

医薬審発第 0530002 号
平成 15 年 5 月 30 日

各都道府県衛生主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬局審査管理課長

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について

平成 9 年 2 月 24 日厚生省告示第 15 号、平成 11 年 10 月 18 日厚生省告示第 222 号、平成 12 年 7 月 14 日厚生省告示第 283 号、平成 13 年 1 月 22 日厚生労働省告示第 7 号、平成 13 年 4 月 9 日厚生労働省告示第 184 号、平成 13 年 7 月 16 日厚生労働省告示第 243 号、平成 13 年 10 月 15 日厚生労働省告示第 355 号、平成 14 年 1 月 21 日厚生労働省告示第 7 号、平成 14 年 7 月 15 日厚生労働省告示第 249 号及び平成 14 年 10 月 24 日厚生労働省告示第 359 号をもって行われた再評価指定については、それぞれ平成 9 年 12 月 24 日、平成 12 年 1 月 18 日、平成 12 年 10 月 16 日、平成 13 年 4 月 23 日、平成 13 年 7 月 9 日、平成 13 年 10 月 16 日、平成 14 年 1 月 15 日、平成 14 年 4 月 22 日、平成 14 年 10 月 16 日及び平成 15 年 1 月 24 日が再評価申請期限であったところであるが、今般、このうち別紙製剤につき、公的溶出試験（案）を別添 1、標準製剤等を別添 2、標準的な溶出試験条件を別添 3 のとおりとすることとしたので、貴管下関係業者に対し周知徹底方よろしく御配慮願いたい。

なお、今般、公的溶出試験（案）が示されたことに伴い、当該製剤に係る再評価申請者が平成 10 年 9 月 9 日医薬審第 790 号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に伴う溶出試験の設定に係る承認事項一部変更承認申請等の取扱いについて」による溶出試験一変申請を行う場合には、平成 15 年 9 月 1 日までに行うよう、併せて御指導願いたい。

別紙

ダナゾール (100mg カプセル)
ニフェジピン (20mg/g 徐放性腸溶細粒)
オフロキサシン (100mg 錠)
カルボシステイン (500mg/g 細粒、250mg 錠、500mg 錠)
アンフェナクナトリウム (50mg カプセル)
トルフェナム酸 (100mg カプセル)
ブロマゼパム (10mg/g 細粒、1mg 錠、2mg 錠、3mg 錠、5mg 錠)
グルクロノラクトン (1g/g 末)
臭化水素酸フェノテロール (2.5mg 錠、2.5mg/g ドライシロップ、
5mg/g ドライシロップ)
テオフィリン (100mg 徐放錠、200mg 徐放錠、400mg 徐放錠)
スルピリド (50mg 錠、100mg 錠、200mg 錠)
オキセサゼイン (50mg/g 顆粒、5mg 錠)
ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル (200mg/g 顆粒、100mg 錠)
カルバミン酸クロルフェネシン (125mg 錠、250mg 錠)
クロルゾキサゾン (200mg 錠)
フェンプロバメート (200mg 錠)
メシル酸プリジノール (4mg 錠)
メトカルバモール (900mg/g 顆粒)
塩化ベルベリン (100mg/g 散、50mg 錠、100mg 錠)
ピコスルファートナトリウム (10mg/g 顆粒、1mg 錠、2.5mg 錠、7.5mg 錠、
2.5mg 軟カプセル、10mg/g ドライシロップ)
マンデル酸ヘキサミン (250mg 腸溶錠)
セフチブテン (100mg カプセル、200mg カプセル)
アシクロビル (400mg/g 顆粒、200mg 錠、400mg 錠)
ジドブジン (100mg カプセル)
塩酸クロフェダノール (41.67mg/g 顆粒、12.5mg 錠)
デキサメタゾン (1mg/g ドライシロップ)
ヒドロコルチゾン (10mg 錠)
プレドニゾロン (10mg/g 散)
スピロラクトン (100mg/g 細粒、25mg 錠、50mg 錠)
ホリナートカルシウム (5mg 錠)
コバマミド (1mg/g 散、0.25mg 錠 a、0.25mg 錠 b、0.5mg 錠 a、0.5mg 錠 b、
0.25mg カプセル、0.5mg カプセル)
フラビンアデニンジヌクレオチド (5mg 腸溶錠、10mg 腸溶錠、15mg 腸溶錠)
ケトプロフェン (25mg カプセル、50mg カプセル、150mg 徐放カプセル)
フルルビプロフェン (80mg/g 顆粒、40mg 錠)
イノシトールヘキサニコチネート (200mg 錠)
チアンフェニコール (250mg カプセル)
レボドパ・カルビドパ (100mg・10mg 錠、250mg・25mg 錠)
アモキサピン (100mg/g 細粒、10mg カプセル、25mg カプセル、50mg カプセル)
エチゾラム (10mg/g 細粒、0.5mg 錠、1mg 錠)
塩酸モペロン (100mg/g 散、5mg 錠)
塩酸ロフェプラミン (10mg 錠、25mg 錠)
オキシペルチン (100mg/g 散、20mg 錠、40mg 錠)
クロチアゼパム (100mg/g 顆粒、5mg 錠、10mg 錠)
ゾテピン (100mg/g 細粒、500mg/g 細粒、25mg 錠、50mg 錠、100mg 錠)

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．）

ダナゾール 100mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に 2.0w/v%ポリソルベート 80 を添加した水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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 1mL を正確に量り，2.0w/v%ポリソルベート 80 を添加した水を加え，正確に 10mL とし，試験液とする．別に，ダナゾール標準品を酸化リン（ ）を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.028g 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 4mL を正確に量り，2.0w/v%ポリソルベート 80 を添加した水を加えて正確に 100mL とし，標準液とする．試験液及び標準液につき，10 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，ダナゾールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

ダナゾール（ $C_{22}H_{27}NO_2$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_s ：ダナゾール標準品の採取量（mg）

C ：1 カプセル中のダナゾール（ $C_{22}H_{27}NO_2$ ）の表示量（mg）

試験条件；

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：287nm）

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素アンモニウム / アセトニトリル / テトラヒドロフラン（9：12：1）

流量：ダナゾ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：標準液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，ダナゾ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，3.0 以下である．

システムの再現性：標準液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ダナゾールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

ダナゾール標準品 ダナゾール（局外規）.ただし，乾燥したものを定量するとき，ダナゾール（ $C_{22}H_{27}NO_2$ ）99.0% 以上を含むもの．

ニフェジピン 20mg/g 徐放性腸溶細粒

溶出試験 本操作は光を避けて行う。

[pH 1.2] 本品約 1 g を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。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 5 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品（別途ニフェジピン（日局）と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 50 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、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 15% 以下のときは適合とする。

ニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 72$$

W_S : ニフェジピン標準品の量 (mg)

W_T : ニフェジピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) の表示量 (mg)

[pH 6.8] 本品 1 g を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) 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。溶出試験開始 5 分後、溶出液 15 mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) 15 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 5 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。更に溶出試験開始 30 分後、同様に操作して試料溶液とする。別にニフェジピン標準品（別途ニフェジピン（日局）と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約 0.028 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) 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 μL ずつを正確にとり、[pH 1.2] の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 5 分間の溶出率が 25 ~ 55% で、30 分間の溶出率が 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フェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1, 2$)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 72$$

W_S : ニフェジピン標準品の量 (mg)

W_T : ニフェジピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 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/0.01 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液(11:9)にリン酸を加えてpH 6.1に調整する。

流量：ニフェジピンの保持時間が約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 50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は4000以上、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、ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

ニフェジピン標準品：日本薬局方外医薬品規格を準用する。

オフロキサシン 100 mg 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。溶出試験開始 90 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 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試験溶液とする。別にオフロキサシン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g 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。試験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により試験を行い、波長 289 nm 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 75 % 以上のときは適合とする。

オフロキサシン ($C_{18}H_{20}FN_3O_4$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : オフロキサシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のオフロキサシン ($C_{18}H_{20}FN_3O_4$) の表示量 (mg)

オフロキサシン標準品 オフロキサシン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、オフロキサシン ($C_{18}H_{20}FN_3O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

カルボシステイン 500mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，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 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 2mL を正確に量り，薄めたトリフルオロ酢酸溶液(1 1000)2mL を正確に加え，試験溶液とする．別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，薄めたトリフルオロ酢酸溶液(1 1000)に溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試験溶液及び標準溶液 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，L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{W_T} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : L-カルボシステイン標準品の量 (mg)

W_T : ムコダイン細粒の秤取量 (g)

C : 1 g 中の L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：240nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 150mm 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 4mm，長さ 4mm

カラム温度：20 付近の一定温度

移動相：薄めたトリフルオロ酢酸 (1 1000)

流量：L-カルボシステインの保持時間が約 2 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，L-カルボシステインのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で，理論段数が 1500 以上のものを用いる．

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，L-カルボシステインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である．

L-カルボシステイン標準品 「L-カルボシステイン」(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) を 99.0% 以上含むもの．

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.)

カルボシステイン 250mg 錠

溶出試験法 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 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 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 2mL を正確に量り,薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)2mL を正確に加え,試料溶液とする.別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し,その約 0.028g を精密に量り,薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)に溶かし,正確に 200 mL 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,L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする.

L-カルボシステイン($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S :L-カルボシステイン標準品の量(mg)

C :1 錠中の L-カルボシステイン($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:240nm)

カラム:内径 4.6mm,長さ 150mm 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 4mm,長さ 4mm

カラム温度:20 付近の一定温度

移動相:薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)

流量:L-カルボシステインの保持時間が約 2 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,L-カルボシステインのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で,理論段数が 1500 以上のものを用いる.

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,L-カルボシステインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

L-カルボシステイン標準品 「L-カルボシステイン」(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,L-カルボシステイン($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$)を 99.0% 以上含むもの.

カルボシステイン 500mg 錠

溶出試験法 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 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 0.45 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 2mL を正確に量り、薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)6mL を正確に加え、試料溶液とする。別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)に溶かし、正確に 200 mL 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、L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_s : L-カルボシステイン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 150mm 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 4mm, 長さ 4mm

カラム温度: 20 付近の一定温度

移動相: 薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)

流量: L-カルボシステインの保持時間が約 2 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、L-カルボシステインのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

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、L-カルボシステインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

L-カルボシステイン標準品 「L-カルボシステイン」(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) を 99.0% 以上含むもの。

アンフェナクナトリウム 50mg カプセル

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を正確に量り試験液を加えて正確に10mLとし、試験液とする。別にアンフェナクナトリウム標準品を105で2時間乾燥し、その約30mgを精密に量り、試験液に溶かして正確に1000mLとし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長375nmにおける吸光度 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。

アンフェナクナトリウム ($C_{15}H_{12}NNaO_3 \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times 1.065 \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{100}{C} \times \frac{1800}{1000}$$

W_S : アンフェナクナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のアンフェナクナトリウム ($C_{15}H_{12}NNaO_3 \cdot H_2O$) の表示量 (mg)

1.065 : 分子量換算係数 ($C_{15}H_{12}NNaO_3 \cdot H_2O / C_{15}H_{12}NNaO_3$)

アンフェナクナトリウム標準品 $C_{15}H_{12}NNaO_3 \cdot H_2O$: 295.27 (2-アミノ-3-ベンゾイルフェニル)酢酸ナトリウム一水塩で、下記の規格に適合するもの。105, 4時間で乾燥する。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、無臭又はわずかな特異臭を有する。

確認試験

- (1) 呈色反応 1 : 本品0.01gをとり、水1mLを加えて溶かした後、氷冷しながら亜硝酸ナトリウムの1mol/L塩酸溶液(1/20)1mLを加えて振り混ぜ2分間放置し、次にスルファミン酸アンモニウム試液1mLを加えてよく振り混ぜ、1分間放置した後、シュウ酸N-(1-ナフチル)-N'-ジエチルエチレンジアミン試液1mLを加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 呈色反応 2 : 本品0.08gに塩酸ヒドロキシルアミンの無水エタノール溶液(1/100)2mL及びジシクロヘキシルカルボジイミドのエタノール溶液(1/200)2mLを加えて溶かし、50で5分間加温した後、塩化第二鉄試液4滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。
- (3) 紫外吸収スペクトル : 本品0.015gに希水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、1000mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長231~235nm及び372~376nmに吸収の極大を示す。
- (4) 炎色反応 : 本品の水溶液(1/20)を白金線につけバーナーの炎で燃焼させたとき、炎の色は黄色を呈する。
- (5) 沈殿反応 : 本品の水溶液(1/20)にピロアンチモン酸カリウム試液を加えたとき、白色の結晶性沈殿を生ずる。

純度試験 : 類縁物質

本品0.1gをとり、メタノールを加えて溶かし、正確に5mLとし、試験液とする。この液0.5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとし、標準液とする。

試験液及び標準液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試験液5μL及び標準液1μLをそれぞれ薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア試液/エタノール混液(3:1:1)を展開溶媒として約12cm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、試験液から得た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。

乾燥減量 5.5~7.8% (0.3 g, 105℃, 2時間)

含量 99.5%以上 定量法 本品を乾燥し、約0.23 gを精密に量り、エチレングリコールモノメチルエーテル 50mLを加えて溶かし、0.1mol/L 塩酸で滴定する（電位差法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 塩酸 1mL = 27.725mg $C_{15}H_{12}NNaO_3$

ただし、指示電極にはガラス電極を、基準電極にはカロメル電極を用いる。

トルフェナム酸100mgカプセル

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH 7.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 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 90 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 - でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、pH 7.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にトルフェナム酸標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 7.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 289 nm 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 80 % 以上のときは適合とする。

トルフェナム酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : トルフェナム酸標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のトルフェナム酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$) の表示量 (mg)

トルフェナム酸標準品: 日本薬局方外医薬品規格を準用する。ただし、乾燥したものを定量するとき、トルフェナム酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

pH 7.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液: 0.05 mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025 mol/L クエン酸を用いて pH を調整する。

プロマゼパム 10mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行なう。溶出試験開始 30 分後に溶出液 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、次のろ液を試験液とする。別にプロマゼパム標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、メタノールで正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液で正確に 100mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 235nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

プロマゼパム ($C_{14}H_{10}BrN_3O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : プロマゼパム標準品の量 (mg)

W_T : プロマゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のプロマゼパム ($C_{14}H_{10}BrN_3O$) の表示量(mg)

プロマゼパム標準品 プロマゼパム (日局) .

