

医薬発 第 1182 号
平成 11 年 10 月 7 日

各都道府県知事 殿

厚生省医薬安全局長

日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成 11 年 3 月 23 日医薬発第 343 号厚生省医薬安全局長通知により定めたところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を（別添 1）としてとりまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方ご配慮願いたい。

なお、塩酸エペリゾン顆粒溶出試験については、（別添 2）のとおり差し替えるので併せてご留意願いたい。

(別添1)

アロプリノール細粒 Allopurinol Fine Granules

溶出試験 本品のアロプリノール($C_5H_4N_4O$)約100mg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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアロプリノール($C_5H_4N_4O$)約11 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にアロプリノール標準品を105 で4時間乾燥し、その約0.011g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250nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アロプリノール($C_5H_4N_4O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アロプリノール標準品の量 (mg)

W_T : アロプリノール細粒の秤取量 (g)

C : 1 g 中のアロプリノール($C_5H_4N_4O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	30分	85%以上

アロプリノール標準品 アロプリノール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アロプリノール($C_5H_4N_4O$)99.0%以上を含むもの。

アロプリノール錠

Allopurinol Tablets

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、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアロプリノール(C₅H₄N₄O)約11μgを含む液となるように水を加えて正確にV'mLとし、試料溶液とする。別にアロプリノール標準品を105で4時間乾燥し、その約0.011g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250nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アロプリノール(C₅H₄N₄O)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アロプリノール標準品の量(mg)

C : 1錠中のアロプリノール(C₅H₄N₄O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	80%以上

アロプリノール標準品 アロプリノール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アロプリノール(C₅H₄N₄O)99.0%以上を含むもの。

塩酸ジルチアゼム徐放錠

Diltiazem Hydrochloride Extended-release Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸ジルチアゼム ($C_{21}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 約 10 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 240nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_s を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時における塩酸ジルチアゼム ($C_{21}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : 塩酸ジルチアゼム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸ジルチアゼム ($C_{21}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	15 分	10 ~ 40%
	45 分	30 ~ 60%
	180 分	75% 以上
60mg	15 分	15 ~ 45%
	45 分	35 ~ 65%
	180 分	80% 以上

塩酸ジルチアゼム標準品 塩酸ジルチアゼム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ジルチアゼム ($C_{21}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸メキシレチン錠

Mexiletine Hydrochloride Tablets

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．溶出試験を開始し，規定時間後，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し，初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に塩酸メキシレチン ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) 約 28 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に塩酸メキシレチン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.014g を精密に量り，水に溶かし，正確に 250mL とする．この液 10mL 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 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，試料溶液及び標準溶液のメキシレチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

塩酸メキシレチン ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 塩酸メキシレチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸メキシレチン ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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：ラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 3 g を水 600 mL に溶かし，アセトニトリル 420 mL を加える．

流量：メキシレチンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，メキシレチ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 3000 以上のものを用いる．

試験の再現性：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，メキシレチンのピーク面積の相対標準偏差は，1.0% 以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出規格
50mg	30 分	80% 以上
100mg	30 分	80% 以上

塩酸メキシレチンカプセル Mexiletine Hydrochloride Capsules

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸メキシレチン(C₁₁H₁₇NO·HCl)約28 μgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別に塩酸メキシレチン標準品を105 で3時間乾燥し、その約0.014 gを精密に量り、水に溶かし、正確に250mLとする。この液10mL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、試料溶液及び標準溶液のメキシレチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸メキシレチン(C₁₁H₁₇NO·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 塩酸メキシレチン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の塩酸メキシレチン(C₁₁H₁₇NO·HCl)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径約4 mm、長さ約15 cmのステンレス管に約5 μmの液体クロマトグラフ用オクチ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：ラウリル硫酸ナトリウム2.5 g及びリン酸二水素ナトリウム二水和物3 gを水600 mLに溶かし、アセトニトリル420 mLを加える。

流量：メキシレチンの保持時間が約6分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、メキシレチ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3000以上のものを用いる。

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、メキシレチンのピーク面積の相対標準偏差は、1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出規格
50mg	15分	80%以上
100mg	15分	80%以上

ジクロフェナクナトリウム錠

Diclofenac Sodium Tablets

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、規定時間後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にジクロフェナクナトリウム標準品を105で3時間乾燥し、表示量と同量を精密に量り、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276nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロフェナクナトリウム ($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$) 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 : ジクロフェナクナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のジクロフェナクナトリウム ($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	20分	85%以上

ジクロフェナクナトリウム標準品 ジクロフェナクナトリウム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム ($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$) 99.0%以上を含むもの。

ドンペリドン細粒 Domperidone Fine Granules

溶出試験 本品のドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 約 10mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 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。溶出試験を開始し、規定時間後、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、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別にドンペリドン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更に、この液 2mL を正確に量り、pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 2mL を正確に加え、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、試料溶液及び標準溶液のドンペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 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 : ドンペリドン標準品の量 (mg)

W_T : ドンペリドン細粒の秤取量 (g)

C : 1 g 中のドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：287nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチ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：リン酸二水素カリウム 2.72g を水に溶かし、1000mL とする。別にリン酸 2.31g に水を加えて、1000 mL とする。これらを混和して pH 3.5 に調整する。この液 200 mL にメタノール 800 mL を加える。

流量：ドンペリドンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ドンペリド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。

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、ドンペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	30 分	85% 以上

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* , pH6.0 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 5.25g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH6.0 になるまで加える。

ドンペリドン標準品 「ドンペリドン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 99.0% 以上を含むもの。

