

プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・フェノバルビタール 20mg錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 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．溶出試験開始 30 分後，溶出液 10mL 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 3mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，試料溶液とする．別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 150mg，フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 20mg，塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 20mg をそれぞれ精密に量り，試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，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法により試験を行い，試料溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa, ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa, ASb 及び ASc を測定する．

プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 30 分間の溶出率がそれぞれ 85% 以上，75% 以上及び 85% 以上のときは適合とする．

プロキシフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= WSa \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{Ca}$$

フェノバルビタール (C₁₂H₁₂N₂O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= WSb \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{Cb}$$

塩酸エフェドリン (C₁₀H₁₅NO · HCl) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= WSc \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{Cc}$$

WSa : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

WSb : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

WSc : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

Ca : 1 錠中のプロキシフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₃) の表示量 (mg)

Cb : 1 錠中のフェノバルビタール (C₁₂H₁₂N₂O₃) の表示量 (mg)

Cc : 1 錠中の塩酸エフェドリン (C₁₀H₁₅NO · HCl) 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 15cm 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：25 付近の一定温度

移動相：0.01mol/L オクタンスルホン酸ナトリウムのリン酸緩衝液(pH 2.2)
/メタノール混液(1:1)

流量：塩酸エフェドリンの保持時間が約 10 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール，塩酸エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールと塩酸エフェドリンの分離度は 4 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも 2.0%以下である。

リン酸緩衝液(pH 2.2)/メタノール混液(1:1) リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を適量の水に加えて溶かし，リン酸で pH2.2 に調整後，更に水を加えて 1000mL とする。この液をメタノール 1000mL と混合する。

プロキシフィリン標準品 プロキシフィリン(局外規)。ただし，乾燥したものを定量するとき，プロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃) 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)。

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン(日局)。

プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・フェノバルビタール 20mg
腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。溶出試験開始 120 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、リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 150mg、フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 20mg、塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 20mg をそれぞれ精密に量り、試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し、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法により試験を行い、試料溶液のプロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa 、 ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa 、 ASb 及び ASc を測定する。

プロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 120 分間の溶出率がそれぞれ 5% 以下のときは適合とする。

プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{Ca}$$

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 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{Cb}$$

塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{Cc}$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

Ca : 1 錠中のプロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量 (mg)

Cb : 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)

Cc : 1 錠中の塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

〔pH6.8〕本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1:2) 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．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2)/メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混合し，試料溶液とする．別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 150mg，フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 20mg，塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 20mg をそれぞれ精密に量り，試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2)/メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，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法により試験を行い，試料溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa ， ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa ， ASb 及び ASc を測定する．

プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 45 分間の溶出率がそれぞれ 85% 以上，75% 以上及び 85% 以上のときは適合とする．

プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{C_a}$$

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 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{C_b}$$

塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{C_c}$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中のプロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量 (mg)

C_b : 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)

C_c : 1 錠中の塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 214 nm)

カラム : 内径 4.6 mm，長さ 15cm 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 : 25 付近の一定温度

移動相 : 0.01mol/L オクタンスルホン酸ナトリウムのリン酸緩衝液 (pH 2.2) /メタノール混液 (1:1)

流量 : 塩酸エフェドリンの保持時間が約 10 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール，塩酸エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールと塩酸エフェドリンの分離度は4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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも2.0%以下である．

リン酸緩衝液 (pH 2.2) / メタノール混液 (1:1) リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を適量の水に加えて溶かし，リン酸で pH2.2 に調整後，更に水を加えて 1000mL とする．この液をメタノール 1000mL と混合する．

プロキシフィリン標準品 プロキシフィリン (局外規)．ただし，乾燥したものを定量するとき，プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) 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)．

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン (日局)．