



医薬発第 0221005 号
平成 15 年 2 月 21 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二部及び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。

今回新たに収載された成分

・アミノエチルスルホン酸	— 1 規格 —
・アミノフィリン	— 1 規格 —
・アモキシシリン	— 6 規格 —
・アルプラゾラム	— 2 規格 —
・アンピロキシカム	— 2 規格 —
・エトスクシミド	— 1 規格 —
・エトトイン	— 2 規格 —
・塩酸ジルチアゼム	— 2 規格 —
・塩酸ツロブテロール	— 2 規格 —
・塩酸トリメトキノール	— 2 規格 —
・塩酸メトキシフェナミン	— 1 規格 —
・塩酸メトホルミン	— 2 規格 —
・オキサゾラム	— 5 規格 —
・クロキサゾラム	— 3 規格 —
・コリンテオフィリン	— 2 規格 —
・ジプロフィリン	— 1 規格 —
・スルチアム	— 2 規格 —
・セフィキシム	— 1 規格 —
・セフジニル	— 1 規格 —
・テオフィリン	— 2 規格 —
・テノキシカム	— 2 規格 —
・デノパミン	— 3 規格 —
・トフィソパム	— 2 規格 —
・トリメタジオン	— 1 規格 —
・ニコチン酸	— 2 規格 —
・ハロキサゾラム	— 3 規格 —
・パントテン酸カルシウム	— 1 規格 —
・プラゼパム	— 1 規格 —
・フルジアゼパム	— 2 規格 —
・プロキシフィリン	— 2 規格 —
・ベスナリノン	— 1 規格 —
・ベンズブロマロン	— 2 規格 —
・メキサゾラム	— 3 規格 —
・葉酸	— 1 規格 —
・硫酸オルシプレナリン	— 1 規格 —
・硫酸サルブタモール	— 3 規格 —
・硫酸テルブタリン	— 2 規格 —
・リン酸エストラムスチンナトリウム	— 1 規格 —

(別添)

アミノエチルスルホン酸散
Aminoethylsulfonic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従いアミノエチルスルホン酸($C_2H_7NO_3S$)約 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 0.45 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、水を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にアミノエチルスルホン酸標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 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 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2mL ずつを正確に量り、それぞれにニンヒドリン・塩化スズ(II)試液 4mL を正確に加え、振り混ぜた後、水浴中で 20 分間加熱し、直ちに 2 分間激しく振り混ぜる。冷後、それぞれに水/1-プロパノール混液(1:1)を加えて正確に 25mL とする。これらの液につき、水 2mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により 1 時間以内に試験を行い、波長 570nm 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。

アミノエチルスルホン酸($C_2H_7NO_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アミノエチルスルホン酸標準品の量(mg)

W_T : アミノエチルスルホン酸散の秤取量(g)

C : 1g 中のアミノエチルスルホン酸($C_2H_7NO_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
980mg/g	15 分	85%以上

アミノエチルスルホン酸標準品 $C_2H_7NO_3S$:125.15 2-アミノエタンスルホン酸で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は無色又は白色の結晶、若しくは白色の結晶性の粉末である。

確認試験 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 3210 cm^{-1} 、1616 cm^{-1} 、1304 cm^{-1} 、1037 cm^{-1} 及び 847 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.1g を水 2mL 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 200mL 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 2 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール (99.5) / 水混液 (63 : 37) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンの 1-ブタノール溶液 (3 \rightarrow 1000) を均等に噴霧した後、100 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、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。

乾燥減量 0.20% 以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

含量 99.0% 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、水 50mL に溶かし、ホルムアルデヒド液 5mL を加え、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。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 = 12.515mg C₂H₇NO₃S

アミノフィリン錠 Aminophylline 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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中にアミノフィリン二水和物($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$;456.46)約 $11\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ 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 0.022g 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 271nm 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アミノフィリン二水和物($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.267$$

W_s : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のアミノフィリン二水和物($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg	5分	40%以下
	30分	85%以上

*アミノフィリン二水和物として

アモキシシリン細粒 Amoxicillin Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いアモキシシリン約 0.25g(力価)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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にアモキシシリン標準品約 0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、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 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 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。

アモキシシリンの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アモキシシリン標準品の量[mg(力価)]

W_T : アモキシシリン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のアモキシシリンの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物 1.361g を水 750mL に溶かし、酢酸(31)を加え、pH4.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 950mL にメタノール 50mL を加える。

流量 : アモキシシリンの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アモキシシ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 2500 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、アモキシシリ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
100mg(力価)/g	15分	85%以上
200mg(力価)/g	15分	85%以上

アモキシシリン錠 Amoxicillin 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中にアモキシシリン約56 μ g(力価)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。別にアモキシシリン標準品約0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、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25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 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。

アモキシシリン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 : アモキシシリン標準品の量[mg(力価)]

C : 1錠中のアモキシシリンの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物1.361gを水750mLに溶かし、酢酸(31)を加え、pH4.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液950mLにメタノール50mLを加える。

