

医薬発第 0306005 号

平成 14 年 3 月 6 日

各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬局長

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 13 年 12 月 25 日医薬発第 1411 号厚生労働省医薬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）としてとりまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

アセトアミノフェン細粒 Acetaminophen Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)約 0.2g 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 0.45 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 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にアセトアミノフェン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1200$$

W_S : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_T : アセトアミノフェン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	30 分	80%以上

アセトアミノフェン錠 Acetaminophen 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 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)約 6.7 μ g V mL とし、試料溶液とする。別にアセトアミノフェン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	15 分	80%以上

アセメタシン錠 Acemetacin Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)約 33 μ g を含む液となるように薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に V_cmL とし、試料溶液とする。別に、アセメタシン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g 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 4mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 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 319nm 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。

アセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)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 : アセメタシン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	45 分	80%以上

アセメタシン標準品 「アセメタシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)99.5%以上を含むもの。

アルミノプロフェン錠

Alminoprofen Tablets

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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)約8.9 μ gを含む液となるように0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確にV_cmLとし、試料溶液とする。別にアルミノプロフェン標準品を酸化リン()を乾燥剤として1時間減圧乾燥し、その約0.03gを精密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長245nm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。

アルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 27$$

W_s : アルミノプロフェン標準品の量(mg)

C : 1錠中のアルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100 mg	45 分	80% 以上
200 mg	30 分	75% 以上

アルミノプロフェン標準品 「アルミノプロフェン」.

イプリフラボン錠

Ipriflavone Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1/50)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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にイプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)約8.9 μ gを含む液となるように薄めたメタノール(1/2)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を105で2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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1/50)4mL及び薄めたメタノール(1/2)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、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300nm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。

イプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : イプリフラボン標準品の量(mg)

C : 1錠中のイプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60分	80%以上

イプリフラボン標準品 C₁₈H₁₆O₃ : 280.32 イプリフラボンを次に示す方法で精製したもので、下記の規格に適合するもの。

精製法 10倍量のエタノール(99.5)を用いて再結晶し、減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

吸光度 E_{1cm}^{1%}(249nm) : 1026 ~ 1065(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL)。

E_{1cm}^{1%}(299nm) : 443 ~ 461(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL)。

融点 117 ~ 119

類縁物質 本品約0.06gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。試料溶液20 μ L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とき、イプリフラボン以外のピークを認めない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 125mm のステンレス管に 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。

プレカラム：内径 4mm, 長さ 4mm のステンレス管に 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：アセトニトリル/水混液(3：2)

流量：イプリフラボンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からイプリフラボンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 10 μ L から得たイプリフラボンのピーク高さが記録計フルスケールの 65～95%になることを確認する。

システムの性能：本品及び 7-エトキシ-3-フェニル-4*H*-1-ベンゾピラン-4-オン約 3mg ずつを量り，アセトニトリル 50mL に溶かす。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，7-エトキシ-3-フェニル-4*H*-1-ベンゾピラン-4-オン，イプリフラボンの順に溶出し，その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：試料溶液 1mL にアセトニトリルを加えて 100mL とした液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イプリフラボンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

乾燥減量 0.50% 以下(1g, 105 , 2 時間)。

強熱残分 0.10% 以下(1g)。

7-エトキシ-3-フェニル-4*H*-1-ベンゾピラン-4-オン C₁₇H₁₄O₃ 白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内標準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(¹H)により測定するとき， 1.4ppm 付近に三重線のシグナルを， 4.1ppm 付近に四重線のシグナルを， 6.8ppm 付近及び 8.2ppm 付近に二重線のシグナルを， 7.0ppm 付近に二重・二重線のシグナルを， 7.3ppm～ 7.7ppm に多重線のシグナルを，また， 7.9ppm 付近に単一線のシグナルを示す。

エモルファゾン錠 Emorfazone 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 0.45 μ m 以下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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 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。別にエモルファゾン標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、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 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 239nm 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。

エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : エモルファゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中のエモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100 mg	60 分	85% 以上
200 mg	45 分	85% 以上

エモルファゾン標準品 「エモルファゾン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、エモルファゾン($C_{11}H_{17}N_3O_3$)99.0%以上を含むもの。