プロマゼパム 1mg 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75回転で試験を行なう。溶出試験開始30分後に溶出液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、次のろ液を試験溶液とする。別に、プロマゼパム標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールで正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、試験液で正確に200mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液20µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のプロマゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
本品の30分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

プロマゼパム ($C_{14}H_{10}BrN_3O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : プロマゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のプロマゼパム ($C_{14}H_{10}BrN_3O$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長 235nm）

カラム：内径4.6 mm，長さ約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填する。

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール / pH6.8 のリン酸塩緩衝液混液（11 : 9）

流量：プロマゼパムのピークが約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 µLにつき、上記の条件で操作するとき、プロマゼパムのピーク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 µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プロマゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

プロマゼパム標準品 プロマゼパム（日局）

プロマゼパム 2mg 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75回転で試験を行なう。溶出試験開始45分後に溶出液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、次のろ液を試験溶液とする。別に、プロマゼパム標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、メタノールで正確に200 mLとする。この液2 mLを正確に量り、試験液で正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液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、それぞれの液のプロマゼパムのピーク面積 AT 及び AS を測定する。本品の45分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

プロマゼパム (C₁₄H₁₀BrN₃O) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : プロマゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のプロマゼパム (C₁₄H₁₀BrN₃O) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長 235nm）

カラム：内径4.6 mm，長さ約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：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール / pH6.8 のリン酸塩緩衝液混液（11 : 9）

流量：プロマゼパムのピークが約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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プロマゼパムのピーク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 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プロマゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

プロマゼパム標準品 プロマゼパム（日局）

プロマゼパム 3mg 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のメンブランフィルタ-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。別にプロマゼパム標準品を105で4時間減圧乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールで正確に200mLとする。この液3mL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それぞれ20 μ Lずつにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、プロマゼパムのピーク面積 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。

プロマゼパム ($C_{14}H_{10}BrN_3O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 13.5$$

W_s : プロマゼパム標準品の採取量 (mg)

C : 本品1錠中のプロマゼパムの表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 235nm)

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：メタノール/pH6.8のリン酸塩緩衝液混液 (11:9)

流量：プロマゼパムのピークが約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、プロマゼパムのピークのシンメトリー係数が2.0以下で、理論段数が2000段以上のものを用いる。

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、プロマゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

プロマゼパム標準品 プロマゼパム (日局)。

プロマゼパム 5mg 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75回転で試験を行なう。溶出試験開始30分後に溶出液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、次のろ液を試験溶液とする。別に、プロマゼパム標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、メタノールで正確に200 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液で正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液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、それぞれの液のプロマゼパムのピーク面積 AT 及び AS を測定する。
本品の30分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

プロマゼパム (C₁₄H₁₀BrN₃O) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : プロマゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のプロマゼパム (C₁₄H₁₀BrN₃O)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長 235nm）

カラム：内径4.6 mm，長さ約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填する。

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール / pH6.8 のリン酸塩緩衝液混液（11 : 9）

流量：プロマゼパムのピークが約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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プロマゼパムのピーク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 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プロマゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

プロマゼパム標準品 プロマゼパム（日局）。

グルクロノラクトン 1g/g 末

溶出試験 本品約 1.0g を精密に量り、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。溶出試験を開始し、15 分後に溶出液 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。別にグルクロノラクトン標準品約 0.025g を精密に量り、水に溶かし、正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15 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、それぞれの液のグルクロノラクトンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

グルクロノラクトン($C_6H_8O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{900}{25} \times 100$$

W_S : グルクロノラクトン標準品の量(mg)

W_T : グルクロノラクトン末の採取量(mg)

C : 1.0g 中のグルクロノラクトン($C_6H_8O_6$)の表示量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220nm）

カラム：内径 4mm，長さ 15cm 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：25 付近の一定温度

移動相：1.25mM 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液にリン酸を加えて pH を 6.5 に調整する。

流量：グルクロノラクトンの保持時間が約 2 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：グルクロノラクトン標準品 0.05g 及びグルクロン酸ナトリウム一水和物 0.08g を水に溶かし 50mL とする。この液 15 μL につき、上記の条件で操作するとき、グルクロノラクトン、グルクロン酸の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グルクロノラクトンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

グルクロノラクトン標準品 $C_6H_8O_6$: 176.13 グルクロノラクトンで、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。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により

測定するとき、波数 3500cm^{-1} ， 3300cm^{-1} ， 1759cm^{-1} 及び 1040cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 類縁物質 1.0% 以下

溶液調整後、速やかに試験を行う。本品 0.050g を水 10mL に溶かし、試料溶液とする。

この液 1mL 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 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液のグルクロノラクトン

以外のピークの合計面積は、標準溶液の
グルクロノラクトンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210nm）

カラム：内径8mm,長さ 30cm のステンレス管に9 μm の液体クロマトグラフ用ゲル型強酸性イオン交換樹脂
（架橋度 8%）を充てんする。

カラム温度：30° C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 1000）

流量：グルクロノラクトンの保持時間が約7分になるように調整する。

面積測定範囲：グルクロノラクトンの保持時間の約3倍の範囲。

システム適合性

システムの性能：本品0.075g 及びグルクロン酸ナトリウム一水和物0.050g を水に溶かし 25mL とする。

この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、グルクロン酸ナトリウム、グルクロノラクトンの
順に流出し、その分離度は 1.5 以上である。

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たグルクロノラクトンのピーク高さが 2 ~ 6mm に
なるように調整する。

水分 0.5%以下（0.5g, 容量滴定法, 直接滴定）

含量 99.0%以上

すべての操作は速やかに行う。

本品0.2g を精密に量り, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液30mL を正確に加えて溶かす。更に, 水 50 mL
を加え, 0.1mol/L 塩酸で滴定する（電位差滴定法）。

同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=17.613mg C₆H₈O₆

臭化水素酸フェノテロール 2.5 mg 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。溶出試験開始15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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化水素酸フェノテロール標準品を105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g 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 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 100 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、フェノ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80%以上のときは適合とする。

臭化水素酸フェノテロール ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : 臭化水素酸フェノテロール標準品の量 (mg)

C : 1錠中の臭化水素酸フェノテロール ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：276 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 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g に水を加えて正確に 1000 mL とした後、薄めたリン酸 (1 200) で pH 3.2 に調整する。この液 1000 mL にアセトニトリル 270 mL を加える。

流量：フェノ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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、フェノ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 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、フェノ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。

臭化水素酸フェノテロール標準品 日本薬局方外医薬品規格「臭化水素酸フェノテロール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化水素酸フェノテロール ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) 99.0 % 以上を含むもの。

臭化水素酸フェノテロール2.5mg/gドライシロップ

溶出試験 本品約1.0gを精密に量り、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15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、次のろ液を試験溶液とする。別に臭化水素酸フェノテロール標準品を105で3時間乾燥し、その約0.025g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50mLとする。更にこの液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。試験溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフェノ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。

臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : 臭化水素酸フェノテロール標準品の量 (mg)

W_T : 臭化水素酸フェノテロールドライシロップの秤取量 (g)

C : 1g中の臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：276nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレスカラム管に5μm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填する。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.5gに水を加えて正確に1000mLとした後、薄めたリン酸(1:200)でpH3.2に調整する。この液1000mLにアセトニトリル270mLを加える。

流量：フェノ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100μLにつき、上記の条件で操作するとき、フェノテロールのピークの理論板数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フェノ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。

臭化水素酸フェノテロール標準品 「臭化水素酸フェノテロール」。ただし乾燥したものを定量するとき、臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) 99.0%以上を含むもの。

臭化水素酸フェノテロール5mg/gドライシロップ

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り、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 15 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、次のろ液を試験溶液とする。別に臭化水素酸フェノテロール標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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 50mL とする。更にこの液 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。試験溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフェノ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。

臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : 臭化水素酸フェノテロール標準品の量 (mg)

W_T : 臭化水素酸フェノテロールドライシロップの秤取量 (g)

C : 1g 中の臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：276nm)

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。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.5g に水を加えて正確に 1000mL とした後、薄めたリン酸 (1:200) で pH3.2 に調整する。この液 1000mL にアセトニトリル 270mL を加える。

流量：フェノ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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、フェノ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 4000 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、フェノ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。

臭化水素酸フェノテロール標準品 「臭化水素酸フェノテロール」。ただし乾燥したものを定量するとき、臭化水素酸フェノテロール($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) 99.0% 以上を含むもの。

テオフィリン 100mg 徐放錠

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100回転で試験を行う。

溶出試験開始4時間、8時間及び24時間後、溶出液10mLを正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水10mL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5mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約0.02g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により試験を行い、波長271nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の4時間、8時間、24時間の溶出率がそれぞれ15～45%、35～65%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テオフィリン($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のテオフィリン($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量(mg)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

テオフィリン 200mg 徐放錠

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100回転で試験を行う。

溶出試験開始 4 時間、10 時間及び 24 時間後、溶出液 10mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 10mL 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 5mL を除き、次のろ液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試験液とする。別にテオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.02g 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 20mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 4 時間、10 時間、24 時間の溶出率がそれぞれ 15 ~ 45%、35 ~ 65% 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テオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量(mg)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

テオフィリン 400mg 徐放錠

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100回転で試験を行う。

溶出試験開始 8 時間、16 時間及び 24 時間後、溶出液 10mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 10mL 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 3mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とし、試験液とする。別にテオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.02g 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、水を加えて正確に 200mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 8 時間、16 時間、24 時間の溶出率がそれぞれ 15 ~ 45%、35 ~ 65% 及び 50 ~ 80% のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるテオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量(mg)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

スルピリド50mg錠

溶出試験 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 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、次のろ液を試料液とする。別にスルピリド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 20mL とし、標準液とする。試料液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_S : スルピリド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

スルピリド標準品 スルピリド(日局)。ただし乾燥したものを定量するとき、スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 99.0%以上を含むもの。

スルピリド100mg錠

溶出試験 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 0.5 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 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)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により試験を行い、波長 291nm 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 80% 以上のときは適合とする。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : スルピリド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

スルピリド標準品 スルピリド(日局)。ただし乾燥したものを定量するとき、スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 99.0%以上を含むもの。

スルピリド200mg錠

溶出試験 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 0.5 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 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)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により試験を行い、波長 291nm 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 75% 以上のときは適合とする。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : スルピリド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

スルピリド標準品 スルピリド(日局)。ただし乾燥したものを定量するとき、スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 99.0%以上を含むもの。

オキセサゼイン 50mg/g 顆粒

溶出試験 本品約0.1gを精密に量り、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、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60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、次のろ液を試験液とする。別にオキセサゼイン標準品を減圧、60℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノール50mLに溶かし、水を加えて正確に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。試験液及び標準溶液100μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のオキセサゼインのピーク面積AT及びASを測定する。

本品の60分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{WS}{WT} \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times 18$$

WS：オキセサゼイン標準品の量 (mg)

WT：本品の秤取量 (g)

C：本品 1.0g 中のオキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：259nm)

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：ラウリル硫酸ナトリウムのメタノール/薄めた酢酸(100)(1:50)混液(83:17)溶液(3:500)

流量：オキセサゼインの保持時間が約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100μLにつき、上記の条件で操作するとき、オキセサゼイ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100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキセサゼインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

オキセサゼイン標準品「オキセサゼイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキセサゼイン(C₂₈H₄₁N₃O₃)99.0%以上を含む。

オキセサゼイン 5mg 錠

溶出試験 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、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 15 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、次のろ液を試験溶液とする。別にオキセサゼイン標準品を減圧、60 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、水を加えて正確に 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。試験溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のオキセサゼインのピーク面積 AT 及び AS を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \text{WS} \times \frac{\text{AT}}{\text{AS}} \times \frac{1}{\text{C}} \times 18$$

WS：オキセサゼイン標準品の秤取量 (mg)

C：1 錠中のオキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：259nm)

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：ラウリル硫酸ナトリウムのメタノール/薄めた酢酸 (100) (1 : 50) 混液 (83 : 17) 溶液 (3 : 5000)

流量：オキセサゼインの保持時間が約 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、オキセサゼイ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、オキセサゼインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

オキセサゼイン標準品 「オキセサゼイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) 99.0% 以上を含む。

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル 200mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.5 g を精密に量り、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、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 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 2 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品をデシケーター（シリカゲル）で 3 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 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 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により試験を行い、波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル ($C_{16}H_{22}N_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品の量 (mg)

W_T : ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル顆粒の秤取量 (g)

C : 1 g 中のピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル ($C_{16}H_{22}N_2O_3$) の表示量 (mg)

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル ($C_{16}H_{22}N_2O_3$) 99.0 %以上を含むもの。

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル 100mg 錠

溶出試験 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15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2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品をシリカゲルを乾燥剤として3時間乾燥し、その約0.022g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、崩壊試験法の第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、崩壊試験法の第1液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長269nm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。

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル($C_{16}H_{22}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品の量 (mg)

C : 1錠中のピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル表示量 (mg)

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル ($C_{16}H_{22}N_2O_3$)99.0%以上を含むもの。

カルバミン酸クロルフェネシン 125mg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。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、次のろ液を試験液とする。別にカルバミン酸クロルフェネシン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、メタノール 1 mL に溶かした後、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 20 mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長278nm 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。

カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{18}{5}$$

W_S : カルバミン酸クロルフェネシン標準品の量 (mg)

カルバミン酸クロルフェネシン標準品

カルバミン酸クロルフェネシン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_4$) 99.0%以上を含むもの。

カルバミン酸クロルフェネシン 250mg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。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 4 mL を正確に量り、水 4 mL を正確に加え、試験液とする。別にカルバミン酸クロルフェネシン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、メタノール 1 mL に溶かした後、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 20 mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 278nm 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。

カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{18}{5}$$

W_S : カルバミン酸クロルフェネシン標準品の量 (mg)

カルバミン酸クロルフェネシン標準品

カルバミン酸クロルフェネシン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_4$) 99.0%以上を含むもの。

クロルゾキサゾン 200mg 錠

溶出試験 本品一個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 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 0.5 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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にクロルゾキサゾン標準品を 105 ° で 4 時間乾燥し、その約 0.022g 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 4mL 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紫外可視吸光度測定法により試験を行い波長 280nm における吸光度 AT 及び AS 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。

クロルゾキサゾン(C₇H₄ClNO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

WS：クロルゾキサゾン標準品の量(mg)

C：1 錠中のクロルゾキサゾン(C₇H₄ClNO₂)の表示量(mg)

クロルゾキサゾン標準品 C₇H₄ClNO₂: 169.57 5-クロロ-2-ベンゾキサゾリノンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末

確認試験

本品 5mg をとり、水酸化ナトリウム試液 10mL を加え、15 分間直火で弱く加熱する。冷後、2mol/L 塩酸試液を加えて pH を 1～2 に調整する。この液 5mL は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

で得た液の残りに塩化第二鉄試液 5 滴を加えるとき、液は赤かっ色を呈する。

本品のエタノール溶液(1 : 100000)につき吸収スペクトルを測定するとき、波長 283～285nm に吸収の極大を示し、波長 247～249nm に吸収の極小を示す。