流量 : アモキシシリンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アモキシシ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2500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、アモキシシリ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
50mg(力価)	15分	85%以上
250mg(力価)	45分	75%以上

アモキシシリンカプセル Amoxicillin 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0.45 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中にアモキシシリン約56 μ g(力価)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。別にアモキシシリン標準品約0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、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25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 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。

アモキシシリン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 : アモキシシリン標準品の量[mg(力価)]

C : 1カプセル中のアモキシシリンの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物1.361gを水750mLに溶かし、酢酸(31)を加え、pH4.5に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液950mLにメタノール50mLを加える。

流量 : アモキシシリンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アモキシシ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2500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、アモキシシリ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
125mg(力価)	60分	80%以上
250mg(力価)	60分	75%以上

アルプラゾラム錠 Alprazolam 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中にアルプラゾラム(C₁₇H₁₃ClN₄)約0.44 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。別にアルプラゾラム標準品を60 $^{\circ}$ Cで4時間減圧(0.67kPa以下)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5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液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、それぞれの液のアルプラゾラムのピーク面積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。

アルプラゾラム(C₁₇H₁₃ClN₄)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アルプラゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のアルプラゾラム(C₁₇H₁₃ClN₄)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 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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : アルプラゾラムの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アルプラ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、アルプラゾラ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
0.4mg	45 分	85%以上
0.8mg	45 分	85%以上

アンピロキシカムカプセル Ampiroxicam Capsules

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(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 以下のメンブレ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 中にアンピロキシカム($C_{20}H_{21}N_3O_7S$)約 15 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。別にアンピロキシカム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、アセトニトリル 5mL に溶かした後、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 100mL 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 320nm 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。

アンピロキシカム($C_{20}H_{21}N_3O_7S$)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 : アンピロキシカム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のアンピロキシカム($C_{20}H_{21}N_3O_7S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
13.5mg	30 分	70%以上
27mg	30 分	70%以上

アンピロキシカム標準品 $C_{20}H_{21}N_3O_7S$:447.46 (±)-4-[1-(エトキシカルボニルオキシ)エトキシ]-2-メチル-N-2-ピリジル-2H-1,2-ベンゾチアジン-3-カルボキサミド 1,1-ジオキソドで、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 アンピロキシカムをアセトン/水混液(2:1)で 3 回再結晶し、得られた結晶を乾燥する。

性状 白色～帯黄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ペースト法により測定するとき、波数 3380 cm^{-1} 、1755 cm^{-1} 、1673 cm^{-1} 、1526 cm^{-1} 、1350 cm^{-1} 、1277 cm^{-1} 及び

1260cm⁻¹付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.050g をアセトニトリルに溶かし、正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にデヒドロピロキシカム 0.010g をアセトニトリルに溶かし、正確に 50mL とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 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。それぞれの液のデヒドロピロキシカムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S 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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(3 \rightarrow 500)/メタノール/アセトニトリル混液(5 : 3 : 2)

流量：アンピロキシカムの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からアンピロキシカムの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20mL とする。この液 10 μ L から得たデヒドロピロキシカムのピーク面積が、標準溶液のデヒドロピロキシカムのピーク面積の 18~33% になることを確認する。

システムの性能：本品及びデヒドロピロキシカム 5mg ずつをアセトニトリル 50mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デヒドロピロキシカム、アンピロキシカムの順に溶出し、その分離度は 2.0 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、デヒドロピロキシカム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 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、酢酸(100)50mL に溶かし、0.1mol/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い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 44.75mg C₂₀H₂₁N₃O₇S

デヒドロピロキシカム C₁₅H₁₁N₃O₃S 6-メチル-6H-7-オキソ-ピリド[1',2'-3,2]ピリミド[5,4-C]1,2-ベンゾチアジン 5,5-ジオキシド

製法 アンピロキシカムに2-ブタノンを加え、還流した後、冷却する。析出した結晶をろ取し、2-ブタノンで洗浄した後、乾燥する。

性状 白色～黄褐色の粉末である。

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL 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 10 μ L 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。次にアセトニトリル/ジクロロメタン/ギ酸混液(16:3:1)を展開溶媒として約 10cm 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。

エトスクシミド散 Ethosuximide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いエトスクシミド($C_7H_{11}NO_2$)約 0.25g 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。別にエトスクシミド標準品(別途本品 2g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)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、それぞれの液のエトスクシミドのピーク面積 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。

エトスクシミド($C_7H_{11}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 脱水物に換算したエトスクシミド標準品の量(mg)

W_T : エトスクシミド散の秤取量(g)

C : 1g 中のエトスクシミド($C_7H_{11}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 244nm)

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 $^{\circ}$ C 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 7.80g を水 900mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 400mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量 : エトスクシミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エトスクシ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 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、エトスクシミド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
500mg/g	15分	85%以上

エトスクシミド標準品 エトスクシミド(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、エトスクシミド($C_7H_{11}NO_2$)99.0%以上を含むもの。