塩酸イソクスプリン錠 Isoxsuprine Hydrochloride 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 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸イソクスプリン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$)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。別に塩酸イソクスプリン標準品を 105 で 1 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイソクスプリンのピーク面積 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。

塩酸イソクスプリン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸イソクスプリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸イソクスプリン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

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：40 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 4.3g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.2g を水に溶かし、1000mL とした後、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 600mL にメタノール 400mL を加える。

流量：イソクスプリンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イソクスプリ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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15分	80%以上

塩酸イソクスプリン標準品 $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$: 337.84 1-(4-hydroxyphenyl)-2-(1-methyl-2-phenoxyethylamino)-1-propanol hydrochloride 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 塩酸イソクスプリン 10g にメタノール 70mL を加え、還流冷却器を付けて加熱して溶かし、熱時ろ過する。結晶が析出し始めるまで、常圧でメタノールを留去する。約 5 /30 分の速度で 15 まで冷却した後、5 以下で 30 分間放置する。析出した結晶を減圧ろ取し、メタノールで洗い、50 で減圧乾燥する。

性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

確認試験

(1)本品の水溶液(1 100)1mL に亜硝酸カリウム溶液(3 50)0.5mL 及び薄めた 2mol/L 硫酸(1 2)0.5mL を加えた後、アンモニア試液を加えてアルカリ性とするとき、液は黄色を呈する。

(2)本品の水溶液(1 100)2mL に炭酸水素ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし、スルファニル酸の 0.5mol/L 塩酸試液溶液(1 200) / 亜硝酸ナトリウム溶液(1 200)混液(1:1)0.5mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3)本品の水溶液(1 100)1mL にリンタンゲステン酸試液 1mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 類縁物質 本品 0.020g をメタノール 20mL に溶かし 試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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、試料溶液のイソクスプリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイソクスプリンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

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：40 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 4.3g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.2g を水に溶かし、1000mL とした後、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 600mL にメタノール 400mL を加える。

流量：イソクスプリンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイソクスプリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μ L から得たイソクスプリンのピーク高さが 40mm ~ 60mm になるように調整する。

システムの性能：本品 0.020g をメタノール 20mL に溶かす。この液 1mL を量り、パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1 : 25000)5mL を加え、更に移動相を加えて 100mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イソクスプリン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、イソクスプリンとパラオキシ安息香酸エチルの分離度が 7 以上のものを用いる。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 1.0% 以下(1g, 105℃, 1 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.07g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 3.378mg C₁₈H₂₃NO₃·HCl

塩酸ジラゼブ顆粒

Dilazep Hydrochloride Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1-4)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、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1-4)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ジラゼブ標準品(別途塩酸ジラゼブ(日局)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、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1-4)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1-4)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 265nm 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。

塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.027$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸ジラゼブ標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ジラゼブ顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	70%以上

塩酸ジラゼブ錠

Dilazep Hydrochloride 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 0.45 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に塩酸ジラゼブ ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 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．別に塩酸ジラゼブ標準品(別途塩酸ジラゼブ(日局)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 4mL 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，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 265nm 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．

塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.027$$

W_S : 乾燥物に換算した塩酸ジラゼブ標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30 分	75%以上
100mg	45 分	75%以上

塩酸チアラミド細粒

Tiaramide Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約0.1g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 0.5 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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアラミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.015g 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 25mL 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 294nm 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。

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 720 \times 0.907$$

W_S : 塩酸チアラミド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸チアラミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
200mg/g	15 分	85%以上

*チアラミドとして

塩酸チアラミド標準品 塩酸チアラミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$)99.0%以上含むもの。

塩酸チアラミド錠 Tiamide Hydrochloride 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 0.5 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 中にチアラミド ($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$) 約 56 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．別に塩酸チアラミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.015g 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 25mL 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 294nm 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．

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 0.907$$

W_S : 塩酸チアラミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	15 分	80%以上
100mg	30 分	80%以上

*チアラミドとして

塩酸チアラミド標準品 塩酸チアラミド(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$)99.0%以上含むもの．

塩酸ブホルミン腸溶錠

Buformine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

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 中に塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)約 56 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 V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ブホルミン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g 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 4mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のブホルミンのピーク面積 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。

塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)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 : 塩酸ブホルミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、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 中に塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)約 56 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 V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ブホルミン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、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)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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、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、それぞれの液のブホルミンのピーク面積 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。

塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)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 : 塩酸ブホルミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm , 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu m$ 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 : 35 付近の一定温度

移動相 : 過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1 1000)溶液(7 500) / アセトニトリル混液(7 : 1)

流量 : ブホルミンの保持時間が約 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 20 μL につき , 上記の条件で操作するとき , ブホルミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は , それぞれ 3000 段以上 , 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 , ブホルミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である .