本品 0.01g をとり、薄めた強過酸化水素水(1 : 5) 5mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法によって操作し、検液を調製する。検液に希硝酸 0.5mL を加えた液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

融点 188～192

純度試験

溶状 本品 1.0g にエタノール 50mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

塩化物 本品 0.5g にアセトン 30mL を加えて溶かし、希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01mol/L 塩酸 0.30mL にアセトン 30mL、希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする (0.021% 以下)。

重金属 本品 1.0g 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 2.0mL を加える (20ppm 以下)。

ヒ素 本品 1.0g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2ppm 以下)。

硫酸呈色物 本品 0.20g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 Q より濃くない。

乾燥減量 1.0% 以下(1g, 105 °, 4 時間)。

強熱残分 0.20% 以下(1g)。

含量 99.0%以上 定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、ジメチルホルムアミド20mLを加えて溶かし、0.1mol/Lナトリウムメトキシド液で滴定する(指示薬:チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液3滴)。別にジメチルホルムアミド20mLにベンゼン・メタノール混液(17:3)9mLを加えた液につき、同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/Lナトリウムメトキシド液 1mL = 16.957mgC₇H₄ClNO₂

フェンプロバメート 200mg 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。溶出試験開始90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。別にフェンプロバメート標準品をシリカゲルを乾燥剤として24時間減圧乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、メタノール5 mLに溶かした後、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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長260 nm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75%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{フェンプロバメート (C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_2\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_S & \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900 \end{aligned}$$

W_S : フェンプロバメート標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフェンプロバメート (C₁₀H₁₃NO₂) の表示量 (mg)

フェンプロバメート標準品 「フェンプロバメート」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フェンプロバメート(C₁₀H₁₃NO₂) 99.0 %以上を含むもの。

メシル酸プリジノール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。溶出試験開始 30 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でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 1 mol/L pH 5.0 を 1 mL 加えて試料溶液とする。別にメシル酸プリジノール標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022 g 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 とする。更にこの液 10 mL を正確に量り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 1 mol/L pH 5.0 を 1 mL 加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のメシル酸プリジノールのピーク面積 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。

メシル酸プリジノール ($\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NO}\cdot\text{CH}_4\text{O}_3\text{S}$) 表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : メシル酸プリジノール標準品の量 (mg)

C : メシル酸プリジノール ($\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NO}\cdot\text{CH}_4\text{O}_3\text{S}$) 1 錠中の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 215nm)

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 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 1.05 g をメタノール/薄めたリン酸 (1 : 1000) 混液 (3:2) に溶かし, 1000 mL とする。

流量: メシル酸プリジノールの保持時間が 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, メシル酸プリジノ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 50 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, メシル酸プリジノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

メシル酸プリジノール標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メシル酸プリジノール ($\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NO}\cdot\text{CH}_4\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの。

メトカルバモール 900mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.83g を精密に量り，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 15 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 20mL とし，試験溶液とする．別にメトカルバモール標準品を 60 で 2 時間乾燥し，その約 0.017g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とし，標準溶液とする．試験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により試験を行い，波長 274nm 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．

メトカルバモール($C_{11}H_{15}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 4500$$

W_S : メトカルバモール標準品の量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のメトカルバモール($C_{11}H_{15}NO_5$)の表示量 (mg)

メトカルバモール標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

塩化ベルベリン 100mg/g 散

溶出試験 本品約 1g 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。溶出試験開始 30 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 1 mL とり、水を加えて正確に 20 mL とし、試験液とする。別に、塩化ベルベリン標準品(別途塩化ベルベリン(日局)と同様の条件で水分を測定しておく)約 0.033 g を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のとき適合する。

塩化ベルベリン($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.0969$$

W_S : 乾燥物に換算した塩化ベルベリン標準品の量 (mg)

W_T : フェロベリン散の採取量 (g)

C : 1g 中の塩化ベルベリン($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)の表示量 (mg)

1.0969 : 分子量換算係数

(2 水和物の分子量(407.85)/無水物の分子量(371.82))

塩化ベルベリン標準品 塩化ベルベリン(日局)。

塩化ベルベリン 50mg 錠

溶出試験 本品1錠をとり、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 90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1mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩化ベルベリン(C₂₀H₁₈ClNO₄)約6 μgを含む液となるように水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別塩化ベルベリン標準品0.017gを精密に量り、水を加えて溶かし正確に200mLとする。この液4mL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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262nm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85%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{塩化ベルベリン (C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{425.87}{371.81} \times 360 \end{aligned}$$

W_S : 塩化ベルベリン標準品無水物の量 (mg)

C : 1錠中の塩化ベルベリン (C₂₀H₁₈ClNO₄ · 3H₂O) の表示量 (mg)

$\frac{425.87}{371.81}$: 塩化ベルベリン無水物から水和物への換算係数

塩化ベルベリン標準品 塩化ベルベリン (日局)。

塩化ベルベリン 100mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験瓶に水 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 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 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試験溶液とする。別に塩化ベルベリン標準品（別途塩化ベルベリン（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.033g を精密に量り、水に溶かし、正確に 500mL 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。試験溶液及び標準溶液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行い、262nm 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 70% 以上のときは適合とする。

塩化ベルベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 300$$

W_S ; 塩化ベルベリン標準品無水物の量 (mg)

C ; 1 錠中の塩化ベルベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{ClNO}_4$) の表示量 (mg)

塩化ベルベリン標準品 塩化ベルベリン（日局）。

ピコスルファートナトリウム 10mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.75g を精密に量り，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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 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 4mL を正確に量り，これに水を加えて正確に 25mL とし，試験溶液とする．別にピコスルファートナトリウム標準品（別途水分を測定しておく）約 0.022g 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 とし，標準溶液とする．試験溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のピコスルファートのピーク面積 AT 及び AS 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．

ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{WS}{WT} \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times 28.125 \times 1.037$$

WS：脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量 (mg)

WT：ピコスルファートナトリウム顆粒の秤取量 (g)

C：1g 中のピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265nm）

カラム：内径 4mm，長さ 15cm 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填する．

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし，酢酸 (100) を加えて pH4.5 に調整し，更に水を加えて 1000mL とする．この液 600mL にアセトニトリル 100mL を加える．

流量：ピコスルファートの保持時間が約 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，ピコスルファート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，ピコスルファートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム (日局)．ただし，定量するとき換算した乾燥物に対し，ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$) 99.0% 以上を含むもの．

ピコスルファートナトリウム 1mg 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15分後、溶出液20mL以上をとり、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、次のろ液を試験液とする。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途ピコスルファートナトリウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約0.022g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とし、標準液とする。試験液及び標準液100μL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、それぞれの液のピコスルファートナトリウムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

ピコスルファートナトリウム($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.037 \times 4.5$$

W_S : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のピコスルファートナトリウム($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$)の表示量(mg)

1.037: ピコスルファートナトリウム(無水物)をピコスルファートナトリウム(一水和物)に換算する係数

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: 25 付近の一定温度

移動相: リン酸水素二ナトリウム2.84gを水800mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH4.5に調整し、更に水を加えて1000mLとする。この液600mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量: ピコスルファートナトリウムの保持時間が約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: 標準液100 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファートナトリウム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: 標準液100 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ピコスルファートナトリウムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$)99.0%以上を含むもの。

ピコスルファートナトリウム 2.5mg 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 15分後、溶出液20mL以上をとり、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2mLを正確に量り、水3mLを正確に加え、試験溶液とする。別にあらかじめ日局一般試験法の水分測定法により水分を測定したピコスルファートナトリウム標準品約0.022g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とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液100μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ピコスルファートのピーク面積 A_t 及び A_s を測定する。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_t}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 1.037 \times 11.25$$

W_s : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量 (mg)

1.037 : ピコスルファートナトリウム (無水物) をピコスルファートナトリウム (一水和物) に換算する係数

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 265nm)

カラム : 内径4.0mm、長さ15cmのステンレス管に5μm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填する。

カラム温度 : 25 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二ナトリウム2.84gを水800mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH4.5に調整し、更に、水を加えて1000mLとする。この液600mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量 : ピコスルファートの保持時間が約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100μLにつき、上記の条件で操作するときピコスルファートのピークのシンメトリ係数が2.0以下で、理論段数が2000以上のものを用いる。

システムの再現性 : 標準溶液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ピコスルファートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ピコスルファートナトリウム標準品 : ピコスルファートナトリウム (日局) 。ただし、本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$) 99.0%以上を含むもの。

ピコスルファートナトリウム 7.5mg 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 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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、これに試験液 6mL を正確に加えて試料溶液とする。別に、ピコスルファートナトリウム標準品(あらかじめ水分測定法により水分量を測定しておく)約 0.022 g 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、試験液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 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、ピコスルファートナトリウムのピーク面積 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。

ピコスルファートナトリウム ($\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.037 \times 33.75$$

W_S : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のピコスルファートナトリウム ($\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) の表示量 (mg)

1.037 : ピコスルファートナトリウム (無水物) をピコスルファートナトリウム (一水和物) に換算する係数

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 265nm)

カラム : 内径 4.0mm、長さ 15cm 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 : 25 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて pH 4.5 に調整し、更に水を加えて 1000mL とする。この液 600mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量 : ピコスルファートナトリウムの保持時間が約 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、ピコスルファートナトリウムのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

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、主ピークの面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム (日局) 。ただし、本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム ($\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{NNa}_2\text{O}_8\text{S}_2$) 99.0% 以上を含むもの。

ピコスルファートナトリウム 2.5mg 軟カプセル

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。

溶出試験を開始し、溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μm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3mLを正確に加えて、試料溶液とする。別にピコスルファートナトリウム標準品(別途ピコスルファートナトリウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約0.022g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法により試験を行い、ピコスルファートのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.037 \times \frac{45}{4}$$

W_S : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量 (mg)

1.037: ピコスルファートナトリウム(無水物)をピコスルファートナトリウム(一水和物)に換算する係数

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 265nm)

カラム: 内径4.0mm、長さ15cm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: 25 付近の一定温度

移動相: 無水リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし、酢酸(100)を加えて、pH4.5に調整し、さらに水を加えて1000mLとする。この液600mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量: ピコスルファートの保持時間が約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、ピコスルファート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、ピコスルファートのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$) 99.0%以上を含むもの。

ピコスルファートナトリウム 10 mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 0.75g 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。溶出試験開始 15 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、次のろ液を試験液とする。別にピコスルファートナトリウム標準品（別途ピコスルファートナトリウム（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.021g 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 50 mL とし、標準液とする。試験液及び標準液 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ピコスルファートのピーク面積 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。

ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.037$$

W_S : 脱水物に換算したピコスルファートナトリウム標準品の量(mg)

W_T : ピコスルファートナトリウムドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2 \cdot H_2O$) の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：265nm）

カラム：内径4mm，長さ15cm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：25 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 2.84g を水 800mL に溶かし、酢酸(100)を加え、pH4.5 に調整した後、水を加え 1000mL とする。この液 600mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量：ピコスルファートの保持時間が約 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：標準液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピコスルファートのピークの高さ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：標準液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピコスルファートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ピコスルファートナトリウム標準品 ピコスルファートナトリウム（日局）。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ピコスルファートナトリウム ($C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$) 99.0% 以上を含むもの。

マンデル酸ヘキサミン250mg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75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。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として4時間乾燥し、その約0.027gを精密に量り、崩壊試験法の第1液に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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、マンデル酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の120分間の溶出率が5%以下のときは適合とする。

マンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : マンデル酸ヘキサミン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のマンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) 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75回転で試験を行う。溶出試験開始90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。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として4時間乾燥し、その約0.027gを精密に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1-2)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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、マンデル酸のピーク面積 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。

マンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : マンデル酸ヘキサミン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のマンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) 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 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：酢酸（100）の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液（1-200）/アセトニトリル混液（4:1）

流量：マンデル酸の保持時間が約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25 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，マンデル酸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25 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マンデル酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

マンデル酸ヘキサミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「マンデル酸ヘキサミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，マンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) 99.0%以上を含むもの．

セフチブテン 100mg カプセル

溶出試験 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 30 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 4mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 20mL とし、試験溶液とする。別に塩酸セフチブテン標準品約 0.022g (力価) を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 200mL とする。この液 10mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 238nm における吸光度 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。

セフチブテン ($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : 常用標準セフチブテンの量 [mg (力価)]

C : 1 カプセル中のセフチブテン ($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$) の表示量 [mg (力価)]

セフチブテン 200mg カプセル

溶出試験 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 30 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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 20mL とし、試験溶液とする。別に塩酸セフチブテン標準品約 0.022g (力価) を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 200mL とする。この液 10mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 238nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

セフチブテン ($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : 常用標準セフチブテンの量 [mg (力価)]

C : 1 カプセル中のセフチブテン ($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$) の表示量 [mg (力価)]

アシクロビル400mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 1g を精密に量り，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 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，試験液とする．別にアシクロビル標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し，その約 0.018g 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，標準液とする．試験液及び標準液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 252nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

アシクロビル ($C_8H_{11}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 2250$$

W_S : アシクロビル標準品の量 (mg)

W_T : アシクロビル顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のアシクロビル ($C_8H_{11}N_5O_3$) の表示量 (mg)

アシクロビル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

アシクロビル200mg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4mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、試験液とする。別にアシクロビル標準品を105で2時間乾燥し、その約0.018g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、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長252nmにおける吸光度 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。

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1125$$

W_S : アシクロビル標準品の量 (mg)

C : 1錠中のアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量 (mg)

アシクロビル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

アシクロビル400mg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2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、試験液とする。別にアシクロビル標準品を105で2時間乾燥し、その約0.018g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、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長252nmにおける吸光度 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。

アシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 2250$$

W_S : アシクロビル標準品の量 (mg)

C : 1錠中のアシクロビル($C_8H_{11}N_5O_3$)の表示量 (mg)

アシクロビル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

ジドブジン 100mg カプセル

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(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3mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試験液とする。別にジドブジン標準品(別途本品0.25gにつき、水分測定法の電量滴定法により水分を測定しておく)約0.017gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長267nmにおける吸光度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。

ジドブジン(C₁₀H₁₃N₅O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$=W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 600$$

W_s : 脱水物に換算したジドブジン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のジドブジン(C₁₀H₁₃N₅O₄)の表示量 (mg)

ジドブジン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

塩酸クロフェダノール41.67mg/g顆粒

溶出試験 本品約0.6gを精密に量り、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15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。別に塩酸クロフェダノール標準品を3時間乾燥し(減圧、シリカゲル、80℃)、その約0.028gを精密に量り、水を加えて正確に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、クロフェダノールのピーク面積 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。

塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{54}{C}$$

W_S : 塩酸クロフェダノール標準品の量(mg)

W_T : 塩酸クロフェダノール顆粒の秤取量(g)

C : 0.6g中の塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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/リン酸混液(600:400:1)

流量：クロフェダノ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 μLにつき、上記の条件で操作するとき、クロフェダノ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20 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロフェダノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸クロフェダノール標準品 塩酸クロフェダノール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸クロフェダノール12.5mg錠

溶出試験 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60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、次のろ液を試験液とする。別は塩酸クロフェダノール標準品を3時間乾燥し(減圧、シリカゲル、80℃)、その約0.028gを精密に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1-2)を加えて正確に100mLとする。この液mLを正確に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1-2)を加えて正確に100mLとし、標準液とする。試験液及び標準液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、それぞれの液のクロフェダノールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の60分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸クロフェダノール標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：220nm)

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水/メタノール/リン酸混液(600:400:1)

流量：クロフェダノ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：標準液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、クロフェダノ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：標準液20 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロフェダノールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸クロフェダノール標準品 塩酸クロフェダノール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロフェダノール($C_{17}H_{20}ClNO \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

デキサメタゾン 1mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従いデキサメタゾン約0.5mgに対応する量を精密に量り、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15分後、溶出液20mLをとり、孔径0.45 μm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、デキサメタゾン標準品約0.02gを精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとする。更にこの液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につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のデキサメタゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の15分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

デキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 2.25$$

W_S : デキサメタゾン標準品の量(mg)

W_T : デキサメタゾンドライシロップの採取量(g)

C : 1g中のデキサメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 242 nm)

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 : 水 / アセトニトリル混液 (2 : 1)

流量 : デキサメタゾンの保持時間が約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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、デキサメタゾ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2500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、デキサメタゾンのピーク面積の相対標準偏差は、1.5%以下である。

デキサメタゾン標準品 日本薬局方標準品を用いる。

ヒドロコルチゾン 10mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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 60 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。別にヒドロコルチゾン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、メタノール 5mL を加えて溶かし、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・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。

本品の 60 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

ヒドロコルチゾン($C_{21}H_{30}O_5$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ヒドロコルチゾン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のヒドロコルチゾン($C_{21}H_{30}O_5$)の表示量 (mg)

ヒドロコルチゾン標準品 ヒドロコルチゾン標準品 (日局)。

プレドニゾン 10mg/g 散

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り、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 15 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、次のろ液を試験液とする。別にプレドニゾン標準品を 105℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)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 200mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 247nm 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 80% 以上のときは適合とする。

プレドニゾン ($C_{21}H_{28}O_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : プレドニゾン標準品の量 (mg)

W_T : プレドニゾン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のプレドニゾン ($C_{21}H_{28}O_5$) の表示量 (mg)

プレドニゾン標準品 プレドニゾン標準品 (日局)

スピロラクトン 100mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.1g を精密に量り、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 60 分後、溶出液 10mL をとり、ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にスピロラクトン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 25mg を精密に量り、エタノール(95)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。更に、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により試験を行い、波長 243nm 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 70% 以上のときは適合とする。

スピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) 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 : スピロラクトン標準品の量 (mg)

W_T : スピロラクトン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のスピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) の表示量 (mg)

スピロラクトン標準品 スピロラクトン標準品 (日局)。

スピロラクトン 25mg 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 45分後、溶出液 10mLをとり、ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。ろ液 5mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試験溶液とする。別にスピロラクトン標準品を105 で2時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、エタノール(95)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。更に、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。試験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により試験を行い、波長243nm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70%以上のときは適合とする。

スピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : スピロラクトン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のスピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) の表示量 (mg)

スピロラクトン標準品 スピロラクトン標準品(日局)。

スピロラクトン 50mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液にポリソルベート80溶液(2 1000)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をとり、ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。ろ液5mLを正確に量り、ポリソルベート80溶液(2 1000)を加えて正確に20mLとし、試験溶液とする。別にスピロラクトン標準品を105 で2時間乾燥し、その約25mgを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に20mLとする。この液5mLを正確に量り、ポリソルベート80溶液(2 1000)を加えて正確に50mLとする。更に、この液5mLを正確に量り、ポリソルベート80溶液(2 1000)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、ポリソルベート80溶液(2 1000)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長250nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品の30分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

スピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : スピロラクトン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のスピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) の表示量 (mg)

スピロラクトン標準品 スピロラクトン標準品(日局)。

ホリナートカルシウム 5mg 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 15mL 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 5mL を除き、次のろ液を試験液とする。別にホリナートカルシウム標準品を脱水物に換算し、その約 0.028g を精密に量り、水を加えて正確に 100mL とする。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。試験液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 287nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

ホリナート ($C_{20}H_{23}N_7O_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{18}{C} \times 0.925$$

W_S : ホリナートカルシウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のホリナート ($C_{20}H_{23}N_7O_7$) の表示量 (mg)

0.925 : ホリナートカルシウムからホリナートへの換算係数

ホリナートカルシウム標準品 ホリナートカルシウム標準品 (日局)

コバマミド 1mg/g 散

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品約0.5gを精密に量り、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15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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品(別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mL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、水を加えて正確に100mLとし、標準液とする。試験液及び標準液100μL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、コバマミドのピーク面積 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。

コバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)

W_T : コバマミド散の秤取量 (g)

C : 1g中のコバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量 (μg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 261nm)

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 : pH6.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量 : コバマミドの保持時間が約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 : 標準液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、コバマミドのピークの理論数及びシンメトリー係数は、それぞれ1500段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、コバマミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

コバマミド標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

0.05mol/Lリン酸塩緩衝液, pH6.5 リン酸二水素カリウム 6.8gを水900mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpHを6.5に調整し、水を加えて1000mLとする。

コバマミド 0.25 mg 錠

溶出試験a 本操作は光を避けて行う。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。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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品(別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約0.014 g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50 mLとする。更に、この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。試験液及び標準液100 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 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。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1錠中のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量(mg)

溶出試験b 本操作は光を避けて行う。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。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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品(別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約0.014 g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50 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、標準液とする。試験液及び標準液100 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)

C : 1錠中のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：261 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 付近の一定温度

移動相：pH 6.5の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量：コバマミドの保持時間が約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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コバミ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 1500 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、コバミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

コバミド標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液, pH 6.5 リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

コバマミド 0.5 mg 錠

溶出試験a 本操作は光を避けて行う。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。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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品（別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約0.028 g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50 mLとする。更に、この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。試験液及び標準液100 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 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。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1錠中のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量(mg)

溶出試験b 本操作は光を避けて行う。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。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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品（別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約0.028 g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50 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、標準液とする。試験液及び標準液100 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 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。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)

C : 1錠中のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：261 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 付近の一定温度

移動相：pH 6.5の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量：コバマミドの保持時間が約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 μ L につき，上記の条件で操作するとき，コバミ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 1500 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，コバミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

コバミド標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液，pH 6.5 リン酸二水素カリウム 6.8 g を水 900 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 6.5 に調整し，水を加えて 1000 mL とする．

コバマミド 0.25mg カプセル

溶出試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2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30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。別にコバマミド標準品(別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)を表示量の約56倍量を精密に量り、水に溶かし正確に100mL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、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法により試験を行い、コバマミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：261nm)

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：pH6.5の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量：コバマミドの保持時間が約6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100 μLにつき、上記の条件で操作するとき、コバマミドのピークの理論板数及びシンメトリー係数は、それぞれ1500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、コバマミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

コバマミド標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

0.05mol/Lリン酸塩緩衝液, pH6.5 リン酸二水素カリウム6.8gを水900mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpHを6.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。

コバマミド 0.5mg カプセル

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2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、次のろ液を試験液とする。別にコバマミド標準品(別途「コバマミド」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mL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。更に、この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準液とする。試験液及び標準液100µL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、コバマミドのピーク面積 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。

コバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_S : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のコバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 261nm)

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 40 付近の一定温度

移動相: pH6.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量: コバマミドの保持時間が約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: 標準液 100µLにつき、上記の条件で操作するとき、コバマミ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1500段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準液 100µLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、コバマミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

0.05mol/Lリン酸塩緩衝液, pH6.5 リン酸二水素カリウム6.8gを水900mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてpHを6.5に調整し、水を加えて1000mLとする。

コバマミド標準品 日本薬局方外医薬品規格「コバマミド標準品」。

フラビンアデニンジヌクレオチド 5mg 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 0.5 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 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加え、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加え、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法により試験を行い、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$) 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 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加え、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法により試験を行い、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450nm）

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 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(1 500) / メタノール混液 (4 : 1)

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチ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 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，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品：フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム (日局) 。ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム ($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$) 99.0% 以上を含むもの。

フラビンアデニンジヌクレオチド腸溶錠 10mg

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 0.5 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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 10mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加えて試験溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム（日同）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加え、正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ($\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ($\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$) 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 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 10mL とし、試験溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品（別途「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.030g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加え、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド ($\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド ($\text{C}_{27}\text{H}_{33}\text{N}_9\text{O}_{15}\text{P}_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：可視吸光光度計（測定波長：450nm）

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 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(1 500) / メタノール混液 (4 : 1)

流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，フラビンアデニンジヌクレオチ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 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，フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品：フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム(日局) .ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{13}P_2$) 99.0% 以上を含むもの。

フラビンアデニンジヌクレオチド 15mg 腸溶錠

溶出試験 溶出液採取後，試料溶液の調製までの操作は速やかに行う。

[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0.5 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，表示量に従い1mL中にフラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)約5.6 μ gを含む液となるように崩壊試験法の第1液を加えて正確に9mLとする。この液5mLを正確に量り，pH7.4のリン酸塩緩衝液5mLを正確に加えて試料溶液とする。別に，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の水分測定しておき，脱水物に換算して，約0.030gを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り，pH7.4のリン酸塩緩衝液5mLを正確に加えて標準溶液とする。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法により試験を行い，それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品の120分間の溶出率が5%以下のときは適合とする。

フラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 54 \times 0.947$$

W_s: フラビンアデニンジヌクレオチド標準品の量(mg)

C: 1錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)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90分後，溶出液20mL以上をとり，孔径0.5 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，表示量に従い1mL中にフラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)約5.6 μ gを含む液となるように薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1-2)を加えて正確に9mLとし，試料溶液とする。別に，フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の水分を測定しておき，脱水物に換算して約0.030gを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100mLとする。この液2mL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法により試験を行い，それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積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。

フラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 54 \times 0.947$$

W_s: フラビンアデニンジヌクレオチド標準品の量(mg)

C: 1錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド(C₂₇H₃₃N₉O₁₅P₂)の表示量(mg)

操作条件

検出器: 可視吸光光度計(測定波長: 450nm)

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填する。

カラム温度: 35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム(1 500) / メタノール混液(4:1)
流量：フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約8分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能：標準容液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フラビンアデニンジヌクレオチドのピークのシンメトリー係数が2.0以下で、理論段数2000以上のものを用いる。

システムの再現性：標準容液100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品 日局「フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム」ただし、定量をするとき、換算した脱水物に対し、フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム99.0%以上を含むもの。

ケトプロフェン 25mg カプセル

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH7.2のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、溶出試験法第2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60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6mLを正確に量り、pH7.2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。別にケトプロフェン標準品を60で24時間減圧乾燥し、その約0.017gを精密に量り、pH7.2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200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.2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、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により試験を行い、波長260nm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75%以上のときは適合とする。

ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 150$$

W_S : ケトプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量 (mg)

ケトプロフェン標準品 ケトプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2 無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水に溶かし、1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物5.3gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH7.2に調整する。

ケトプロフェン 50mg カプセル

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH7.2のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、溶出試験法第2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90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3mLを正確に量り、pH7.2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。別にケトプロフェン標準品を60で24時間減圧乾燥し、その約0.017gを精密に量り、pH7.2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200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.2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、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により試験を行い、波長260nm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75%以上のときは適合とする。

ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 300$$

W_S : ケトプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量 (mg)

ケトプロフェン標準品 ケトプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2 無水リン酸水素二ナトリウム7.1gを水に溶かし、1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物5.3gを水に溶かして1000mLとした液を加えてpH7.2に調整する。

ケトプロフェン 150mg 徐放カプセル

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH7.2のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900mLを用い、溶出試験法第2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2時間、4時間及び8時間後、溶出液20mLを正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温したpH7.2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1mLを正確に量り、pH7.2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、試験溶液とする。別にケトプロフェン標準品を60 で24時間減圧乾燥し、その約0.017gを精密に量り、pH7.2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200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.2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、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、pH7.2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により試験を行い、波長260nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の2時間、4時間及び8時間の溶出率が、それぞれ10~40%、35~65%及び70%以上のときは適合とする。

$$n \text{ 回目の溶出液採取時におけるケトプロフェン (C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} (n=1, 2, 3) \\ = W_S \times \left(\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{60} \right) \right) \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : ケトプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のケトプロフェン (C₁₆H₁₄O₃) の表示量 (mg)

ケトプロフェン標準品 ケトプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトプロフェン (C₁₆H₁₄O₃) 99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1g を水に溶かし、1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物 5.3g を水に溶かして 1000mL とした液を加えて pH7.2 に調整する。

フルルビプロフェン80mg/g顆粒

溶出試験 本品約 0.5 g を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) 900 mL を用い、溶出試験法第2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 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 2 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にフルルビプロフェン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧(0.67 kPa 以下)乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) 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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 246 nm 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 80 %以上のときは適合とする。

フルルビプロフェン ($C_{15}H_{13}FO_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : フルルビプロフェン標準品の量 (mg)

W_T : フロベン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g中のフルルビプロフェン ($C_{15}H_{13}FO_2$) の表示量 (mg)

フルルビプロフェン標準品 フルルビプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルルビプロフェン ($C_{15}H_{13}FO_2$) 99.0%以上を含むもの。

フルルビプロフェン40mg錠

溶出試験 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)900 mL を用い、溶出試験法第2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 20 mL 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2mLを正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にフルルビプロフェン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧(0.67 kPa 以下)乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液2mLを正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 246 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 %以上のときは適合とする。

フルルビプロフェン ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{FO}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

WS : フルルビプロフェン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフルルビプロフェン ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{FO}_2$) の表示量 (mg)

フルルビプロフェン標準品 フルルビプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルルビプロフェン ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{FO}_2$) 99.0%以上を含むもの。

イノシトールヘキサニコチネート 200mg 錠

溶出試験 本品一個をとり、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90分後、溶出液20mL 以上をとり、孔径0.5 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 3mL を正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mL とし、試験液とする。別にイノシトールヘキサニコチネート標準品を 105 で3時間乾燥し、その約0.050g を精密に量り、崩壊試験法の第1液を加え、60 で時々振り混ぜながら30分間加温して溶かし、冷後、崩壊試験法の第1液を加え、正確に250mL とする。この液 3mL を正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262nm における吸光度 AT 及び AS を測定する。