エトトイン散 Ethotoin Powder

溶出試験 本品の表示量に従いエトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)約0.25g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。別にエトトイン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、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 257nm 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。

エトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : エトトイン標準品の量(mg)

W_T : エトトイン散の秤取量(g)

C : 1g 中のエトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	30 分	80%以上

エトトイン標準品 「エトトイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、エトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

エトトイン錠 Ethotoin 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 中にエトトイン ($C_{11}H_{12}N_2O_2$) 約 280 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。別にエトトイン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、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 257nm 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。

エトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : エトトイン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のエトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45 分	75%以上

エトトイン標準品 「エトトイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、エトトイン($C_{11}H_{12}N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

塩酸ジルチアゼム徐放カプセル

Diltiazem Hydrochloride Extended-release 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を正確にとり、直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加熱した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸ジルチアゼム($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$)約 $22\mu\text{g}$ を含む液となるように移動相を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約 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、移動相を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のジルチアゼムのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : 塩酸ジルチアゼム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の塩酸ジルチアゼム($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

カラム : 内径 4.6mm 、長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.8g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、 $\text{pH}3.0$ に調整する。この液 650mL にアセトニトリル 350mL 及び1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1g を加える。

流量 : ジルチアゼムの保持時間が約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 : 塩酸ジルチアゼム 0.01g 及び d -3-ヒドロキシ-*cis*-2,3-ジヒドロ-5-[2-(ジメチルアミノ)エチル]-2-(*p*-メトキシフェニル)-1,5-ベンゾチアゼピン-4(5*H*)-オン塩酸塩(以下、脱アセチル体という) 0.01g を水に溶かし、

100mLとする。この液 5mL に移動相を加えて 25mL とする。この液 20 μ L に
つき、上記の条件で操作するとき、脱アセチル体、ジルチアゼムの順に溶
出し、その分離度は 4 以上である。

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、ジルチアゼム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
100mg	2 時間	5~30%
	6 時間	25~55%
	24 時間	85%以上
200mg	2 時間	5~30%
	6 時間	25~55%
	24 時間	85%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($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸ツロブテロール錠 Tulobuterol 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中に塩酸ツロブテロール(C₁₂H₁₈ClNO \cdot HCl)約1.1 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。別に塩酸ツロブテロール標準品を60 $^{\circ}$ Cで4時間減圧乾燥し、その約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100mL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、それぞれの液のツロブテロールのピーク面積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。

塩酸ツロブテロール(C₁₂H₁₈ClNO \cdot HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : 塩酸ツロブテロール標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ツロブテロール(C₁₂H₁₈ClNO \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 : 211nm)

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 $^{\circ}$ C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3gを水900mLに溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 150)5mLを加える。この液650mLにアセトニトリル350mLを加える。

流量 : ツロブテロールの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ツロブ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3000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、ツロブ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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	30分	85%以上

塩酸ツロブテロール標準品 塩酸ツロブテロール(日局)。ただし、乾燥したものを
定量するとき、塩酸ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸ツロブテロールドライシロップ Tulobuterol Hydrochloride Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)約 1mg 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。別に塩酸ツロブテロール標準品を 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 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 100mL 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 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、それぞれの液のツロブテロールのピーク面積 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。

塩酸ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ツロブテロール標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ツロブテロールドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 211nm)

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°C 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 3g を水 900mL に溶かし、薄めたリン酸(1→150)5mL を加える。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量 : ツロブテロールの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ツロブ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 3000 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、ツロブ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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg/g	15分	85%以上

塩酸ツロブテロール標準品 塩酸ツロブテロール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ツロブテロール($C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸トリメトキノール散 Trimetoquinol Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸トリメトキノール($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$)約 3mg 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 5mL を正確に量り、移動相 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品(別途 105 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、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 100 mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、移動相 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のトリメトキノールのピーク面積 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。

塩酸トリメトキノール($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 1.047$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸トリメトキノール標準品の量(mg)

W_T : 塩酸トリメトキノール散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸トリメトキノール($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 1g を pH2.5 のリン酸塩緩衝液 1000mL に溶かした液 700mL にメタノール 300mL を加える。

流量 : トリメトキノールの保持時間が約 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、トリメトキ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 2000 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、トリメトキノール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	15分	85%以上

リン酸塩緩衝液, pH2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56g を水 1000mL に溶かした液に, 薄めたリン酸(1→10)を加え, pH2.5 に調整する。

塩酸トリメトキノール錠 Trimetoquinol 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中に塩酸トリメトキノール(C₁₉H₂₃NO₅·HCl·H₂O)約3.3 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。このろ液5mLを正確に量り、移動相5mLを正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品(別途105°Cで4時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく)約0.017gを精密に量り、水に溶かし、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100 mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、移動相5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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、それぞれの液のトリメトキノールのピーク面積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。

塩酸トリメトキノール(C₁₉H₂₃NO₅·HCl·H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 1.047$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸トリメトキノール標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸トリメトキノール(C₁₉H₂₃NO₅·HCl·H₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

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°C付近の一定温度

移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム1gをpH2.5のリン酸塩緩衝液1000mLに溶かした液700mLにメタノール300mLを加える。

流量 : トリメトキノールの保持時間が約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、トリメトキ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2000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、トリメトキノール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
3mg	45分	80%以上

リン酸塩緩衝液, pH2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56g を水 1000mL に溶かした液に, 薄めたリン酸(1→10)を加え, pH2.5 に調整する.