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	120 分(pH1.2)	5% 以下
	90 分(pH6.8)	80% 以上

塩酸ブホルミン標準品 「塩酸ブホルミン」. ただし , 乾燥したものを定量するとき , 塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)99.0% 以上を含むもの .

塩酸プロカルバジンカプセル Procarbazine Hydrochloride Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験第 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 0.45 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にプロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)約 8.3 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．別に塩酸プロカルバジン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.024g を精密に量り，水に溶かし，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 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 232nm 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．

プロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.859$$

W_s : 塩酸プロカルバジン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のプロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	15 分	85%以上

*プロカルバジンとして

塩酸プロカルバジン標準品 塩酸プロカルバジン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸プロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの．

塩酸ブロムヘキシン細粒 Bromhexine Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ブロムヘキシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)約4mg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20 μ mのポリエステル繊維を積層した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、移動相を加えて正確に20mLとし、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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ブロムヘキシン標準品を105で4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、移動相に溶かし、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100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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、それぞれの液のブロムヘキシンのピーク面積 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。

塩酸ブロムヘキシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ブロムヘキシン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ブロムヘキシン細粒の秤取量(g)

C : 1g中の塩酸ブロムヘキシン($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

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：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0.5gを水550mL、メタノール350mL及び1-プロパノール100mLに溶かし、薄めたリン酸(1/10)を加え、pH3.0に調整する。

流量：ブロムヘキシンの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ブロムヘキシ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 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロムヘキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg/g	15 分	80%以上

塩酸ブロムヘキシン錠

Bromhexine Hydrochloride 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 20 μ m のポリエステル繊維を積層した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 中に塩酸ブロムヘキシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)約 2.2 μ g を含む液となるように移動相を加えて正確に V' mL とし、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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ブロムヘキシン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、移動相に溶かし、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 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のブロムヘキシンのピーク面積 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。

塩酸ブロムヘキシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ブロムヘキシン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ブロムヘキシン(C₁₄H₂₀Br₂N₂·HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

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：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 0.5g を水 550mL，メタノール 350mL 及び 1-プロパノール 100mL に溶かし，薄めたリン酸(1 : 10)を加え，pH3.0 に調整する。

流量：ブロムヘキシンの保持時間が約 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 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ブロムヘキシ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 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロムヘキシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
4mg	30 分	75%以上

塩酸ブロムヘキシンドライシロップ Bromhexine Hydrochloride Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂・HCl)約4mg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20μmのポリエステル繊維を積層した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、移動相を加えて正確に20mLとし、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。別に塩酸ブロムヘキシシ標準品を105で4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、移動相に溶かし、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100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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、それぞれの液のブロムヘキシシのピーク面積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。

塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S：塩酸ブロムヘキシシ標準品の量(mg)

W_T：塩酸ブロムヘキシシドライシロップの秤取量(g)

C：1g中の塩酸ブロムヘキシシ(C₁₄H₂₀Br₂N₂・HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：246nm)

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：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.5gを水550mL、メタノール350mL及び1-プロパノール100mLに溶かし、薄めたリン酸(1/10)を加え、pH3.0に調整する。

流量：ブロムヘキシシの保持時間が約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100μLにつき、上記の条件で操作するとき、ブロムヘキシシ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，プロムヘキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
4mg/g	15分	75%以上

L-塩酸メチルシステイン腸溶錠

L-Methycysteine Hydrochloride Enteric-coated Tablets

溶出試験

〔pH1.2〕溶出液採取後の操作は速やかに行う。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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 40mL 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 5mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)約 56 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 V mL とし、試料原液とする。別に L-塩酸メチルシステイン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 0.028g 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 5mL 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、標準原液とする。試料原液、標準原液及び崩壊試験法の第 1 液 20mL ずつを正確に量り、それぞれに酢酸ナトリウム試液及び用時調製した *N*-エチルマレイミドの薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)溶液(3 2000)2mL ずつを正確に加え、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、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 302nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_B - A_T}{A_B - A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : L-塩酸メチルシステイン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

