

別添 1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するものの他，日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する。）

塩酸シプロヘプタジン 10mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸シプロヘプタジン無水物（ $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ ）約 4 mg に対応する量を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．規定時間後，溶出液 20 mL 以上をとり，その一部を遠心分離し，その上清を試料溶液とし，ポリプロピレン製の液体クロマトグラフ用バイアルに移す．別に塩酸シプロヘプタジン標準品を 100（減圧・0.67 kPa 以下）で 5 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のシプロヘプタジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

塩酸シプロヘプタジン無水物（ $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{18}{C}$$

W_S ：塩酸シプロヘプタジン標準品の量（mg）

W_T ：塩酸シプロヘプタジン 10mg/g 散の秤取量（g）

C ：1 g 中の塩酸シプロヘプタジン無水物（ $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$ ）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 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：30 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール/メタンスルホン酸混液（520：240：240：1）

流量：シプロヘプタジンの保持時間が約 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 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，シプロヘプタ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 段以上及び 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，シプロヘプタジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

塩酸シプロヘプタジン標準品：塩酸シプロヘプタジン(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，99.0% 以上を含むもの。

塩酸シプロヘプタジン 4mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。規定時間後，溶出液 20 mL 以上をとり，その一部を遠心分離し，その上清を試料溶液とし，ガラス製の液体クロマトグラフ用バイアルに移す。別に塩酸シプロヘプタジン標準品を 100 (減圧・0.67 kPa 以下) で 5 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のシプロヘプタジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸シプロヘプタジン無水物($C_{21}H_{21}N \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸シプロヘプタジン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸シプロヘプタジン無水物($C_{21}H_{21}N \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：285 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：30 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール/メタンсульホン酸混液 (520 : 240 : 240 : 1)

流量：シプロヘプタジンの保持時間が約 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 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，シプロヘプタ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 段以上及び 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，シプロヘプタジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

塩酸シプロヘプタジン標準品：塩酸シプロヘプタジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、99.0%以上を含むもの。