塩酸メトキシフェナミン錠 Methoxyphenamine 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中に塩酸メトキシフェナミン(C₁₁H₁₇NO·HCl)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。別に塩酸メトキシフェナミ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0.028g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278nm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。

塩酸メトキシフェナミン(C₁₁H₁₇NO·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メトキシフェナミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸メトキシフェナミン(C₁₁H₁₇NO·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	85%以上

塩酸メトキシフェナミン標準品 「塩酸メトキシフェナミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸メトキシフェナミン(C₁₁H₁₇NO·HCl)99.0%以上を含むもの。

塩酸メトホルミン錠 Metformin Hydrochloride Tablets

溶出試験 a 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 中に塩酸メトホルミン ($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$) 約 5.6 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。別に塩酸メトホルミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、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 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 233nm 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 a を満たすときは適合とする。

塩酸メトホルミン($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メトホルミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸メトホルミン($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格 a

表示量	規定時間	溶出率
250mg	120 分	85%以上

溶出試験 b 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 中に塩酸メトホルミン ($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$) 約 5.6 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。別に塩酸メトホルミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、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 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 233nm 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 b を満たすときは適合とする。

塩酸メトホルミン($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メトホルミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸メトホルミン($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格 b

表示量	規定時間	溶出率
250mg	15分	80%以上

塩酸メトホルミン標準品 「塩酸メトホルミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸メトホルミン($C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

オキサゾラム散 Oxazolam Powder

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) 約 0.02g に対応する量を精密に量り、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 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、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL 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 とする。更にこの液 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : オキサゾラム標準品の量 (mg)

W_T : オキサゾラム散の秤取量 (g)

C : 1g 中のオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) 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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液 (700 : 300 : 1)

流量 : オキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキ

サゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離度は 8 以上であり、オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 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。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(n)}+A_{2(n)}/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

オキサゾラム細粒 Oxazolam 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オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)約 0.02g に対応する量を精密に量り、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 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、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL 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 とする。更にこの液 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : オキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : オキサゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のオキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : オキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキ

サゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離度は 8 以上であり、オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 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。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	45 分	80%以上

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

オキサゾラム錠 Oxazolam 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 中にオキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)約 1.1 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。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL 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 とする。更にこの液 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : オキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のオキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量：オキサゾラムの保持時間が約 3 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：試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキサゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離

度は 8 以上であり、オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 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。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75%以上
10mg	30 分	70%以上
20mg	60 分	85%以上

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

クロキサゾラム散 Cloxazolam Powder

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いクロキサゾラム ($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)約 2mg に対応する量を精密に量り、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、次のろ液を試料溶液とする。別にクロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリル 25mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のクロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : クロキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : クロキサゾラム散の秤取量(g)

C : 1g 中のクロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : クロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロキサゾラムとクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物の分離度は 15 以上であり、クロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は

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。それぞれのクロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し， $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき，その相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	45 分	75%以上

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム(日局)。

クロキサゾラム錠 Cloxazolam 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 中にクロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)約 1.1 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。別にクロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリル 50mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL 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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のクロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : クロキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のクロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)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 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : クロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロキサゾラムとクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物の分離度は 15 以上であり、クロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は

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。それぞれのクロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき、その相対標準偏差は1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	45分	80%以上
2mg	45分	80%以上

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム(日局).

コリンテオフィリン散 Choline Theophylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いコリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)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 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL 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 0.018g 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 とする。更にこの液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 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。

コリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.573$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

W_T : コリンテオフィリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のコリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	15 分	85%以上

コリンテオフィリン錠 Choline Theophylline 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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い1mL中にコリンテオフィリン($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$)約0.11mgを含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とする。この液5mLを正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に50mL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0.018g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とする。更にこの液5mLを正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、 0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長271nm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コリンテオフィリン($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.573$$

W_s : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のコリンテオフィリン($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	5分	55%以下
	90分	75%以上

ジプロフィリン散 Diprophylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)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 0.45 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、水を加えて正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にジプロフィリン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 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 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 273nm 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。

ジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)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 : ジプロフィリン標準品の量(mg)

W_T : ジプロフィリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

スルチアム錠 Sultiame 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中にスルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)約17 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。別にスルチアム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.017g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、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244nm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。

スルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)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 : スルチアム標準品の量(mg)