本品の90分間の溶出率が75%以上の時は適合とする。

イノシトールヘキサニコチネート(C₄₂H₃₀N₆O₁₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

WS : イノシトールヘキサニコチネート標準品の量(mg)

C : 1錠中のイノシトールヘキサニコチネート(C₄₂H₃₀N₆O₁₂)の表示量(mg)

イノシトールヘキサニコチネート標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

チアンフェニコール250mgカプセル

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（ただし、シンカーを用いる）により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始90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。別にチアンフェニコール標準品約0.028gを精密に量り、水を加えて溶かし正確に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により試験を行い、波長266nm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85%以上のときは適合とする。

チアンフェニコール（ $C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$ ）の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : チアンフェニコール標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のチアンフェニコール（ $C_{12}H_{15}Cl_2NO_5S$ ）の表示量(mg)

チアンフェニコール標準品：日本薬局方外医薬品規格「チアンフェニコール標準品」

レボドパ・カルビドパ 100mg・10mg 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。

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、次のろ液を試験溶液とする。別にレボドパ標準品を105 で3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50 mLとし、レボドパ溶液とする。また、カルビドパ標準品(別途、100 で6時間、減圧・0.67 kPa以下で乾燥し、その乾燥減量を測定しておく)約0.024 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に200 mLとし、カルビドパ溶液とする。レボドパ溶液25 mL及びカルビドパ溶液10 mLそれぞれを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにカルビドパのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の15分間のレボドパ及びカルビドパの溶出率が80%以上のときは適合とする。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times W_{S1} \times \frac{9}{2}$$

W_{S1} : レボドパ標準品の量(mg)

無水カルビドパ($C_{10}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times W_{S2} \times \frac{9}{2}$$

W_{S2} : 乾燥物に換算したカルビドパ標準品の量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280 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: 30 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12.4 gを水950 mLに溶かす。この液に1-デカンシルホン酸ナトリウム溶液(3 12500)1.3 mLを加え、リン酸でpH2.8に調整し、水を加えて1000 mLとする。

流量: レボドパの保持時間が約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、レボドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は6以上で、レボドパのピークの理論板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。

試験の再現性: 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、レボドパのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

レボドパ標準品: レボドパ(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)99.0%以上を含むもの。カルビドパ標準品: カルビドパ標準品(日局)。

レボドパ・カルビドパ 250mg・25mg 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。

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4 mLを正確に量り、水を加えて正確に10 mLとし、試験液とする。別にレボドパ標準品を105 で3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50 mLとし、レボドパ溶液とする。また、カルビドパ標準品(別途、100 で6時間、減圧・0.67 kPa以下で乾燥し、その乾燥減量を測定しておく)約0.024 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に200 mLとし、カルビドパ溶液とする。レボドパ溶液25 mL及びカルビドパ溶液10 mLそれぞれを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験液及び標準溶液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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにカルビドパのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の15分間のレボドパ及びカルビドパの溶出率が80%以上のときは適合とする。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times W_{S1} \times \frac{9}{2}$$

W_{S1} : レボドパ標準品の量(mg)

無水カルビドパ($C_{10}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times W_{S2} \times \frac{9}{2}$$

W_{S2} : 乾燥物に換算したカルビドパ標準品の量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280 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填する。

カラム温度: 30 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12.4 gを水950 mLに溶かす。この液に1-デカンサルホン酸ナトリウム溶液(3 12500)1.3 mLを加え、リン酸でpH 2.8に調整し、水を加えて1000 mLとする。

流量: レボドパの保持時間が約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、レボドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は6以上で、レボドパ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。

試験の再現性: 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、レボドパのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

レボドパ標準品: レボドパ(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)99.0%以上を含むもの。カルビドパ標準品: カルビドパ標準品(日局)。

アモキサピン 100mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.5g を正確にとり、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、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 15 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL し、試験液とする。別にアモキサピン標準品を 60 $^{\circ}\text{C}$ 、減圧で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、試験液を加えて正確に 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、標準液とする。試験液及び標準液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 294nm 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。

アモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : アモキサピン標準品の量 (mg)

W_T : アモキサピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のアモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) の表示量 (mg)

アモキサピン標準品：アモキサピン（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) 99.0% 以上を含むもの。

アモキサピン 10mg カプセル

溶出試験 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 900 mL を用い、溶出試験法第 2 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 30 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。別にアモキサピン標準品を 60 ，減圧で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、試験液を加えて正確に 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につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 294nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : アモキサピン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のアモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) の表示量 (mg)

アモキサピン標準品：アモキサピン（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキサピン ($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}$) 99.0% 以上を含むもの。

アモキシピン 25mg カプセル

溶出試験 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900 mLを用い、溶出試験法第2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30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10mLを正確に量り試験液を加えて正確に20mLとし、試験液とする。別にアモキシピン標準品を60 mgを減圧で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、試験液を加えて正確に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、標準液とする。試験液及び標準液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長294nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

アモキシピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : アモキシピン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のアモキシピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量(mg)

アモキシピン標準品: アモキシピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキシピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)99.0%以上を含むもの。

アモキサピン 50mg カプセル

溶出試験 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900 mLを用い、溶出試験法第2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30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5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20mLとし、試験液とする。別にアモキサピン標準品を60 mgを減圧で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、試験液を加えて正確に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、標準液とする。試験液及び標準液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長294nm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。

アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : アモキサピン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のアモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量(mg)

アモキサピン標準品：アモキサピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)99.0%以上を含むもの。

エチゾラム10mg/g細粒

溶出試験 本品約 0.1g を精密に量り、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 分後に溶出液 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 2mL を正確に量り、アセトニトリル 2mL を正確に加えて混和し、試験溶液とする。別にエチゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL 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 2mL を正確に量り、アセトニトリル 2mL を正確に加えて混和し、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のエチゾラムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

エチゾラム ($C_{17}H_{15}ClN_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 3.6$$

W_S : エチゾラム標準品の量 (mg)

W_T : エチゾラム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のエチゾラム ($C_{17}H_{15}ClN_4S$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 243nm)

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: アセトニトリル/水 (1:1)

流量: エチゾラムの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、エチゾラム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 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

エチゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

エチゾラム0.5mg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、アセトニトリル2mLを正確に加えて混和し、試験溶液とする。別にエチゾラム標準品を105で3時間乾燥し、その約0.028g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5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL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。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル2mLを正確に加えて混和し、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液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、それぞれの液のエチゾラムのピーク面積 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。

エチゾラム ($C_{17}H_{15}ClN_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_S : エチゾラム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のエチゾラム ($C_{17}H_{15}ClN_4S$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 243nm)

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 : アセトニトリル / 水 (1 : 1)

流量 : エチゾラムの保持時間が約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, エチゾラム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 50 μ Lにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

エチゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

エチゾラム1mg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分後に溶出液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とする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル2mLを正確に加えて混和し、試験溶液とする。別にエチゾラム標準品を105で3時間乾燥し、その約0.028g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5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL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。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル2mLを正確に加えて混和し、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液50μL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、それぞれの液のエチゾラムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 3.6$$

W_S : エチゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 243nm)

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: アセトニトリル/水(1:1)

流量: エチゾラムの保持時間が約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50μLにつき、上記の条件で操作するとき、エチゾラム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50μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、エチゾラムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

エチゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

塩酸モペロン 100mg/g 散

溶出試験 本品約 0.05g を精密に量り、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 15 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、次のろ液を試験溶液とする。別に塩酸モペロン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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。試験溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、モペロンのピーク面積 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。

塩酸モペロン ($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 22.5$$

W_S : 塩酸モペロン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸モペロン散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸モペロン ($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$) の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：248nm）

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：リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし、1000mL とした液にリン酸を加え pH を 2.5 に調整する。この液 700mL に、エタノール (95) 300mL 及び、テトラヒドロフラン 50mL を加える。

流量：モペロンの保持時間が約 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、モペロ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 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸モペロン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸モペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸モペロン ($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸モペロン 5mg 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 15 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。別に塩酸モペロン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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 10 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、モペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸モペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{FNO}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 22.5$$

W_S : 塩酸モペロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸モペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{FNO}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：248nm）

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：リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし、1000mL とした液にリン酸を加え pH を 2.5 に調整する。この液 700mL に、エタノール (95) 300mL 及び、テトラヒドロフラン 50mL を加える。

流量：モペロンの保持時間が約 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、モペロ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 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸モペロン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸モペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸モペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{FNO}_2 \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ロフェプラミン 10mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900 mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分75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、次のろ液を試験溶液とする。別び塩酸ロフェプラミン標準品を酸化リン()を乾燥剤として100 で1時間減圧乾燥し、その約0.030 gを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、崩壊試験法の第1液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262 nm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。

塩酸ロフェプラミン($C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 塩酸ロフェプラミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ロフェプラミン($C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$)の表示量(mg)

塩酸ロフェプラミン標準品 $C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$: 455.42 4'-クロロ-2-[[3-(10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピン-5-イル)プロピル]メチルアミノ]アセトフェノン 塩酸塩で下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本操作は曝光を避け、褐色の容器を用いて行う。塩酸ロフェプラミン5 gをとり、2-ブタノン20 mLを加えて加熱し、メタノール2 mLを添加して溶かし、溶媒を減圧下、残留物がオイル状になりかけるまで除去する。残留物に2-ブタノン100 mLを加えて冷却し、生じた結晶をろ取り、冷却した2-ブタノンで洗浄する。得られた結晶を100 で3時間以上減圧乾燥する。

性状 本品は黄白色の結晶性の粉末である。また、本品は光によって徐々に灰黄色となる。

確認試験

- 1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 2500)5 mLに1 mol/L塩酸試液2 mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1 400)5 mLを加えて10分間加熱するとき、液は黄色を呈する。
- 2) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 2500)1 mLに希硝酸1 mL及び硝酸銀試液3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- 3) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 8000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長252~256 nmに吸収の極大を示す。

融点 150~155 (乾燥後)

類縁物質 本操作は曝光を避け、褐色の容器を用いて行う。本品50 mgを量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に5 mLとし、試験溶液とする。別び塩酸デシプラミン5.0 mg、薄層クロマトグラフ用4-クロロ安息香酸5.0 mg及びイミノジベンジル3.0 mgをそれぞれ量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。また、塩酸デシプラミン3.0 mgを量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液(2)とする。試験溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試験溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5 μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにジエチルエーテル/1,2-ジクロロエタン/ジエチルアミン混液(20:4:1)を展開溶媒とし約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに二クロム酸カリウム溶液を均等に噴霧するとき、標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試験溶液から得たスポットは、標準溶液(1)のスポットより濃くない。また、試験溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液(2)から得たスポット

より濃くない。

次に、試料溶液、標準溶液(1)5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸(100)混液(8:2:1)を展開溶媒として約10 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、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。更に、この薄層板に二クロム酸カリウム溶液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 %以下(1 g, 減圧, 酸化リン(), 100 , 1時間)

含量 99.0 %以上。本品を乾燥し、その約0.5 gを精密に量り、酢酸(100)5 mL, アセトン10 mL 及び無水酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行ない、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 45.54 mg $C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$

塩酸デシプラミン $C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末でにおいはない。本品はクロロホルムに溶けやすく、水またはエタノール(99.5)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにはほとんど溶けない。

融点 212~216 (乾燥後)

類縁物質 本品 5.0 mg をとり、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に 25 mL とした液につき、塩酸ロフェプラミンの純度試験に準じて試験を行うとき、いずれの展開溶媒においても主スポット以外のスポットを認めない。

含量 98.0 %以上。定量法 本品を乾燥(減圧, 酸化リン(), 100 , 1時間)し、その約0.3 gを精密に量り、水20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで3回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬:メタニレイエロー試液10滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行ない、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.28 mg $C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$

二クロム酸カリウム溶液 二クロム酸カリウム 1 g に 2.5 mol/L 硫酸を加えて溶かし 100 mL とする。

2.5 mol/L 硫酸 硫酸 15 mL を水 100 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。

塩酸ロフェプラミン 25mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900 mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分75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8 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20 mLとし、試験溶液とする。別び塩酸ロフェプラミン標準品を酸化リン()を乾燥剤として100 で1時間減圧乾燥し、その約0.030 gを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液につき、崩壊試験法の第1液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262 nm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。

塩酸ロフェプラミン($C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : 塩酸ロフェプラミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ロフェプラミン($C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$)の表示量(mg)

塩酸ロフェプラミン標準品 $C_{26}H_{27}ClN_2O \cdot HCl$: 455.42 4'-クロロ-2-{[3-(10,11-シヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピン-5-イル)プロピルメチルアミノ]アセトフェノ}塩酸塩で下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本操作は曝光を避け、褐色の容器を用いて行う。塩酸ロフェプラミン5 gをとり、2-ブタノン20 mLを加えて加熱し、メタノール2 mLを添加して溶かし、溶媒を減圧下、残留物がオイル状になりかけるまで除去する。残留物に2-ブタノン100 mLを加えて冷却し、生じた結晶をろ取り、冷却した2-ブタノンで洗浄する。得られた結晶を100 で3時間以上減圧乾燥する。

性状 本品は黄白色の結晶性の粉末である。また、本品は光によって徐々に灰黄色となる。

確認試験

- 1) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 2500)5 mLに1 mol/L 塩酸試液2 mL及び亜硝酸ナトリウム溶液(1 400)5 mLを加えて10分間加熱するとき、液は黄色を呈する。
- 2) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 2500)1 mLに希硝酸1 mL及び硝酸銀試液3滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- 3) 本品のエタノール(99.5)溶液(1 8000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長252~256 nmに吸収の極大を示す。

融点 150~155 (乾燥後)

類縁物質 本操作は曝光を避け、褐色の容器を用いて行う。本品50 mgを量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に5 mLとし、試験溶液とする。別び塩酸デシプラミン5.0 mg、薄層クロマトグラフ用4-クロロ安息香酸5.0 mg及びイミノジベンジル3.0 mgをそれぞれ量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液(1)とする。また、塩酸デシプラミン3.0 mgを量り、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液(2)とする。試験溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試験溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)5 μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにジエチルエーテル1,2 ジクロロエタン/ジエチルアミン混液(20:4:1)を展開溶媒とし約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに二クロム酸カリウム溶液を均等に噴霧するとき、標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置の試験溶液から得たスポットは、標準溶液(1)のスポットより