〔pH6.8〕溶出液採取後の操作は速やかに行う。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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 40mL 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 5mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)約 56 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 V mL とし、試料原液とする。別に L-塩酸メチルシステイン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、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)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 25mL とし，標準原液とする．試料原液，標準原液及び薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)20mL ずつを正確に量り，それぞれに用時調製した *N*-エチルマレイミドの薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)溶液(3 2000)2mL を正確に加え，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 25mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．試料溶液，標準溶液及び空試験溶液につき，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 302nm における吸光度 A_{T1} 、 A_{S1} 及び A_{B1} 並びに波長 282nm における吸光度 A_{T2} 、 A_{S2} 及び A_{B2} を測定する．
本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{B1} - A_{T1}'}{A_{B1} - A_{S1}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

$$A_{T1}' = \frac{10.0 \times A_{T1} - A_{T2} + \frac{A_{S2} \times A_{B1} - A_{B2} \times A_{S1}}{A_{B1} - A_{S1}}}{10.0 - \frac{A_{B2} - A_{S2}}{A_{B1} - A_{S1}}}$$

W_S : L-塩酸メチルシステイン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	120 分 (pH1.2)	5%以下
	120 分 (pH6.8)	80%以上
100mg	120 分 (pH1.2)	5%以下
	120 分 (pH6.8)	80%以上

L-塩酸メチルシステイン標準品 「L-塩酸メチルシステイン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，L-塩酸メチルシステイン($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの．

クエン酸カリウム 463mg/g・クエン酸ナトリウム 390mg/g 散 Potassium Citrate 463mg/g and Sodium Citrate 390mg/g Powder

溶出試験 本品の表示量に従いクエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)約 463mg 及びクエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)約 390mg 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 0.45 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、次のろ液を試料溶液とする。別に 130 で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.038g 及び 130 で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.029g をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : クエン酸カリウム・クエン酸ナトリウム散の秤取量(g)

C_a : 1g 中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5mm，長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1 3140)

流量：ナトリウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、カリウムの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	463mg/g*	15 分	85%以上
クエン酸ナトリウム	390mg/g *		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム（日局）．

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム（日局）．

液体クロマトグラフ用，陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの．

クエン酸カリウム 231.5mg・クエン酸ナトリウム 195.0mg 錠
Potassium Citrate 231.5mg and Sodium Citrate 195.0mg 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 0.45 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，次のろ液を試料溶液とする。別に 130 で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.019g 及び 130 で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.015g をそれぞれ精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

C_a : 1 錠中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5mm，長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1 3140)

流量：ナトリウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，カリウムの順に溶出し，その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ

1.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	231.5mg*	90分	85%以上
クエン酸ナトリウム	195.0mg*		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム（日局）。

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム（日局）。

液体クロマトグラフ用，陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

グリクラジド錠 Gliclazide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH6.0 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 pH6.0 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 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 中にグリクラジド($C_{15}H_{21}N_3O_3S$)約 8.9 μ g を含む液となるように pH6.0 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 V_0 mL とし，試料溶液とする．別にグリクラジド標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノール 25mL に溶かした後，pH6.0 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 100mL とする．この液 4mL を正確に量り，pH6.0 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 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH6.0 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 227 nm における吸光度 $A_{T1(n)}$ 及び A_{S1} 並びに 300nm における吸光度 $A_{T2(n)}$ 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．

n 回目の溶出液採取時におけるグリクラジド($C_{15}H_{21}N_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%) ($n = 1, 2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T1(n)} - A_{T2(n)}}{A_{S1} - A_{S2}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T1(i)} - A_{T2(i)}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : グリクラジド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のグリクラジド($C_{15}H_{21}N_3O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40 mg	5 分	55% 以下
	45 分	75% 以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液*，pH6.0 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え，pH6.0 に調整する．

クロモグリク酸ナトリウム細粒 Sodium Cromoglicate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いクロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)約 0.1g 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 0.5 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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にクロモグリク酸ナトリウム標準品(別途クロモグリク酸ナトリウム(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.022g 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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 327 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。

クロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)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 : 乾燥物に換算したクロモグリク酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : クロモグリク酸ナトリウム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のクロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)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

クロモグリク酸ナトリウム標準品 クロモグリク酸ナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、クロモグリク酸ナトリウム($C_{23}H_{14}Na_2O_{11}$)99.0%以上を含むもの。

ザルトプロフェン錠 Zaltoprofen Tablets

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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にザルトプロフェン(C₁₇H₁₄O₃S)約 44 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 V μ mL とし，試料溶液とする。別にザルトプロフェン標準品を 105 度で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，エタノール(99.5)20mL に溶かした後，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 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，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 340 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。

ザルトプロフェン(C₁₇H₁₄O₃S)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 : ザルトプロフェン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のザルトプロフェン(C₁₇H₁₄O₃S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
80mg	30 分	75% 以上

ザルトプロフェン標準品 C₁₇H₁₄O₃S : 298.36 (±)-2-(10,11-dihydro-10-oxodibenzo [b,f] thiepin-2-yl)propionic acid 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 ザルトプロフェン 10g を薄めたアセトン(10 11)44mL に溶かし，液が白濁するまで水を滴下する。液をかき混ぜながら，室温及び氷水中でそれぞれ 2 時間放置後，析出した結晶をろ取り，薄めたアセトン(1 3)少量で洗う。同様の操作を更に 2 回行い，得られた結晶を 80 度で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を 105 度で 4 時間乾燥し，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 2980cm⁻¹ ,1703cm⁻¹ ,1671cm⁻¹ ,1280cm⁻¹ ,

799 cm^{-1} 及び 752 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 136 ~ 139

類縁物質 本操作は、光を避け、遮光した容器を用いてできるかぎり速やかに行う。本品 0.20g をジクロロメタン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする。この液 1mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 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する。直ちに遮光してクロロホルム/メタノール混液(10:1)を展開溶媒として約 15cm 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.50g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 29.836mg $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{S}$

セフィキシムカプセル Cefixime Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH7.5 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 中にセフィキシム約 56 μ g(力価)を含む液となるように pH7.5 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 V_0 mL とし，試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 0.028g(力価)に対応する量を精密に量り，pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし，正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り，pH7.5 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 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，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積 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。

セフィキシム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 : セフィキシム標準品の量 [mg (力価)]

C : 1 カプセル中のセフィキシムの表示量[mg (力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4mm，長さ 12.5cm のステンレス管に 4 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：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液(10 13)25mL に水を加えて 1000mL とした液に薄めたリン酸(1 10)を加え，pH6.5 に調整する。この液 300mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量：セフィキシムの保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，セフィキシ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 4000 段以上，2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	60 分	80%以上
100mg	90 分	80%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH7.5 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え，pH7.5 に調整する．

セフジニルカプセル Cefdinir Capsules

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(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 0.5 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にセフジニル約 56 μ g(力価)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 Vc mL とし、試料溶液とする。別にセフジニル標準品約 0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、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 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、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、それぞれの液のセフジニルのピーク面積 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。

セフジニル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 : セフジニル標準品の量[mg (力価)]

C : 1 カプセル中のセフジニルの表示量[mg (力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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：40 付近の一定温度

移動相：pH5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000mL に 0.1mol/L のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4mL を加える。この液 900mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 60mL 及びメタノール 40mL を加える。

流量：セフジニルの保持時間が約 8 分になるよう調整する。

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、セフジニ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 20 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セフジニル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	溶出率
50mg	30 分	80%以上
100mg	45 分	75%以上

ドキシフルリジンカプセル Doxifluridine Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験第 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 0.45 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にドキシフルリジン(C₉H₁₁FN₂O₅)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。別にドキシフルリジン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.026g 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ドキシフルリジン(C₉H₁₁FN₂O₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : ドキシフルリジン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のドキシフルリジン(C₉H₁₁FN₂O₅)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100 mg	30 分	85% 以上
200 mg	30 分	85% 以上

ドキシフルリジン標準品 「ドキシフルリジン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ドキシフルリジン(C₉H₁₁FN₂O₅)99.0%以上を含むもの。