C : 1錠中のスルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	45分	70%以上
200mg	45分	70%以上

スルチアム標準品 スルチアム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、スルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)99.0%以上を含むもの。

セフィキシム細粒 Cefixime Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフィキシム約 0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、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、次のろ液を試料溶液とする。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、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 50mL 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(%)

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

W_s : セフィキシム標準品の量 [mg(力価)]

W_T : セフィキシム細粒の秤取量(g)

C : 1g 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 薄めたテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液(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(力価)/g	30分	75%以上

セフジニル細粒 Cefdinir Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフジニル約 0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、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、次のろ液を試料溶液とする。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 50mL 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(%)

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

W_S : セフジニル標準品の量 [mg(力価)]

W_T : セフジニル細粒の秤取量(g)

C : 1g 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 $^{\circ}$ C 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
100mg(力価)/g	30分	75%以上

テオフィリン徐放錠(2) Theophylline Extended-release Tablets(2)

溶出試験 a 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.8\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にテオフィリン($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$)約 $11\mu\text{g}$ 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 $V'\text{mL}$ 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 0.028g 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 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 271nm 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 a 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 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

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)

溶出規格 a

表示量	規定時間	溶出率
50mg	2 時間	15~45%
	4 時間	35~65%
	8 時間	70%以上

溶出試験 b 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.8\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にテオフィリン($\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$)約 $11\mu\text{g}$ 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 $V'\text{mL}$ とし、試料

溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.028g 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 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 271nm 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 b 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テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

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($C_7H_8N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格 b

表示量	規定時間	溶出率
50mg	1 時間	15~45%
	3 時間	35~65%
	12 時間	80%以上

テノキシカム錠 Tenoxicam 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 以下のメンブレ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 中にテノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)約 11 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。別にテノキシカム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 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 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 368nm 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。

テノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)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 : テノキシカム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80%以上
20mg	45 分	80%以上

テノキシカム標準品 「テノキシカム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、テノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)99.0%以上を含むもの。

デノパミン細粒 Denopamine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いデノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)約 0.01g 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 $0.5\mu m$ 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。別にデノパミン標準品を $105^{\circ}C$ で 3 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、 $0.1mol/L$ 塩酸試液 20mL 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 224nm 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。

デノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)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 : デノパミン標準品の量(mg)

W_T : デノパミン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のデノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg/g	120 分	75%以上

デノパミン標準品 「デノパミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、デノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)99.0%以上を含むもの。

デノパミン錠 Denopamine 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中にデノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)約5.6 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。別にデノパミン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かした後、水を加えて正確に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224nm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。

デノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)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 : デノパミン標準品の量(mg)

C : 1錠中のデノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30分	80%以上
10mg	30分	80%以上

デノパミン標準品 「デノパミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、デノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)99.0%以上を含むもの。

トフィソパム細粒 Tofisopam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)約0.05gに対応する量を精密に量り、試験液に pH3.0 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 4mL を正確に量り、pH7.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別にトフィソパム標準品をシリカゲルを乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥し、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 4mL を正確に量り、pH7.0 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、pH7.0 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 308nm 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。

トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)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 : トフィソパム標準品の量(mg)

W_T : トフィソパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	60分	75%以上

トフィソパム標準品 トフィソパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)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, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶して 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.0 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、pH7.0 に調整する。

トフィソパム錠 Tofisopam Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH3.0 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 中にトフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)約 11 μ g を含む液となるように pH7.0 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。別にトフィソパム標準品をシリカゲルを乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で3時間減圧乾燥し、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 4mL を正確に量り、pH7.0 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、pH7.0 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 308nm 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。

トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)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 : トフィソパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のトフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	120分	75%以上

トフィソパム標準品 トフィソパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トフィソパム($C_{22}H_{26}N_2O_4$)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, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶して 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.0 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、pH7.0 に調整する。

トリメタジオン散

Trimethadione Powder

溶出試験 本品の表示量に従いトリメタジオン($C_6H_9NO_3$)約0.33g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。別にトリメタジオン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 6 時間乾燥し、その約 0.018g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 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、それぞれの液のトリメタジオンのピーク面積 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。

トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トリメタジオン標準品の量(mg)

W_T : トリメタジオン散の秤取量(g)

C : 1g 中のトリメタジオン($C_6H_9NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58g を水 900mL に溶かし、リン酸を加え、pH3.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 200mL にメタノール 100mL を加える。

流量 : トリメタジオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トリメタジオ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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トリメタジオ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
667mg/g	15分	85%以上

トリメタジオン標準品 トリメタジオン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)99.0%以上を含むもの.

ニコチン酸散 Nicotinic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従いニコチン酸($C_6H_5NO_2$)約0.05g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 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸を 105 $^{\circ}$ C 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、pH3.0 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 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 262nm 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。

ニコチン酸($C_6H_5NO_2$)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 : 定量用ニコチン酸の量(mg)

W_T : ニコチン酸散の秤取量(g)

C : 1g 中のニコチン酸($C_6H_5NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	75%以上

ニコチン酸, 定量用 ニコチン酸(日局).

