mg・ 40mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48241
		12.5mg・ 12.5mg・ 30mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48242
プロメタジン塩酸塩	錠剤	5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	100	4907A
		25mg	6.8	1.2, 4.0, 水	100	4907B
アリメジン酒石酸塩	散剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4909A
	錠剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4909B
プラジカンテル	錠剤	600mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4925A
			2.0 w/v% ホリスルベート80添加			
ヒドロキシジン塩酸塩	錠剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	100	4929A
		25mg	4.0	1.2, 6.8, 水	100	4929B
ヒドロクロチアジド	錠剤	25mg	6.8	1.2, 4.0, 水	100	4940A
ジアセパム	散剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4946A
	錠剤	2mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4946D
		3mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4946E
		5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4946F
		10mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4946G
スルファトキシ・ ヒリメタジ	錠剤	500mg・ 25mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4953A

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	錠剤	16.667mg・ 8.333mg・ 16.667mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4957A
		20.833mg・ 8.333mg・ 16.667mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4957B
		25mg・ 8.333mg・ 16.667mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4957C
ミノサイクリン塩酸塩	カプセル剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5109B
		100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5109C
グリチルリチン酸モノアンモニウム・ グリシニン・ DL-メチオニン	錠剤	35mg・ 25mg・ 25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5124A
テルグロリト	錠剤	0.5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	5205A
マシントール	錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5206A
トピセトロン塩酸塩	カプセル剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5212A
ベンゾチアジン	散剤	138.3mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5221A
	錠剤	34.58mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5221B
フマル酸第一鉄	徐放性カプセル剤	305mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5226A
イフェンプロシル酒石酸塩	細粒剤	40mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5228A
	錠剤	10mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	5228B
		20mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	5228C
アセタラトン	錠剤	187.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	5229A
プラザシン塩酸塩	錠剤	0.55mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	5231A
		1.10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	5231B
エルゴタミン酒石酸塩・ 無水カフェイン	錠剤	1mg・100mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	5238A
ヘタネコール塩化物	散剤	50mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5501A
エメタスチンフマル酸塩	徐放性カプセル剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5506A
		2mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	5506B
プロパントリン臭化物・ 銅クロロフィリンナトリウム・ ケイ酸マグネシウム	散剤	15mg/g・ 30mg/g・ 831.2mg/g	1.2	4.0, 6.8, 水	75	5901A
トリプロパラジンマレイン酸塩	散剤	15.7mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	50	6011A
	錠剤	3.90mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	6011B
		7.80mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	6011C
フルフェナジンマレイン酸塩	散剤	3.06mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6012A
	錠剤	0.383mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	6012B
		0.765mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	6012C
		1.53mg	4.0	1.2, 6.8, 水	75	6012D

ヒド°ロキシジ°ンハ°モ酸塩	錠剤	42.6mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	6104A
	ト°ライシロツプ°剤	42.6mg/g	1.2	4.0, 6.8, 水	50	6104B
ハ°モリン	錠剤	10mg	6.8	3.0※3, 4.0, 水	75	6105A
		25mg	6.8	3.0※3, 4.0, 水	75	6105B
		50mg	6.8	3.0※3, 4.0, 水	75	6105C
フロブ°ロビ°オン	カプ°セル剤	40mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	6107C
クロルフェニラジメチルアミン酸塩・ サリチルアミト°・ アセトアミノフェン・ 無水カフェイン	散剤	3mg/g・ 270mg/g・ 150mg/g・ 30mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6112A
		3mg/g・ 270mg/g・ 150mg/g・ 30mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6112B
		0.5mg/g・ 45mg/g・ 25mg/g・ 5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6112C
アデ°ニン三リン酸二ナトリウム	腸溶性錠剤	20mg (a)	1.2, 6.8	6.0※1, 水	75	6201A
		20mg (b)	1.2, 6.8	6.0※1, 水	75	
		60mg	1.2, 6.8	6.0※1, 水	75	6201C
ロメリジン塩酸塩	錠剤	5mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	6202A
プロメタジ°ンメチレンジ°サリチル酸塩	細粒剤	135mg/g	1.2	4.0, 6.8, 水	50	6203A
レボ°チロキシナトリウム水和物	散剤	0.1mg/g	水	3.0※3, 4.0, 6.8	100	6204A
ハ°ントキシハ°リンクエン酸塩	錠剤	10mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6205A
		15mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6205B
		30mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6205C
ジ°メソルファンリン酸塩	散剤	100mg/g	6.8	1.2, 4.0	75	6206A
	錠剤	10mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6206B
ヒ°リト°スチク°ミン臭化物	錠剤	60mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6207A
ハ°ハ°ハ°リン塩酸塩	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6208A
ホルモテロールフマル酸塩水和物	錠剤	40μg	水	3.0※3, 4.0, 6.8	50	6209A
	ト°ライシロツプ°剤	40μg/g	水	3.0※3, 4.0, 6.8	50	6209B
アモキシシリン水和物・ クラフ°ラン酸カリウム	錠剤	100mg/g・ 50mg/g	水	1.2※4, 4.0, 6.8	50	6210A
		125mg・ 62.5mg	水	1.2※4, 4.0, 6.8	75	6210B
		250mg・ 125mg	水	1.2※4, 4.0, 6.8	75	6210C
クランビ°シリン塩酸塩	カプ°セル剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6211A

ベプロリル塩酸塩水和物	錠剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6212A
		100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	6212B
ニカルシピン塩酸塩	徐放性錠剤	20mg	3.0※3	1.2, 6.8, 水	75	6213A
		40mg	3.0※3	1.2, 6.8, 水	75	6213B
	徐放性カプセル剤	20mg	3.0※3	1.2, 6.8, 水	100	6213C
		40mg	3.0※3	1.2, 6.8, 水	100	6213D

○装置：日本薬局方一般試験法溶出試験法（パドル法）

○試験液 次の試験液900mLを適当な方法で脱気して用いる。

pH1.2：日本薬局方試薬・試液の溶出試験第1液

pH4.0：酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）

pH6.8：日本薬局方試薬・試液の溶出試験第2液

水：日本薬局方精製水

pH6.0※1：薄めたMcIlvaine緩衝液（0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム十二水和物と0.025mol/Lクエン酸一水和物でpH6.0に調製する。）

pH7.5※2：薄めたMcIlvaine緩衝液（0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム十二水和物と0.025mol/Lクエン酸一水和物でpH7.5に調製する。）

pH3.0※3：薄めたMcIlvaine緩衝液（0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム十二水和物と0.025mol/Lクエン酸一水和物でpH3.0に調製する。）

pH1.2※4：アモキシシリン水和物のみ試験を行う。

その他：薄めたMcIlvaine緩衝液（0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム十二水和物と0.025mol/Lクエン酸一水和物を用いてpHを調整する。）

以上、試験液及び回転数以外の溶出試験の詳細については、平成10年7月15日医薬審第595号厚生省医薬安全局審査管理課長通知「医療用医薬品の品質に係る再評価の実施手順等について」を参照すること。