濃くない。また、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。

次に、試料溶液、標準溶液(1)5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸(100)混液(8:2:1)を展開溶媒として約10 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、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。更に、この薄層板に二クロム酸カリウム溶液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 %以下 (1 g, 減圧, 酸化リン(), 100 , 1時間)

含量 99.0 %以上。本品を乾燥し、その約0.5 gを精密に量り、酢酸(100)5 mL, アセトン10 mL 及び無水酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行ない、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 45.54 mg $\text{C}_{26}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$

塩酸デシプラミン $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末でにおいはない。本品はクロロホルムに溶けやすく、水またはエタノール(99.5)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにはほとんど溶けない。

融点 212~216 (乾燥後)

類縁物質 本品 5.0 mg をとり、エタノール(99.5)/クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に25 mL とした液につき、塩酸ロフェプラミンの純度試験に準じて試験を行うとき、いずれの展開溶媒においても主スポット以外のスポットを認めない。

含量 98.0 %以上。定量法 本品を乾燥(減圧, 酸化リン(), 100 , 1時間)し、その約0.3 gを精密に量り、水20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液5 mL を加え、クロロホルム20 mL ずつで3回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬:メタニルイエロー試液10滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行ない、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.28 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$

二クロム酸カリウム溶液 二クロム酸カリウム1 g に2.5 mol/L 硫酸を加えて溶かし100 mL とする。

2.5mol/L 硫酸 硫酸15 mL を水100 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。

オキシペルチン 100mg/g 散

溶出試験 本品約 0.4 g を精密に量り、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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。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 10 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 20 mL とし、試験液とする。別にオキシペルチン標準品を 60 で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準液とする。試験液及び標準液につき、pH4.0 の酢酸・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により試験を行い、波長 300 nm 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。

オキシペルチン ($\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : オキシペルチン標準品の量(mg)

W_T : オキシペルチン散の秤取量(g)

C : 1g 中のオキシペルチン ($\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_2$) の表示量(mg)

オキシペルチン標準品「オキシペルチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキシペルチン($\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_2$)99.0%以上を含むもの。

オキシペルチン 20mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液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。溶出試験開始30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、次のろ液を試験液とする。別にオキシペルチン標準品を60 で3時間減圧乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に100 mLとし、標準液とする。試験液及び標準液につき、pH4.0の酢酸・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により試験を行い、波長300 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品の30分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

オキシペルチン ($C_{23}H_{29}N_3O_2$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : オキシペルチン標準品の量(mg)

C : 1錠中のオキシペルチン ($C_{23}H_{29}N_3O_2$) の表示量(mg)

オキシペルチン標準品「オキシペルチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)99.0%以上を含むもの。

オキシペルチン 40mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液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。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10 mLを正確に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にオキシペルチン標準品を60 で3時間減圧乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH4.0の酢酸・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により試験を行い、波長300 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

オキシペルチン ($C_{23}H_{29}N_3O_2$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : オキシペルチン標準品の量(mg)

C : 1錠中のオキシペルチン ($C_{23}H_{29}N_3O_2$) の表示量(mg)

オキシペルチン標準品「オキシペルチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)99.0%以上を含むもの。

クロチアゼパム100mg/g顆粒

溶出試験 本品約0.1gを精密に量り、試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液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90分後に溶出液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。別にクロチアゼパム標準品を80 で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム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、pH4.0の酢酸・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。

本品の90分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

クロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : クロチアゼパム標準品の量 (mg)

W_T : クロチアゼパム顆粒の秤取量 (g)

C : 1g中のクロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量 (mg)

クロチアゼパム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.0 酢酸(100) 3.0gに水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水合物 3.4 g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

クロチアゼパム5mg錠

溶出試験 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45分後に溶出液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。別にクロチアゼパム標準品を80℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、崩壊試験法の第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、崩壊試験法の第1液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262nm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。

クロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : クロチアゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のクロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量 (mg)

クロチアゼパム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

クロチアゼパム10mg錠

溶出試験 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45分後に溶出液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5mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に10mLとし、試験液とする。別にクロチアゼパム標準品を80 で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に25mLとする。この液5mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mLとし、標準液とする。試験液及び標準液につき、崩壊試験法の第1液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262nm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。

クロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : クロチアゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のクロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の表示量 (mg)

クロチアゼパム標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

ゾテピン 100mg/g 細粒

溶出試験 本品約 1g を精密に量り，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，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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 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，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 20mL とし，試料溶液とする．別にゾテピン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 2 時間減圧乾燥し，その約 27mg を精密に量り，メタノールに溶解し，正確に 50mL とする．この液 5mL 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，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 295 nm 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．

ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{360}{C}$$

W_S : ゾテピン標準品の量 (mg)

W_T : ゾテピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) の表示量 (mg)

ゾテピン標準品：日本薬局方外医薬品規格「ゾテピン」に適合するもの．ただし，乾燥したものを定量するとき，ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) 99.0% 以上を含むもの．

ゾテピン 500mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.2g を精密に量り、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、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 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 5mL 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 20mL とし、試験液とする。別にゾテピン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 2 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 50mL とする。この液 5mL 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、標準液とする。試験液及び標準液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 295nm 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。

ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{360}{C}$$

W_S : ゾテピン標準品の量 (mg)

W_T : ゾテピン細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) の表示量 (mg)

ゾテピン標準品：日本薬局方外医薬品規格「ゾテピン」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) 99.0% 以上を含むもの。

ゾテピン 25mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 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。別にゾテピン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 2 時間減圧乾燥し、その約 27 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 5mL を正確に量り、pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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により試験を行い、波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{90}{C}$$

W_s : ゾテピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) の表示量 (mg)

ゾテピン標準品：日本薬局方外医薬品規格「ゾテピン」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNOS$) 99.0% 以上を含むもの。

ゾテピン 50mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 10mL を正確に量り、pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 1 液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にゾテピン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 2 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 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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により試験を行い、波長 295nm における吸光度 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。

ゾテピン ($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{ClNOS}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{180}{C}$$

W_s : ゾテピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のゾテピン ($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{ClNOS}$) の表示量 (mg)

ゾテピン標準品：日本薬局方外医薬品規格「ゾテピン」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ゾテピン ($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{ClNOS}$) 99.0% 以上を含むもの。

ゾテピン 100mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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 45 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 1 液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にゾテピン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 2 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 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH1.2 日本薬局方崩壊試験の第 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により試験を行い、波長 295nm 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 75% 以上のときは適合とする。

ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{360}{C}$$

W_S : ゾテピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) の表示量 (mg)

ゾテピン標準品：日本薬局方外医薬品規格「ゾテピン」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ゾテピン ($C_{18}H_{18}ClNO_5$) 99.0% 以上を含むもの。

別添 2

標準製剤等について

有効成分名	剤型	含量	標準製剤	標準ロット	標準製剤提供業者		
ダナゾール	カプセル剤	100mg	ダナゾール 100	A102	東和薬品(株)		
ニフェジピン	徐放性 細粒剤	20mg/g	セバミット R 細粒	13C25	日本ルガノ(株)		
オロキサシン	錠剤	100mg	タビット錠	PZAZF06	第一製薬(株)		
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	ムコダイン細粒	O071950	杏林製薬(株)		
		250mg	ムコダイン錠	N074080			
		500mg	ムコダイン錠 500mg	N074330			
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	フェナゾックスカプセル	FZCH214	明治製菓(株)		
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	クロタム	AY524E	東菱薬品工業(株)		
プロメセラム	細粒剤	10mg/g	レキソタン細粒	K012121	中外製薬(株)		
		錠剤	1mg	レキソタン錠 1		K006121	
			2mg	レキソタン錠 2		K030141	
			3mg	セラニン錠 3		0K019	日本ヘキサル(株)
			5mg	レキソタン錠 5		K020151	中外製薬(株)
グルクロラクトン	末剤	1g/g	グロソサン	G2G03	中外製薬(株)		
臭化水素酸フェンテロール	錠剤	2.5mg	フェンテック錠	189001	日本フェンテック-インケルハイム(株)		
		シロップ用 剤	2.5mg/g	ホルボノールトライシロップ 0.25%	A310312	高田製薬(株)	
			5mg/g	ホルボノールトライシロップ 0.5%	A710809		
テオフィリン	徐放性錠 剤	100mg	エノン錠 100	EI1301	日本医薬品工業 (株)		
		200mg	エノン錠 200	GI1701			
		400mg	エノン錠 400	AN3101			
スルピリド	錠剤	50mg	トクマチール錠 50mg	9720	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 50	CN108	住友製薬(株)		
			ミラール錠 50	13011	日本シーリング(株)		
		100mg	トクマチール錠 100mg	3450	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 100	CN056	住友製薬(株)		
			ミラール錠 100	13007	日本シーリング(株)		
		200mg	トクマチール錠 200mg	3320	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 200	SP052	住友製薬(株)		
			ミラール錠 200	04002	日本シーリング(株)		
オキサセイン	顆粒剤	50mg/g	ストロカイン顆粒	1ZB21S	サンノバ(株)		
	錠剤	5mg	ストロカイン錠	1YA34S			
ピペリジンアセチルアミノ 安息香酸エシル	顆粒剤	200mg/g	ニチカイン顆粒	EI2002	日本医薬品工業 (株)		
	錠剤	100mg	スルカイン錠	4235EI	日本新薬(株)		
カルバミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	リンラキサ錠	011A1	大正製薬(株)		
		250mg	リンラキサ-250	021K1			
クロルギキサゾン	錠剤	200mg	ラメコ錠	2F241B	扶桑薬品工業(株)		

フェンピロバメート	錠剤	200mg	スパートール錠	0602	日本ケミファ(株)	
メシル酸プロリジンオール	錠剤	4mg	ロキシーン錠	AJ376E	東菱薬品工業(株)	
メトカルバモール	顆粒剤	900mg/g	ロバキシン	2E010	グレン製薬(株)	
塩化ペルヘリン	散剤	100mg/g	フェロヘリン散	13B17	日本ルガノ(株)	
		錠剤	50mg	塩化ペルヘリン錠	0KBB	ジェイトル(株)
		100mg	キョウヘリン錠 100	62121	日本ヘキサル(株)	
ピコスルファートナトリウム	顆粒剤	10mg/g	ピコダム顆粒	I204	日新製薬(株)	
	錠剤	1mg	チャルトール錠 1mg	04634	大洋薬品工業(株)	
		2.5mg	ピコペン錠	215001	日本エーバル薬品(株)	
			ラキペン錠	3237	帝人(株)	
	7.5mg	シラック錠 7.5	20427	岩城製薬(株)		
	軟カプセル剤	2.5mg	ピコル-ラカセル	90201	日本薬品工業(株)	
	シロップ用剤	10mg/g	スライントライシロップ	2F11	アボットジャパン(株)	
マンデル酸ヘキサミン	腸溶性錠剤	250mg	ウロナミン腸溶錠	EK549	住友製薬(株)	
セフチアテン	カプセル剤	100mg	セフテムカセル 100mg	3001	塩野義製薬(株)	
		200mg	セフテムカセル 200mg	1006		
アシクロビル	顆粒剤	400mg/g	ゾビラックス顆粒 40%	EJ249	住友製薬(株)	
	錠剤	200mg	ゾビラックス錠 200	DL281	クラクソ・スミスクライン(株)	
		400mg	ゾビラックス錠 400	DB1X1		
ジトブジン	カプセル剤	100mg	レトピルカセル	035695	クラクソ・スミスクライン(株)	
塩酸クロフェタノール	顆粒剤	41.67mg/g	コルトリン顆粒	372DI	日本新薬(株)	
	錠剤	12.5mg	コルトリン錠	3311AK		
デキサメタゾン	シロップ用剤	1mg/g	デキサ・マレット	1061M	昭和薬品化工(株)	
ヒドロコルチゾン	錠剤	10mg	コートリル錠	295317	マルコ製薬(株)	
プレドニゾン	散剤	10mg/g	プレドニゾン散「タタ」 1%	0792	武田薬品工業(株)	
スピロラクトン	細粒剤	100mg/g	アルダクトン A 細粒	4011	ファルシア(株)	
		錠剤	25mg	アルダクトン A 錠		4251
		50mg	アルダクトン A 錠 50mg	3912		
ホリナートカルシウム	錠剤	5mg	ロイコホリン錠 5mg	205-2	日本ワイスレタリー(株)	
コハミド	散剤	1mg/g	カマイド散	L001Y01	山之内製薬(株)	
	錠剤	0.25mg	カマイド錠 250 μg	K003R10		
			コハミド錠	795BAB	協和醸酵工業(株)	
		0.5mg	カマイド錠 500 μg	H003Y01	山之内製薬(株)	
			コハミド錠	261BBB	協和醸酵工業(株)	
	カプセル剤	0.25mg	ネオマイド	NH001N L	キッセイ薬品(株)	
	0.5mg	ハイコハールカセル 500 μg	1XC12M	E-ザイ(株)		

フラビソアデニンジメクロチド	腸溶性錠剤	5mg	フラビソアデニン錠 5mg	BS936	トアエイヨ(株)
		10mg	フラビソアデニン錠 10mg	BS790	
		15mg	ワカモト錠 15	2410A	わかもと製薬(株)
ケトプロフェン	カプセル剤	25mg	カステン	NL001NR	キッセイ薬品(株)
		50mg	カステン 50	ND002NN	
			メミンカプセル 50	1C004A	アヘンティスファーマ(株)
	徐放性カプセル剤	150mg	メミン SR150	1K010A	
フルビプロフェン	顆粒剤	80mg/g	フロベソ顆粒	H02030	科研製薬(株)
	錠剤	40mg	フロベソ	C13920	
イノシトールヘキサニコチネート	錠剤	200mg	ニコキサチン錠	2A101B	扶桑薬品工業(株)
チアソフェニコール	カプセル剤	250mg	アマイカプセル 250	C2PB02-QR	小林化工(株)
レボドパ・カルビドパ	錠剤	100mg	ネトパストン錠 100mg	MH020	三共(株)
			メネット錠 100	6251	萬有製薬(株)
		250mg	ネトパストン錠 250mg	NL005	三共(株)
			メネット錠 250	6253	萬有製薬(株)
アモキサゾン	細粒剤	100mg/g	アモキサゾン細粒 10%	159-1	日本ワイスレダリー(株)
	カプセル剤	10mg	アモキサゾンカプセル 10mg	296-2	
		25mg	アモキサゾンカプセル 25mg	448-2	
		50mg	アモキサゾンカプセル 50mg	202-1	
エゾラム	細粒剤	10mg/g	デパス細粒 1%	Y228	三菱ウェルファーマ(株)
	錠剤	0.5mg	デパス錠 0.5mg	J124	
		1mg	デパス錠 1mg	J126	
塩酸モペロン	散剤	100mg/g	ルハトロン散	L001Y01	山之内製薬(株)
	錠剤	5mg	ルハトロン錠	H004R02	
塩酸ロフェプリミン	錠剤	10mg	アンプリット錠 10mg	KY15	第一製薬(株)
		25mg	アンプリット錠 25mg	FY53	
オキシメルチン	散剤	100mg/g	ホリット散	HY01	第一製薬(株)
	錠剤	20mg	ホリット錠 20mg	LY65	
		40mg	ホリット錠 40mg	IX54	
クロチアセパム	顆粒剤	100mg/g	リーゼ顆粒 10%	Y128	三菱ウェルファーマ(株)
	錠剤	5mg	リーゼ錠 5mg	Y471	
		10mg	リーゼ錠 10mg	Y010	
ゾレピソ	細粒剤	100mg/g	ロトピソ細粒 10%	5750	藤沢薬品工業(株)
		500mg/g	ロトピソ細粒 50%	0720	
	錠剤	25mg	ロトピソ錠 25mg	1850	
		50mg	ロトピソ錠 50mg	2800	
		100mg	ロトピソ錠 100mg	0840	