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

ニコチン酸錠 Nicotinic Acid 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中にニコチン酸(C₆H₅NO₂)約56 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。この液4mLを正確に量り、pH3.0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20mLとし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸を105 $^{\circ}$ C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5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとする。更にこの液4mLを正確に量り、pH3.0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262nm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。

ニコチン酸(C₆H₅NO₂)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 : 定量用ニコチン酸の量(mg)

C : 1錠中のニコチン酸(C₆H₅NO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30分	80%以上

ニコチン酸、定量用 ニコチン酸(日局)。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液に、0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0に調整する。

ハロキサゾラム細粒 Haloxazolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)約 0.01g に対応する量を精密に量り、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、移動相を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にハロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 4mL 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 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、それぞれの液のハロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 のピーク面積 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。

ハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : ハロキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : ハロキサゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)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 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : ハロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラムとハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物の分離度は 10 以上であり、ハロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は

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。それぞれのハロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し， $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき，その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	90 分	80%以上

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム(日局).

ハロキサゾラム錠 Haloxazolam 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中にハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)約0.56 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、試料溶液とする。別にハロキサゾラム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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4mL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、それぞれの液のハロキサゾラムのピーク面積A_{T1}及びA_{S1}並びにハロキサゾラムに対する相対保持時間約2.5のピーク面積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。

ハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : ハロキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)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 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : ハロキサゾラムの保持時間が約3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 : 試料溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラムとハロキサゾラムに対する相対保持時間約2.5の分解生成物の分離度は10以上であり、ハロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は

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。それぞれのハロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し， $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき，その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

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

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム(日局).

パントテン酸カルシウム散 Calcium Pantothenate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)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 0.45 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。別にパントテン酸カルシウム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.028g 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 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、それぞれの液のパントテン酸のピーク面積 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。

パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)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 : パントテン酸カルシウム標準品の量(mg)

W_T : パントテン酸カルシウム散の秤取量(g)

C : 1g 中のパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

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：35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36g を水に溶かして 1000mL とした液に、薄めたリン酸(1 \rightarrow 100)を加え、pH3.5 に調整する。この液 900mL にメタノール 100mL を加える。

流量：パントテン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パントテン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 5000 段以上、1.5 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、パントテン酸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
100mg/g	15分	80%以上

パントテン酸カルシウム標準品 パントテン酸カルシウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、窒素(N:14.01)5.83~5.94%を含むもの。

プラゼパム細粒 Prazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いプラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)約 0.01g に対応する量を精密に量り、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(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)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 0.45μm 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、崩壊試験法の第 1 液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプラゼパム標準品を 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 200mL 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 100mL 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 240nm 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。

プラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)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 : プラゼパム標準品の量(mg)

W_T : プラゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のプラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	80%以上

プラゼパム標準品 プラゼパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)99.0 %以上を含むもの。

フルジアゼパム細粒 Fludiazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)約0.25mg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0.45μm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、次のろ液を試料溶液とする。別にフルジアゼパム標準品を60℃で3時間減圧乾燥し、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、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、それぞれの液のフルジアゼパムのピーク面積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。

フルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)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：フルジアゼパム標準品の量(mg)

W_T：フルジアゼパム細粒の秤取量(g)

C：1g中のフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：232nm)

カラム：内径3.9mm、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：25℃付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(1：1)

流量：フルジアゼパムの保持時間が約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50μLにつき、上記の条件で操作するとき、フルジアゼパ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、フルジアゼパ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
1mg/g	15分	85%以上

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム(日局).

フルジアゼパム錠 Fludiazepam 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 中にフルジアゼパム ($C_{16}H_{12}ClFN_2O$) 約 0.28 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。別にフルジアゼパム標準品を 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、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、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 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、それぞれの液のフルジアゼパムのピーク面積 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。

フルジアゼパム ($C_{16}H_{12}ClFN_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : フルジアゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルジアゼパム ($C_{16}H_{12}ClFN_2O$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 232nm)

カラム : 内径 3.9mm, 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量 : フルジアゼパムの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルジアゼパ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、フルジアゼパ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
0.25mg	15分	80%以上

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム(日局).