ドンペリドン錠 Domperidon Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別にドンペリドン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、表示量の 5 倍量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更に、この液 2mL を正確に量り、pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 2mL を正確に加え、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、試料溶液及び標準溶液のドンペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 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 : ドンペリドン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：287nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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：リン酸二水素カリウム 2.72g を水に溶かし、1000mL とする。別にリン酸 2.31 g に水を加えて、1000 mL とする。これらを混和して pH 3.5 に調整する。この液 200 mL にメタノール 800 mL を加える。

流量：ドンペリドンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ドンペリド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。

試験の再現性：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、ドンペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75% 以上
10mg	45 分	75% 以上

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* , pH6.0 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 5.25g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH6.0 になるまで加える。

ドンペリドン標準品 「ドンペリドン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 99.0% 以上を含むもの。

ドンペリドンドライシロップ

Domperidone Dry Syrup

溶出試験 本品のドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 約 10mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別にドンペリドン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。更に、この液 2mL を正確に量り、pH6.0 のリン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液* 2mL を正確に加え、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、試料溶液及び標準溶液のドンペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 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 : ドンペリドン標準品の量 (mg)

W_T : ドンペリドンドライシロップの秤取量 (g)

C : 1 g 中のドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 287nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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 : リン酸二水素カリウム 2.72 g を水に溶かし, 1000mL とする。別にリン酸 2.31g に水を加えて, 1000 mL とする。これらを混和して pH 3.5 に調整する。この液 200 mL にメタノール 800 mL を加える。

流量 : ドンペリドンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ドンペリド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。

試験の再現性 : 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, ドンペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	90 分	70% 以上

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液*, pH6.0 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 5.25g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH6.0 になるまで加える。

ドンペリドン標準品 「ドンペリドン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, ドンペリドン (C₂₂H₂₄ClN₅O₂) 99.0% 以上を含むもの。

メコバラミン細粒 Mecobalamin Fine Granules

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品のメコバラミン(C₆₃H₉₁CoN₁₃O₁₄P)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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にメコバラミン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）の約 0.05g 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 とする。更に、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、メコバラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メコバラミン(C₆₃H₉₁CoN₁₃O₁₄P)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_S：乾燥物に換算したメコバラミン標準品の量(mg)

W_T：メコバラミン細粒の秤取量(g)

C：1 g 中のメコバラミン(C₆₃H₉₁CoN₁₃O₁₄P)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264 nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 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：40 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の酒石酸・リン酸水素二ナトリウム緩衝液 / メタノール混液(63 : 37)

流量：メコバラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メコバラミンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg/g	15 分	85% 以上

メコバラミン錠

Mecobalamin Tablets

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 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にメコバラミン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 100 倍量を精密に量り、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 とする。更に、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、メコバラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : 乾燥物に換算したメコバラミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264 nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 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：40 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の酒石酸・リン酸水素二ナトリウム緩衝液 / メタノール混液(63 : 37)

流量：メコバラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メコバラミンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.25mg	45 分	80% 以上
0.50mg	45 分	80% 以上

メコバラミンカプセル

Mecobalamin Capsules

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。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする。別にメコバラミン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 100 倍量を精密に量り，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 とする。更に，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，メコバラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : 乾燥物に換算したメコバラミン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のメコバラミン($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：264 nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 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：40 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の酒石酸・リン酸水素二ナトリウム緩衝液 / メタノール混液(63 : 37)

流量：メコバラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，メコバラミンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で，理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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，メコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.25mg	30 分	85% 以上
0.50mg	30 分	80% 以上

メシル酸カモスタット錠

Camostat Mesilate Tablets

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、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にメシル酸カモスタット(C₂₀H₂₂N₄O₅・CH₄O₃S)約10μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にメシル酸カモスタット標準品を105で3時間乾燥し、その約0.05gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メシル酸カモスタット(C₂₀H₂₂N₄O₅・CH₄O₃S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s : メシル酸カモスタット標準品の量 (mg)

C : 1錠中のメシル酸カモスタット(C₂₀H₂₂N₄O₅・CH₄O₃S)の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	80%以上

ロキソプロフェンナトリウム細粒

Loxoprofen Sodium Fine Granules

溶出試験 本品のロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$) 約 60mg 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.8 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$) 約 13 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にロキソプロフェンナトリウム標準品を脱水物に換算し、その約 0.067g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 223nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 340nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : 脱水物に換算したロキソプロフェンナトリウム標準品の量 (mg)

W_T : ロキソプロフェンナトリウム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85% 以上

ロキソプロフェンナトリウム標準品 ロキソプロフェンナトリウム (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$) 99.0% 以上を含むもの。

ロキソプロフェンナトリウム錠

Loxoprofen Sodium Tablets

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、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8 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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$)約13 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV'mLとし、試料溶液とする。別にロキソプロフェンナトリウム標準品を脱水物に換算し、その約0.067gを精密に量り、水に溶かし、正確に250mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長223nmにおける吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長340nmにおける吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s : 脱水物に換算したロキソプロフェンナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$)の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	30分	85%以上

ロキソプロフェンナトリウム標準品 ロキソプロフェンナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ロキソプロフェンナトリウム($C_{15}H_{17}NaO_3$)99.0%以上を含むもの。

(別添 2)

塩酸エペリゾン顆粒 Eperisone Hydrochloride Granules

溶出試験 本品の塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) 約 50mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) 約 6 μg を含む液となるように 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸エペリゾン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し、その約 0.05 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。更に、この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸エペリゾン標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸エペリゾン顆粒の秤取量 (g)

C : 1 g 中の塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85% 以上