別添 3

標準的な溶出試験条件について

有効成分名	剤型	含量	試験液 (pH)		回転数 (rpm)	整理番号	
			基準液	その他			
ダニール	カプセル剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	29091	
			2.0w/v ホリソバート 80 添加				
ニフィピン	徐放性細粒剤	20mg/g	1.2, 6.8	6.0, 水	50	29127	
オロキサシン	錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	36121	
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	50	3903A	
	錠剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	3903B	
		500mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	3903C	
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4105A	
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	7.5	1.2, 6.8, 水	100	4114A	
プロメザラム	細粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4214A	
		錠剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214B
			2mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214C
			3mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214D
			5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214E
グルクロラクトン	末剤	1g/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4333A	
臭化水素酸フェンテロール	錠剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415A	
	シロップ用剤	2.5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415B	
		5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415C	
テオフィリン	徐放性錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528A	
		200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528B	
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528C	
スルピリド	錠剤	50mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532C	
		100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532D	
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532E	
オセサイン	顆粒剤	50mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701A	
	錠剤	5mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701B	
ピペリジンアセチルアミノ安息香酸エチル	顆粒剤	200mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4702A	
	錠剤	100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4702B	
カルバミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703A	
		250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703B	
クロルジキサゾン	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4704A	
フェンプロパメート	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4705A	
メカルバモール	顆粒剤	900mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4707A	
塩化バルベリン	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708A	
		錠剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708B
			100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708C
ピコスルファートナトリウム	顆粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710A	

ピコスルファートナトリウム	錠剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710B	
		2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710C	
		7.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710D	
	軟カプセル剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710E	
	シロップ用剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710F	
マンデル酸ヘキサミン	腸溶性錠剤	250mg	1.2, 6.8	6.0, 水	75	4711A	
セフチブテン	カプセル剤	100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712A	
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712B	
アシクロビル	顆粒剤	400mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713A	
	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713B	
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713C	
ジドブジン	カプセル剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4714A	
塩酸クロフェタノール	顆粒剤	41.67mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4716A	
	錠剤	12.5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4716B	
デキサメタゾン	シロップ用剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4718A	
ヒドロコルチゾン	錠剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4719A	
プレドニゾン	散剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4720A	
スピロラクトン	細粒剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721A	
		錠剤	25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721B
		錠剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8 0.2w/v ホリソルベート 80 添加	50	4721C
ホリナートカルシウム	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4722A	
コバミド	散剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723A	
		錠剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723B
		錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723C
	カプセル剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723D	
		0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723E	
フラビソアデニンジメルクチド	腸溶性錠剤	5mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724A	
		10mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724B	
		15mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724C	
ケトプロフェン	カプセル剤	25mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725A	
		50mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725B	
	徐放性カプセル剤	150mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725C	
フルビプロフェン	顆粒剤	80mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726A	
	錠剤	40mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726B	
イソitolヘキサニコチネート	錠剤	200mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4727A	
チアソフェニコール	カプセル剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4728A	
レボドパ・カルビドパ	錠剤	100mg・	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4730A	
		10mg					
		250mg・	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4730B	
		25mg					
アモキサピオン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48011	
		カプセル剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48012
		カプセル剤	25mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48013

アモキシシリン	カプセル剤	50mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48014
エゾピラム	細粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48021
		錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50
		1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48023
塩酸モロシリン	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48081
	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48082
塩酸ロベピラミン	錠剤	10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48091
		25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48092
オキサセリン	散剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48101
	錠剤	20mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48102
		40mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48103
クロチアセラム	顆粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48111
	錠剤	5mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48112
		10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48113
ゾレピリン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48131
		500mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48132
	錠剤	25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48133
		50mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48134
		100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48135

装置：日本薬局方一般試験法溶出試験法第2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：日本薬局方崩壊試験の第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・試液のリン酸塩緩衝液（1 2）

水：日本薬局方精製水

その他：薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整）

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。

事務連絡
平成 15 年 6 月 17 日

各都道府県薬務主管課 御中

厚生労働省医薬局審査管理課

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等の訂正について

平成 15 年 5 月 30 日医薬審発第 0530002 号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について」に下記のとおり誤りがありましたので、それぞれ差し替え訂正方よろしくお願いいたします。

記

1. 別添 1、カルボシステイン 250mg 錠の溶出試験の項

誤（吸光度測定法）	正（液体クロマトグラフ法）
初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，37 に保温した水を加えて溶かし，正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 230nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 330nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する． （以下、省略）	初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 2mL を正確に量り，薄めたトリフルオロ酢酸（1 1000）2mL を正確に加え，試料溶液とする．別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028 g を精密に量り，薄めたトリフルオロ酢酸（1 1000）に溶かし，正確に 200 mL 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，L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する． （以下、訂正別添 1 のとおり）

2 . 別添 1、カルボシステイン 500mg 錠の溶出試験の項

誤（吸光度測定法）	正（液体クロマトグラフ法）
<p>初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，37 に保温した水を加えて溶かし，正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 230nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 330nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する． （以下、省略）</p>	<p>初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 2mL を正確に量り，薄めたトリフルオロ酢酸（1 1000）6mL を正確に加え，試料溶液とする．別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028 g を精密に量り，薄めたトリフルオロ酢酸（1 1000）に溶かし，正確に 200 mL 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，L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する． （以下、訂正別添 1 のとおり）</p>

以上

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.)

カルボシステイン 250mg 錠

溶出試験法 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 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 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 2mL を正確に量り, 薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)2mL を正確に加え, 試料溶液とする. 別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し, その約 0.028g を精密に量り, 薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)に溶かし, 正確に 200 mL 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, L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する.

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする.

L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : L-カルボシステイン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 150mm 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 4mm, 長さ 4mm

カラム温度: 20 付近の一定温度

移動相: 薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)

流量: L-カルボシステインの保持時間が約 2 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, L-カルボシステインのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で, 理論段数が 1500 以上のものを用いる.

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, L-カルボシステインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

L-カルボシステイン標準品 「L-カルボシステイン」(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) を 99.0% 以上含むもの.

カルボシステイン 500mg 錠

溶出試験法 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 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 0.45 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 2mL を正確に量り、薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)6mL を正確に加え、試料溶液とする。別に L-カルボシステイン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)に溶かし、正確に 200 mL 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、L-カルボシステインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_s : L-カルボシステイン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 150mm 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 4mm, 長さ 4mm

カラム温度: 20 付近の一定温度

移動相: 薄めたトリフルオロ酢酸(1 1000)

流量: L-カルボシステインの保持時間が約 2 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、L-カルボシステインのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

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、L-カルボシステインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

L-カルボシステイン標準品 「L-カルボシステイン」(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、L-カルボシステイン ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4\text{S}$) を 99.0% 以上含むもの。

別添 2

標準製剤等について

有効成分名	剤型	含量	標準製剤	標準ロット	標準製剤提供業者		
ダナゾール	カプセル剤	100mg	ダナゾール 100	A102	東和薬品(株)		
ニフェジピン	徐放性 細粒剤	20mg/g	セバミット R 細粒	13C25	日本ルガノ(株)		
オロキシオン	錠剤	100mg	タビット錠	PZAZF06	第一製薬(株)		
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	ムコダイン細粒	O071950	杏林製薬(株)		
		250mg	ムコダイン錠	N074080			
		500mg	ムコダイン錠 500mg	N074330			
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	フェナゾックスカプセル	FZCH214	明治製菓(株)		
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	クロタム	AY524E	東菱薬品工業(株)		
プロメセラム	細粒剤	10mg/g	レキソタン細粒	K012121	中外製薬(株)		
		錠剤	1mg	レキソタン錠 1		K006121	
			2mg	レキソタン錠 2		K030141	
			3mg	セラニン錠 3		0K019	日本ヘキサル(株)
			5mg	レキソタン錠 5		K020151	中外製薬(株)
グルクロラクトン	末剤	1g/g	グロクサン	G2G03	中外製薬(株)		
臭化水素酸フェンテロール	錠剤	2.5mg	フェンテック錠	189001	日本フェンテック-インゲルハイム(株)		
		シロップ用 剤	2.5mg/g	ホルボノールト ライシロップ 0.25%	A310312	高田製薬(株)	
			5mg/g	ホルボノールト ライシロップ 0.5%	A710809		
テオフィリン	徐放性錠 剤	100mg	エノン錠 100	EI1301	日本医薬品工業 (株)		
		200mg	エノン錠 200	GI1701			
		400mg	エノン錠 400	AN3101			
スルピリド	錠剤	50mg	トクマチール錠 50mg	9720	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 50	CN108	住友製薬(株)		
			ミラール錠 50	13011	日本シーリング(株)		
		100mg	トクマチール錠 100mg	3450	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 100	CN056	住友製薬(株)		
			ミラール錠 100	13007	日本シーリング(株)		
		200mg	トクマチール錠 200mg	3320	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 200	SP052	住友製薬(株)		
			ミラール錠 200	04002	日本シーリング(株)		
オキサセイン	顆粒剤	50mg/g	ストロカイン顆粒	1ZB21S	サンノバ(株)		
	錠剤	5mg	ストロカイン錠	1YA34S			
ピペリジンアセチルアミノ 安息香酸エシル	顆粒剤	200mg/g	ニチカイン顆粒	EI2002	日本医薬品工業 (株)		
	錠剤	100mg	スルカイン錠	4235EI	日本新薬(株)		
カルバミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	リンラキサ錠	011A1	大正製薬(株)		
		250mg	リンラキサ-250	021K1			
クロルギキサゾン	錠剤	200mg	ラメコ錠	2F241B	扶桑薬品工業(株)		

フェンロハメート	錠剤	200mg	スアントール錠	0602	日本ケミファ(株)	
メシル酸プロリジン	錠剤	4mg	ロキソン錠	AJ376E	東菱薬品工業(株)	
メトカルバモール	顆粒剤	900mg/g	ロバキソ	2E010	グレン製薬(株)	
塩化ペルヘリン	散剤	100mg/g	フェロヘリン散	13B17	日本ルガノ(株)	
		錠剤	50mg	塩化ペルヘリン錠	0KBB	ジェイトル(株)
		100mg	キョウヘリン錠 100	62121	日本ヘキサル(株)	
ピコスルファートナトリウム	顆粒剤	10mg/g	ピコダム顆粒	I204	日新製薬(株)	
	錠剤	1mg	チャルトール錠 1mg	04634	大洋薬品工業(株)	
		2.5mg	ピコペン錠	215001	日本エーバル薬品(株)	
			ラキペン錠	3237	帝人(株)	
	7.5mg	シラック錠 7.5	20427	岩城製薬(株)		
	軟カプセル剤	2.5mg	ピコル-ラカセル	90201	日本薬品工業(株)	
	シロップ用剤	10mg/g	スライントライシロップ	2F11	アボットジャパン(株)	
マンデル酸ヘキサミン	腸溶性錠剤	250mg	ウロナミン腸溶錠	EK549	住友製薬(株)	
セフチアテン	カプセル剤	100mg	セフテムカセル 100mg	3001	塩野義製薬(株)	
		200mg	セフテムカセル 200mg	1006		
アシクロビル	顆粒剤	400mg/g	ゾビラックス顆粒 40%	EJ249	住友製薬(株)	
	錠剤	200mg	ゾビラックス錠 200	DL281	クラクソ・スミスクライン(株)	
		400mg	ゾビラックス錠 400	DB1X1		
ジトブジン	カプセル剤	100mg	レトピルカセル	035695	クラクソ・スミスクライン(株)	
塩酸クロフェタノール	顆粒剤	41.67mg/g	コルトリン顆粒	372DI	日本新薬(株)	
	錠剤	12.5mg	コルトリン錠	3311AK		
デキサメタゾン	シロップ用剤	1mg/g	デキサ・マレット	1061M	昭和薬品化工(株)	
ヒドロコルチゾン	錠剤	10mg	コートリル錠	295317	マルコ製薬(株)	
プレドニゾン	散剤	10mg/g	プレドニゾン散「タタ」 1%	0792	武田薬品工業(株)	
スピロラクトン	細粒剤	100mg/g	アルダクトン A 細粒	4011	ファルシア(株)	
		錠剤	25mg	アルダクトン A 錠		4251
		50mg	アルダクトン A 錠 50mg	3912		
ホリナートカルシウム	錠剤	5mg	ロイコホリン錠 5mg	205-2	日本ワイスターリー(株)	
コハミド	散剤	1mg/g	カマイド散	L001Y01	山之内製薬(株)	
	錠剤	0.25mg	カマイド錠 250 μg	K003R10		
			コハミド錠	795BAB	協和醸酵工業(株)	
		0.5mg	カマイド錠 500 μg	H003Y01	山之内製薬(株)	
			コハミド錠	261BBB	協和醸酵工業(株)	
	カプセル剤	0.25mg	ネオマイド	NH001N L	キッセイ薬品(株)	
	0.5mg	ハイコールカセル 500 μg	1XC12M	E-ザイ(株)		