プロキシフィリン散 Proxyphylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いプロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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 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。別にプロキシフィリン標準品を 105°C で 4 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につき、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : プロキシフィリン標準品の量(mg)

W_T : プロキシフィリン散の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

プロキシフィリン標準品 「プロキシフィリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)99.0%以上を含むもの。

プロキシフィリン錠 Proxyphylline 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中にプロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)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。別にプロキシフィリン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4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につき、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

プロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : プロキシフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のプロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	15分	85%以上

プロキシフィリン標準品 「プロキシフィリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)99.0%以上を含むもの。

ベスナリノン錠 Vesnarinone 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中にベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)約6.7 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。別にベスナリノン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.034gを精密に量り、崩壊試験法の第1液に溶かし、正確に200mL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253nm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。

ベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)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 : ベスナリノン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	15分	80%以上

ベスナリノン標準品 C₂₂H₂₅N₃O₄:395.45 3,4-ジヒドロ-6-[4-(3,4-ジメトキシベンゾイル)-1-ピペラジニル]-2(1H)-キノリノンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は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→125000)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269～273nmに吸収の極大を示し、波長235～239nm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1664cm⁻¹、1638cm⁻¹、1513cm⁻¹、1257cm⁻¹、1227cm⁻¹及び1024cm⁻¹付近に吸収を認める。

融点 238～240 $^{\circ}$ C

類縁物質 本品0.06gをジメチルスルホキシド10mLに溶かした後、メタノール

を加えて100mLとし、試料溶液とする。試料溶液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。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、主ピーク以外のピークの量はそれぞれ0.1%以下であり、それらの合計は0.5%以下である。

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：リン酸1.21g及び無水リン酸水素二ナトリウム0.64gを水3000mLに溶かし、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液2190mLにアセトニトリル810mLを加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約10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ベスナリノンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとする。この液10 μ Lから得たベスナリノンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のベスナリノンのピーク面積の3~7%になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル0.03gをメタノール100mLに溶かす。この液1mL及び試料溶液1mLにメタノールを加えて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、ベスナリノン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は3以上であり、ベスナリノンの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ10000段以上、1.0~1.2である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ベスナリノ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 0.2%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 3時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、酢酸(100)30mL及び無水酢酸70mLに溶かし、0.1mol/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い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=39.545mgC₂₂H₂₅N₃O₄

ベンズブロマロン錠 Benzbromarone 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 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 30mL 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 中にベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)約 11.1 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。別にベンズブロマロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 50 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.056g を精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 20mL 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 100mL とする。更にこの液 4mL 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 357nm 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。

ベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ベンズブロマロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	45分	70%以上
50mg	45分	70%以上

ベンズブロマロン標準品 ベンズブロマロン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)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。

メキサゾラム細粒

Mexazolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いメキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)約1mg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。別にメキサゾラム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mL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100mL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30 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、それぞれの液のメキサゾラムのピーク面積 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。

メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : メキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : メキサゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g中のメキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : メキサゾラムの保持時間が約3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30 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メキサ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500段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液30 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メキサゾラ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
1mg/g	30分	75%以上

メキサゾラム標準品 「メキサゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

メキサゾラム錠 Mexazolam 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中にメキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)約0.56 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。別にメキサゾラム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mL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100mLとする。更にこの液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30 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、それぞれの液のメキサゾラムのピーク面積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。

メキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : メキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のメキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)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°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : メキサゾラムの保持時間が約3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30 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メキサ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500段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液30 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メキサゾラ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
0.5mg	30分	70%以上
1mg	30分	75%以上

メキサゾラム標準品 「メキサゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

葉酸散

Folic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従い葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)約 5mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH5.0 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、次のろ液を試料溶液とする。別に葉酸標準品(別途葉酸(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 2mL に溶かした後、pH5.0 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 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH5.0 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、pH5.0 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 280nm 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。

葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 脱水物に換算した葉酸標準品の量(mg)

W_T : 葉酸散の秤取量(g)

C : 1g 中の葉酸($C_{19}H_{19}N_7O_6$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	90 分	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.0 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、pH5.0 に調整する。

硫酸オルシプレナリン錠 Orciprenaline Sulfate 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中に硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]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。別に硫酸オルシプレナリン標準品(別途硫酸オルシプレナリン(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、それぞれの液のオルシプレナリンのピーク面積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。

硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]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 : 乾燥物に換算した硫酸オルシプレナリン標準品の量(mg)

C : 1錠中の硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]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 $^{\circ}$ C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2.0gを水600mL及びメタノール400mLに溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)を加え、pH3.0に調整する。

流量 : オルシプレナリンの保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オルシプレナ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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オルシプレナ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	60分	75%以上

硫酸オルシプレナリン標準品 硫酸オルシプレナリン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 硫酸オルシプレナリン $[(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

硫酸サルブタモール錠 Salbutamol Sulfate 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中にサルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)約2.2 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。別に硫酸サルブタモール標準品を100°Cで3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約0.027g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200mL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、それぞれの液のサルブタモールのピーク面積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。

サルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9 \times 0.830$$

W_s : 硫酸サルブタモール標準品の量(mg)

C : 1錠中のサルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)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°C付近の一定温度

移動相 : 酢酸アンモニウム溶液(154→10000)に酢酸(100)を加えてpH5.0に調整した液1000mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量 : サルブタモールの保持時間が約3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、サルブタモ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2500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、サルブタモール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
2mg	15分	85%以上

