

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±0.5°Cに加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径0.5µm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中にエメダスチンフマル酸塩(C₁₇H₂₆N₄O・2C₄H₄O₄)約0.56µgを含む液となるように溶出試験液第1液を加えてV' 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100µL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(C₁₇H₂₆N₄O・2C₄H₄O₄)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(C₁₇H₂₆N₄O・2C₄H₄O₄)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
(C₂₃H₃₀BrNO₃)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 $0.45\mu m$ 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 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((C₁₉H₂₄N₂O₄)₂·C₄H₄O₄)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(C₂₄H₂₃N₃O₆S·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(C₂₄H₂₃N₃O₆S·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(C₂₄H₂₃N₃O₆S·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 Bepridil 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-pyrrolidiny)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。