

無水カフェイン 20mg/g・シメトリド 800mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.5 g を精密に量り，試験液に 3 % ラウリル硫酸ナトリウム添加の水 900mL 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．溶出試験を開始し，15 及び 90 分後，溶出液 20mL を正確にとり，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，次のろ液を用いる．

無水カフェイン

溶出試験開始 15 分後の溶出液のろ液をカフェインの試料溶液とする．別に，カフェイン標準品を 80 で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，試験液に溶かし，正確に 200mL とする．この液 2 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL 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，カフェインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品 15 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする．

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : カフェイン標準品の量 (mg)

W_T : キョーリン AP 2 顆粒の採取量 (g)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：273nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレスカラム管に 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．

ガードカラム：内径 4 mm，長さ 4 mm のステンレスカラム管に 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 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸溶液 (1 : 1000) / アセトニトリル混液 (17 : 3)

流量：カフェインの保持時間が約 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 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，カフェインのピークの理論段数及びシメトリー係数は，それぞれ 3000 以上，1.5 以下である．

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

カフェイン標準品：カフェイン標準品 (日局)．

シメトリド

溶出試験開始 15 及び 90 分後の溶出液のろ液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする．別にシメトリド標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g 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 2 mL を

正確に量り，メタノールを加えて正確に 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法により試験を行い，シメトリドのピーク面積 A_{T15} ， A_{T90} 及び A_S を測定する．

本品 90 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする．

シメトリド ($C_{28}H_{38}N_2O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[\frac{A_{T90}}{A_S} \times 880 + \frac{A_{T15}}{A_S} \times 20 \right] \times \frac{1}{C} \times 2$$

W_S : シメトリド標準品の量 (mg)

W_T : キョーリン AP 2 顆粒の採取量 (g)

C : 本品 1 g 中のシメトリド ($C_{28}H_{38}N_2O_6$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレスカラム管に 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．

ガードカラム：内径 4 mm，長さ 4 mm のステンレスカラム管に 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 付近の一定温度

移動相：メタノール / 水混液 (4 : 1)

流量：シメトリドの保持時間が約 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 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，シメトリ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 3000 以上，1.5 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，シメトリドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である．

シメトリド標準品：日本薬局方外医薬品規格を準用する．