*サルブタモールとして

硫酸サルブタモール標準品 硫酸サルブタモール(日局)。ただし、乾燥したものを
定量するとき、硫酸サルブタモール $[(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの。

硫酸サルブタモールドライシロップ Salbutamol Sulfate Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いサルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)約 2mg 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 $0.45\mu\text{m}$ 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、次のろ液を試料溶液とする。別に硫酸サルブタモール標準品を 100°C で 3 時間減圧 (0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.027g 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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のサルブタモールのピーク面積 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。

サルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9 \times 0.830$$

W_S : 硫酸サルブタモール標準品の量(mg)

W_T : 硫酸サルブタモールドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のサルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)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 のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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°C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液(154→10000)に酢酸(100)を加えて pH5.0 に調整した液 1000mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量：サルブタモールの保持時間が約 3 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 $100\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、サルブタモ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 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $100\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、サルブタモール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
2mg/g	15分	85%以上
2.4mg/g	15分	85%以上

*サルブタモールとして

硫酸サルブタモール標準品 硫酸サルブタモール(日局)。ただし、乾燥したものを
定量するとき、硫酸サルブタモール $[(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの。

硫酸テルブタリン細粒 Terbutaline Sulfate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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 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。別に硫酸テルブタリン標準品(別途本品 1g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により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 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、それぞれの液のテルブタリンのピーク面積 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。

硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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 : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量(mg)

W_T : 硫酸テルブタリン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 280nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 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 : 40°C 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溶液(1→75)/メタノール/テトラヒドロフラン混液(75 : 14 : 11)

流量 : テルブタリンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テルブタ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、1.5 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、テルブタ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/g	15分	85%以上

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの。

硫酸テルブタリン錠 Terbutaline Sulfate 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中に硫酸テルブタリン[(C₁₂H₁₉NO₃)₂·H₂SO₄]約2.2 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。別に硫酸テルブタリン標準品(別途本品1gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により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100mL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 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、それぞれの液のテルブタリンのピーク面積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。

硫酸テルブタリン[(C₁₂H₁₉NO₃)₂·H₂SO₄]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 : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量(mg)

C : 1錠中の硫酸テルブタリン[(C₁₂H₁₉NO₃)₂·H₂SO₄]の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 280nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に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 : 40 $^{\circ}$ C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溶液(1 \rightarrow 75)/メタノール/テトラヒドロフラン混液(75 : 14 : 11)

流量 : テルブタリンの保持時間が約4分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、テルブタ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、1.5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、テルブタ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
2mg	30分	85%以上

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

リン酸エストラムスチンナトリウムカプセル

Estramustine Phosphate Sodium 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中にリン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)約170 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。別にリン酸エストラムスチンナトリウム標準品(別途本品0.2gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定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、それぞれの液のリン酸エストラムスチンのピーク面積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。

リン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 1.032$$

W_s : 脱水物に換算したリン酸エストラムスチンナトリウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のリン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)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 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°C付近の一定温度

移動相 : 0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液に0.01mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH6.0に調整する。この液400mLにメタノール600mLを加える。

流量 : リン酸エストラムスチンの保持時間が約12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、リン酸エストラムスチ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 10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リン酸エストラムスチ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
156.7mg	15分	85%以上

リン酸エストラムスチンナトリウム標準品 $C_{23}H_{30}Cl_2NNa_2O_6P \cdot H_2O$: 582.36
1,3,5(10) estratriene-3,17 β -diol 3-[bis(2-chloroethyl)carbamate]17-disodium phosphate hydrate 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 リン酸エストラムスチンナトリウム 1.0g に2-メトキシエタノール 10mL を加え、室温で攪拌して溶かし、水 3mL を徐々に滴加した後氷冷する。析出した結晶をろ取り、少量の2-メトキシエタノールで洗った後、40 $^{\circ}$ Cで減圧乾燥する。

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 2920 cm^{-1} , 1713 cm^{-1} , 1467 cm^{-1} , 1412 cm^{-1} , 1231 cm^{-1} , 1078 cm^{-1} 及び 984 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.010g を移動相に溶かし、正確に 10mL とし、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 200mL 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、試料溶液のリン酸エストラムスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリン酸エストラムスチ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 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：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.02mol/L リン酸二水素カリウム試液に 0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH6.0 に調整する。この液 450mL にメタノール 550mL を加える。

流量：リン酸エストラムスチンの保持時間が約 18 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リン酸エストラムスチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とする．この液 10 μ L から得たリン酸エストラムスチンのピーク面積が標準溶液のリン酸エストラムスチンのピーク面積の 10～30%になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01g を移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1 \rightarrow 4000)1mL を加えた後，移動相を加えて 25mL とする．この液 10 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，リン酸エストラムスチンの順に溶出し，その分離度は 7 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，リン酸エストラムスチンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である．

水分 3.0～5.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

含量 99.0%以上(脱水物換算)． 定量法 本品約 0.5g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 28.217mg $C_{23}H_{30}Cl_2NNa_2O_6P$