フラビソアデニンジメクロチド	腸溶性錠剤	5mg	フラビソアデニン錠 5mg	BS936	トーアイヨ-株
		10mg	フラビソアデニン錠 10mg	BS790	
		15mg	フラビソアデニン錠 15	2410A	わかもと製薬株
ケトプロフェン	カプセル剤	25mg	ケトプロフェン	NL001NR	キッセイ薬品株
		50mg	ケトプロフェン 50	ND002NN	
			メチンカプセル 50	1C004A	アヘンティスファ-マ株
	徐放性カプセル剤	150mg	メチン SR150	1K010A	
フルビプロフェン	顆粒剤	80mg/g	フルビプロフェン顆粒	H02030	科研製薬株
	錠剤	40mg	フルビプロフェン	C13920	
イノシトールヘキサニコチネート	錠剤	200mg	ニコチン錠	2A101B	扶桑薬品工業株
チアソフェニコール	カプセル剤	250mg	ア-マイカプセル 250	C2PB02-QR	小林化工株
レボドパ・カルビドパ	錠剤	100mg	ネオドパ錠 100mg	MH020	三共株
			メシット錠 100	6251	萬有製薬株
		250mg	ネオドパ錠 250mg	NL005	三共株
			メシット錠 250	6253	萬有製薬株
アモキサゾン	細粒剤	100mg/g	アモキサゾン細粒 10%	159-1	日本ワイスレダリ-株
	カプセル剤	10mg	アモキサゾンカプセル 10mg	296-2	
		25mg	アモキサゾンカプセル 25mg	448-2	
		50mg	アモキサゾンカプセル 50mg	202-1	
エゾラム	細粒剤	10mg/g	エゾラム細粒 1%	Y228	三菱ウェルファ-マ株
	錠剤	0.5mg	エゾラム錠 0.5mg	J124	
		1mg	エゾラム錠 1mg	J126	
塩酸モペロン	散剤	100mg/g	ルハートン散	L001Y01	山之内製薬株
	錠剤	5mg	ルハートン錠	H004R02	
塩酸ロフェプリミン	錠剤	10mg	アンプリット錠 10mg	KY15	第一製薬株
		25mg	アンプリット錠 25mg	FY53	
オキシメルチン	散剤	100mg/g	ホ-リット散	HY01	第一製薬株
	錠剤	20mg	ホ-リット錠 20mg	LY65	
		40mg	ホ-リット錠 40mg	IX54	
クロチアゼパム	顆粒剤	100mg/g	リーゼ顆粒 10%	Y128	三菱ウェルファ-マ株
	錠剤	5mg	リーゼ錠 5mg	Y471	
		10mg	リーゼ錠 10mg	Y010	
ゾレピドン	細粒剤	100mg/g	ゾレピドン細粒 10%	5750	藤沢薬品工業株
		500mg/g	ゾレピドン細粒 50%	0720	
	錠剤	25mg	ゾレピドン錠 25mg	1850	
		50mg	ゾレピドン錠 50mg	2800	
		100mg	ゾレピドン錠 100mg	0840	

別添 3

標準的な溶出試験条件について

有効成分名	剤型	含量	試験液 (pH)		回転数 (rpm)	整理番号	
			基準液	その他			
ダニール	カプセル剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	29091	
			2.0w/v ホリソバート 80 添加				
ニフィピン	徐放性細粒剤	20mg/g	1.2, 6.8	6.0, 水	50	29127	
オロキサシン	錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	36121	
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	50	3903A	
	錠剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	3903B	
		500mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	3903C	
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4105A	
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	7.5	1.2, 6.8, 水	100	4114A	
プロメザラム	細粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4214A	
		錠剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214B
			2mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214C
			3mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214D
			5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214E
グルクロラクトン	末剤	1g/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4333A	
臭化水素酸フェンテロール	錠剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415A	
	シロップ用剤	2.5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415B	
		5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415C	
テオフィリン	徐放性錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528A	
		200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528B	
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528C	
スルピリド	錠剤	50mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532C	
		100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532D	
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532E	
オセサイン	顆粒剤	50mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701A	
	錠剤	5mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701B	
ピペリジンアセチルアミノ安息香酸エチル	顆粒剤	200mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4702A	
	錠剤	100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4702B	
カルバミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703A	
		250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703B	
クロルジキサゾン	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4704A	
フェンプロパメート	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4705A	
メカルバモール	顆粒剤	900mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4707A	
塩化バルベリン	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708A	
		錠剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708B
		錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708C
ピコスルファートナトリウム	顆粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710A	

ピコスルファートナトリウム	錠剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710B	
		2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710C	
		7.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710D	
	軟カプセル剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710E	
	シロップ用剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710F	
マンデル酸ヘキサミン	腸溶性錠剤	250mg	1.2, 6.8	6.0, 水	75	4711A	
セフチブテン	カプセル剤	100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712A	
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712B	
アシクロビル	顆粒剤	400mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713A	
	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713B	
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713C	
ジドブジン	カプセル剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4714A	
塩酸クロフェタノール	顆粒剤	41.67mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4716A	
	錠剤	12.5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4716B	
デキサメタゾン	シロップ用剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4718A	
ヒドロコルチゾン	錠剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4719A	
プレドニゾン	散剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4720A	
スピロラクトン	細粒剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721A	
		錠剤	25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721B
		錠剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8 0.2w/v ホリソルベート 80 添加	50	4721C
ホリナートカルシウム	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4722A	
コバミド	散剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723A	
		錠剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723B
		錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723C
	カプセル剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723D	
		0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723E	
フラビソアデニンジメルクチド	腸溶性錠剤	5mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724A	
		10mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724B	
		15mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724C	
ケトプロフェン	カプセル剤	25mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725A	
		50mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725B	
	徐放性カプセル剤	150mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725C	
フルビプロフェン	顆粒剤	80mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726A	
	錠剤	40mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726B	
イソitolヘキサニコチネート	錠剤	200mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4727A	
チアソフェニコール	カプセル剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4728A	
レボドパ・カルビドパ	錠剤	100mg・	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4730A	
		10mg					
		250mg・	水		50	4730B	
		25mg					
アモキサピオン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48011	
	カプセル剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48012	
		25mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48013	

アモキシピ ^ン	カ ^プ セル剤	50mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48014
エゾ ^ラ ム	細粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48021
		錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50
		1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48023
塩酸モ ^ロ シ ^ン	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48081
	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48082
塩酸ロ ^レ フ ^ラ ミン	錠剤	10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48091
		25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48092
オシ ^ハ ルチ ^ン	散剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48101
	錠剤	20mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48102
		40mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48103
クロチア ^セ ハ ^ム	顆粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48111
	錠剤	5mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48112
		10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48113
ゾ ^レ ピ ^ン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48131
		500mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48132
	錠剤	25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48133
		50mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48134
		100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48135

装置：日本薬局方一般試験法溶出試験法第2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：日本薬局方崩壊試験の第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・試液のリン酸塩緩衝液（1 2）

水：日本薬局方精製水

その他：薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整）

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。

事務連絡
平成 15 年 11 月 19 日

各都道府県薬務主管課 御中

厚生労働省医薬食品局審査管理課

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等の訂正について

平成 15 年 5 月 30 日医薬審発第 0530002 号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について」に下記のとおり誤りがありましたので、別紙に差し替え訂正方よろしく願います。

記

1 . 別添 3、デキサメタゾンシロップ用剤の整理番号

誤	正
4718A	4718B

以上

別添 3

標準的な溶出試験条件について

有効成分名	剤型	含量	試験液 (pH)		回転数 (rpm)	整理番号
			基準液	その他		
ダニゾール	カプセル剤	100mg	水	1.2, 6.8, 水 2.0w/v ポリリパート 80 添加	100	29091
ニフェピン	徐放性腸溶 細粒剤	20mg/g	1.2, 6.8	6.0, 水	50	29127
オロキサシン	錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	36121
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	50	3903A
	錠剤	250mg	水	1.2, 4.0, 水	75	3903B
		500mg	水	1.2, 4.0, 水	75	3903C
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4105A
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	7.5	1.2, 6.8, 水	100	4114A
プロメザラム	細粒剤 錠剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4214A
		1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214B
		2mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214C
		3mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214D
		5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4214E
グルクロラクトン	末剤	1g/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4333A
臭化水素酸フェンテロール	錠剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415A
	シロップ用 剤	2.5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415B
		5mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4415C
テオフィリン	徐放性錠剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528A
		200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528B
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	100	4528C
スルピリド	錠剤	50mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532C
		100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532D
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4532E
オキサセイン	顆粒剤	50mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701A
	錠剤	5mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4701B
ピペリジンアセチルアミノ安息香酸エチル	顆粒剤	200mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4702A
	錠剤	100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4702B
カルバミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703A
		250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4703B
クロルジキサゾン	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4704A
フェンプロパメート	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4705A
メシル酸プロリジンオール	錠剤	4mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4706A
メトカルバモール	顆粒剤	900mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4707A
塩化ベルベリン	散剤 錠剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708A
		50mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708B
		100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4708C

ピコスルファートナトリウム	顆粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710A
	錠剤	1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710B
		2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710C
		7.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710D
	軟カプセル剤	2.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710E
	シロップ用剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4710F
マンデル酸ヘキサミン	腸溶性錠剤	250mg	1.2, 6.8	6.0, 水	75	4711A
セフチブテン	カプセル剤	100mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712A
		200mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4712B
アシクロビル	顆粒剤	400mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713A
	錠剤	200mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713B
		400mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4713C
ジトブジン	カプセル剤	100mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4714A
塩酸クロフィタノール	顆粒剤	41.67mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4716A
	錠剤	12.5mg	6.8	1.2, 4.0, 水	50	4716B
デキサメタゾン	シロップ用剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4718B
ヒドロコルチゾン	錠剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	4719A
プレドニゾン	散剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4720A
スピロラクトン	細粒剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721A
	錠剤	25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4721B
		50mg	水	1.2, 4.0, 6.8 0.2w/v ホリソルベート 80 添加	50	4721C
ホリナートカルシウム	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4722A
コバマミド	散剤	1mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723A
	錠剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723B
		0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723C
	カプセル剤	0.25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723D
		0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4723E
フラビソアデニンジヌクレオチド	腸溶性錠剤	5mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724A
		10mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724B
		15mg	1.2, 6.8	6.0, 水	50	4724C
ケトプロフェン	カプセル剤	25mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725A
		50mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725B
	徐放性カプセル剤	150mg	7.2	1.2, 6.8, 水	50	4725C
フルビプロフェン	顆粒剤	80mg/g	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726A
	錠剤	40mg	6.8	1.2, 4.0, 水	75	4726B
イノシトールヘキサニコチネート	錠剤	200mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	4727A
チアソフェニコール	カプセル剤	250mg	水	1.2, 4.0, 6.8	75	4728A
レボドパ・カルビドパ	錠剤	100mg・ 10mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4730A
		250mg・ 25mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	4730B
アモキサピロン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48011
	カプセル剤	10mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48012

		25mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48013
		50mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48014
エゾ [°] ラム	細粒剤	10mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48021
	錠剤	0.5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48022
		1mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48023
塩酸モ [°] ロン	散剤	100mg/g	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48081
	錠剤	5mg	水	1.2, 4.0, 6.8	50	48082
塩酸ロ [°] エ [°] ラミン	錠剤	10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48091
		25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	75	48092
オ [°] ハ [°] ルチン	散剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48101
	錠剤	20mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48102
		40mg	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48103
カ [°] チ [°] ア [°] セ [°] ハ [°] ム	顆粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48111
	錠剤	5mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48112
		10mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48113
ゾ [°] レ [°] ン	細粒剤	100mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48131
		500mg/g	4.0	1.2, 6.8, 水	50	48132
	錠剤	25mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48133
		50mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48134
		100mg	1.2	4.0, 6.8, 水	50	48135

装置：日本薬局方一般試験法溶出試験法第2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：日本薬局方崩壊試験の第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・試液のリン酸塩緩衝液（1 2）

水：日本薬局方精製水

その他：薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと
0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整）

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。



事務連絡
平成16年1月28日

各都道府県薬務主管課 御中

厚生労働省医薬食品局審査管理課

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等の一部変更について

平成15年5月30日医薬審発第0530002号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について」に下記のとおり変更がありましたので、別添に差し替え方よろしくお願ひいたします。

記

1. 別添2、ダナゾール（ダナンカプセル100）の標準ロット

変更前	変更後
A102	DNA002

以上



別添2

標準製剤等について

有効成分名	剤型	含量	標準製剤	標準ロット	標準製剤提供者		
ダナゾール	カプセル剤	100mg	ダナゾール100	DNA002	東和薬品(株)		
ニフェジピン	徐放性腸溶細粒剤	20mg/g	セバミットR細粒	13C25	日本オカノン(株)		
オフロキサシン	錠剤	100mg	クリビット錠	PZAZF06	第一製薬(株)		
カルボシステイン	細粒剤	500mg/g	ムコダイン細粒	O071950	杏林製薬(株)		
		錠剤	250mg	ムコダイン錠		N074080	
		500mg	ムコダイン錠 500mg	N074330			
アンフェナクナトリウム	カプセル剤	50mg	フェナゾックスカプセル	FZCH214	明治製菓(株)		
トルフェナム酸	カプセル剤	100mg	クロタム	AY524E	東菱薬品工業(株)		
プロメチピラム	細粒剤	10mg/g	レキソタン細粒	K012121	中外製薬(株)		
		錠剤	1mg	レキソタン錠 1		K006121	
			2mg	レキソタン錠 2		K030141	
			3mg	セラニン錠 3		OK019	日本ヘキサル(株)
			5mg	レキソタン錠 5		K020151	中外製薬(株)
グルクロラクトン	末剤	1g/g	グロンサン	G2G03	中外製薬(株)		
臭化水素酸フェノテロール	錠剤	2.5mg	ペロテック錠	189001	日本ペーリンガーインゲルハイム(株)		
		シロップ用剤	2.5mg/g	ホルボノールトライシロップ 0.25%	A310312	高田製薬(株)	
			5mg/g	ホルボノールトライシロップ 0.5%	A710809		
テオフィリン	徐放性錠剤	100mg	エコン錠 100	EI1301	日本医薬品工業(株)		
		200mg	エコン錠 200	GI1701			
		400mg	エコン錠 400	AN3101			
スルピリド	錠剤	50mg	トクマチール錠 50mg	9720	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 50	CN108	住友製薬(株)		
			ミラール錠 50	13011	日本シエリング(株)		
		100mg	トクマチール錠 100mg	3450	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 100	CN056	住友製薬(株)		
			ミラール錠 100	13007	日本シエリング(株)		
		200mg	トクマチール錠 200mg	3320	藤沢薬品工業(株)		
			アピリット錠 200	SP052	住友製薬(株)		
ミラール錠 200	04002		日本シエリング(株)				
オキサセイン	顆粒剤	50mg/g	ストロカイン顆粒	1ZB21S	サノーバ(株)		
	錠剤	5mg	ストロカイン錠	1YA34S			
ヒペリジンアセチルアミノ安息香酸エチル	顆粒剤	200mg/g	ニカイン顆粒	EI2002	日本医薬品工業(株)		
	錠剤	100mg	スルカイン錠	4235EI	日本新薬(株)		
カルハミン酸クロルフェネシン	錠剤	125mg	リンテキサー錠	011A1	大正製薬(株)		
		250mg	リンテキサー 250	021K1			
クロルゾキサゾン	錠剤	200mg	フラメンコ錠	2F241B	扶桑薬品工業(株)		