トラニラスト細粒 Tranilast Fine Granules

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$) 約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に pH5.5 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 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 100mL とし、試料溶液とする。別にトラニラスト標準品を 105 で 3 時間乾燥し、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)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 50mL とする。更にこの液 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 25mL 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 332nm 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。

トラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トラニラスト標準品の量(mg)

W_T : トラニラスト細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	30 分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.5 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.5 に調整する。

トラニラストカプセル

Tranilast 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 pH5.5 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 75 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)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 V' mL とし、試料溶液とする。別にトラニラスト標準品を 105 で 3 時間乾燥し、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)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 50mL とする。更にこの液 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 25mL 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 332nm 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。

トラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)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 : トラニラスト標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	60 分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.5 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.5 に調整する。

トラニラストドライシロップ Tranilast Dry Syrup

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$) 約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に pH5.5 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 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 100mL とし、試料溶液とする。別にトラニラスト標準品を 105 で 3 時間乾燥し、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)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 50mL とする。更にこの液 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 25mL 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 332nm 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。

トラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トラニラスト標準品の量(mg)

W_T : トラニラストドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のトラニラスト($C_{18}H_{17}NO_5$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg/g	60 分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 5.5 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH5.5 に調整する。

トリロスタン錠 Trilostane Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH8.0 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にトリロスタン($C_{20}H_{27}NO_3$)約 27 μ g を含む液となるように pH8.0 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 V' mL とし，試料溶液とする．別にトリロスタン標準品(別途「トリロスタン」と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.027g 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 5mL を正確に量り，pH8.0 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 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH8.0 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 281nm 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．

トリロスタン($C_{20}H_{27}NO_3$)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 : 脱水物に換算したトリロスタン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のトリロスタン($C_{20}H_{27}NO_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	120 分	70%以上

トリロスタン標準品 「トリロスタン」．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，トリロスタン($C_{20}H_{27}NO_3$)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，pH8.0 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え，pH8.0 に調整する．

ニトレンジピン錠 Nitrendipine Tablets

溶出試験 試験液として、5mg 錠にはポリソルベート 80 3g に水を加えて 5000 mL とした液を、10mg 錠にはポリソルベート 80 3g に水を加えて 2000mL とした液を用いる。本品 1 個をとり、試験液 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニトレンジピン (C₁₈H₂₀N₂O₆) 約 5.6 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別にニトレンジピン標準品を 105 で 2 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 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 25mL 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、それぞれの液のニトレンジピンのピーク面積 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。

ニトレンジピン(C₁₈H₂₀N₂O₆)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ニトレンジピン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のニトレンジピン(C₁₈H₂₀N₂O₆)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：356nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液(14 : 6 : 5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 9 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、ニトレンジピ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	45分	70%以上
10mg	45分	70%以上

ニトレンジピン標準品 $C_{18}H_{20}N_2O_6$: 360.36 1,4-ジヒドロ-2,6-ジメチル-4-(*m*-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸-エチルエステル, メチルエステルで, 下記の規格に適合するもの.

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である.

確認試験

- (1)本品のメタノール溶液(1 : 80000)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 234 ~ 239nm 及び 349 ~ 355nm に吸収の極大を示し, 波長 300 ~ 305nm に吸収の極小を示す.
- (2)本品を乾燥し, 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 3300cm^{-1} , 1700cm^{-1} , 1648cm^{-1} , 1532cm^{-1} , 1351cm^{-1} , 1215cm^{-1} 及び 701cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点 157 ~ 161

類縁物質 本品 0.040g をアセトニトリル 5mL に溶かし, 移動相を加えて 25mL とし, 試料溶液とする. この液 1mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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, 試料溶液のニトレンジピンのピークに対する相対保持時間約 0.8 及び約 1.3 のピーク面積は, 標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 倍より大きくなり, かつ試料溶液のニトレンジピン及び上記のピーク以外の各々のピーク面積は, 標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/5 倍より大きくない. また, 試料溶液のニトレンジピン以外の各々のピークの合計面積は, 標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/2 倍より大きくない.

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

カラム: 内径 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: 25 付近の一定温度

移動相: 水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液(14 : 6 : 5)

流量: ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する.

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からニトレンジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 25mL とする．この液 10 μ L から得たニトレンジピンのピーク面積が，標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01g 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3mg をアセトニトリル 5mL に溶かし，移動相を加えて 100mL とする．この液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，ニトレンジピンの順に溶出し，その分離度は 6 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニトレンジピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

乾燥減量 0.5% 以下(1g，105℃，2 時間)．

含量 99.0% 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，硫酸のエタノール(95)溶液(3：100)60mL に溶かし，水 50mL を加え，よくかき混ぜながら 0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム()液で滴定する(指示薬：1,10 - フェナントロリン試液 3 滴)．ただし，滴定の終点は液の赤だいたい色が消えるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム()液 1mL = 18.018mg $C_{18}H_{20}N_2O_6$

フェノプロフェンカルシウム錠 Fenopropfen Calcium 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0.45 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V_mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフェノプロフェン(C₁₅H₁₄O₃)約67 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV_cmLとし、試料溶液とする。別にフェノプロフェンカルシウム標準品(別途「フェノプロフェンカルシウム」と同様の方法で水分を測定しておく)約0.019g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25mL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。

フェノプロフェン(C₁₅H₁₄O₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 0.927$$

W_s : 脱水物に換算したフェノプロフェンカルシウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のフェノプロフェン(C₁₅H₁₄O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
200mg	30分	80%以上

*フェノプロフェンとして

フェノプロフェンカルシウム標準品 「フェノプロフェンカルシウム」。ただし定量するとき、換算した脱水物に対し、フェノプロフェンカルシウム(C₃₀H₂₆CaO₆)99.0%以上及びカルシウム(Ca)7.5~7.8%を含むもの。

フェンブフェン錠 Fenbufen Tablets

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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にフェンブフェン(C₁₆H₁₄O₃)約 6.7 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 V₀mL とし，試料溶液とする。別にフェンブフェン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.017g を精密に量り，メタノール 20mL に溶かした後，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 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 100mL 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 pH 6.8 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 285nm 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。

フェンブフェン(C₁₆H₁₄O₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : フェンブフェン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のフェンブフェン(C₁₆H₁₄O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	45 分	70% 以上
200mg	45 分	70% 以上

ブコロームカプセル Bucolome Capsules

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(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 中にブコローム(C₁₄H₂₂N₂O₃)約 13 μ g を含む液となるように pH9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に V₀mL とし、試料溶液とする。別にブコローム標準品(別途「ブコローム」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.027g を精密に量り、薄めた 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化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、pH9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化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 271nm 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。

ブコローム(C₁₄H₂₂N₂O₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : 乾燥物に換算したブコローム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のブコローム(C₁₄H₂₂N₂O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
300mg	120 分	70% 以上

ブコローム標準品 「ブコローム」.

フルフェナム酸アルミニウム錠 Flufenamic Acid Aluminium Tablets

溶出試験 試験液として、125mg 錠にはラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第1液溶液(3 200)を、250mg 錠にはラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第1液溶液(1 40)を用いる。本品1個をとり、試験液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。溶出試験を開始し、規定時間後、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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフルフェナム酸アルミニウム(C₄₂H₂₇AlF₉N₃O₆)約14μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にフルフェナム酸アルミニウム標準品を酸化リン()を乾燥剤として80℃で2時間減圧(0.67kPa以下)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290nm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。

フルフェナム酸アルミニウム(C₄₂H₂₇AlF₉N₃O₆)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : フルフェナム酸アルミニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のフルフェナム酸アルミニウム(C₄₂H₂₇AlF₉N₃O₆)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
125mg	90分	80%以上
250mg	90分	80%以上

フルフェナム酸アルミニウム標準品 「フルフェナム酸アルミニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナム酸(C₁₄H₁₀F₃NO₂)95.0～97.0%、アルミニウム(Al)3.0～3.4%を含むもの。

メシル酸ジメトチアジン錠 Dimetotiazine Mesilate Tablets

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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にメシル酸ジメトチアジン($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$)約 14 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 V' mL とし，試料溶液とする．別にメシル酸ジメトチアジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028 g 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 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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

メシル酸ジメトチアジン($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : メシル酸ジメトチアジン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメシル酸ジメトチアジン($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
24.9mg	45 分	80%以上

メシル酸ジメトチアジン標準品 「メシル酸ジメトチアジン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メシル酸ジメトチアジン($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$)99.0%以上を含むもの．