

医薬発第0624005号  
平成15年6月24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。

## 今回収載された成分及び規格

・イブジラスト徐放カプセル	－ 1 規格－
・塩酸アゼラスチン錠	－ 2 規格－
・塩酸チザニジン錠	－ 1 規格－
・塩酸チザニジン顆粒	－ 1 規格－
・塩酸トルペリゾン錠	－ 2 規格－
・塩酸トルペリゾン顆粒	－ 1 規格－
・塩酸ピペリドレート錠	－ 1 規格－
・塩酸ピリドキシシロップ	－ 2 規格－
・塩酸ピリドキシシロップ錠	－ 1 規格－
・塩酸プロカテロールドライシロップ	－ 1 規格－
・塩酸プロカテロール錠	－ 2 規格－
・塩酸プロカテロール顆粒	－ 1 規格－
・塩酸プロピペリン錠	－ 2 規格－
・塩酸メクロフェノキサート錠	－ 1 規格－
・カルバマゼピン細粒	－ 1 規格－
・カルバマゼピン錠	－ 2 規格－
・ガンマーアミノ酪酸錠	－ 1 規格－
・サイクロセリンカプセル	－ 1 規格－
・酢酸メドロキシプロゲステロン錠	－ 3 規格－
・ジクロフェナクナトリウムカプセル	－ 1 規格－
・ジクロフェナクナトリウム徐放カプセル	－ 1 規格－
・ジクロフェナクナトリウム徐放錠	－ 1 規格－
・ジゴキシシロップ	－ 1 規格－
・臭化チメピジウムカプセル	－ 1 規格－
・臭化チメピジウム細粒	－ 1 規格－
・臭化チメピジウム錠	－ 1 規格－
・硝酸イソソルビド徐放カプセル	－ 1 規格－
・チオプロニン錠	－ 1 規格－
・テオフィリン徐放ドライシロップ	－ 1 規格－
・テガフル・ウラシルカプセル	－ 1 規格－
・テガフル・ウラシル腸溶顆粒	－ 1 規格－
・ニソルジピン錠	－ 2 規格－
・バルプロ酸ナトリウム細粒	－ 2 規格－
・バルプロ酸ナトリウム錠	－ 2 規格－
・バルプロ酸ナトリウム徐放錠	－ 2 規格－
・バルプロ酸ナトリウム徐放顆粒	－ 1 規格－
・パンテチン細粒	－ 1 規格－
・パンテチン散	－ 2 規格－
・パンテチン錠	－ 4 規格－
・フェノバルピタール錠	－ 1 規格－
・プリミドン細粒	－ 1 規格－
・プリミドン錠	－ 1 規格－
・メチル硫酸アメジニウム錠	－ 1 規格－
・ヨウ化チエモニウム錠	－ 1 規格－
・リン酸ピリドキサルカルシウム散	－ 1 規格－
・ロベンザリットニナトリウム錠	－ 2 規格－

## イブジラスト徐放カプセル

### Ibuprofen Extended-release Capsules

#### 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(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.8 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にイブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )約 11 $\mu$ 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。別にイブジラスト標準品を 4 時間減圧乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 10mL 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 100mL 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 319nm における吸光度  $A_{T1}$  及び  $A_{S1}$  並びに 360nm における吸光度  $A_{T2}$  及び  $A_{S2}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

$W_S$  : イブジラスト標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のイブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )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(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  $37 \pm 0.5$  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。溶出液を孔径 0.8 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にイブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )約 11 $\mu$ 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。別にイブジラスト標準品を 4 時間減圧乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 10mL とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 200mL 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 319nm における吸光度  $A_{T1(n)}$  及び  $A_{S1}$  並びに 360nm 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イブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )の表示量に対する溶出率  
(%)( $n = 1, 2, 3$ )

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

$W_S$  : イブジラスト標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のイブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
10mg	1.2	2 時間	5 ~ 15%
	6.8	2 時間	10 ~ 40%
		4 時間	40 ~ 70%
		10 時間	75% 以上

**イブジラスト標準品** 「イブジラスト」。ただし、乾燥したものを定量するとき、イブジラスト( $C_{14}H_{18}N_2O$ )99.0%以上を含むもの。

## 塩酸アゼラスチン錠

### Azelastine Hydrochloride Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸アゼラスチン( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ )約 0.56 $\mu$ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別に塩酸アゼラスチン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のアゼラ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。

塩酸アゼラスチン( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 塩酸アゼラスチン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸アゼラスチン( $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：285 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：40 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸(100)(1 250)溶液(1 500)混液(11:9)

流量：アゼラスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、アゼラ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 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アゼラ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
0.5mg	45 分	80%以上
1mg	90 分	80%以上

**塩酸アゼラスチン標準品**  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$  : 418.36 (±)-4-(4-クロロベンジル)-2-(ヘキサヒドロ-1-メチル-1*H*-アゼピン-4-イル)-1(2*H*)-フタラジノン塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。

**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $2930\text{ cm}^{-1}$ 、 $1655\text{ cm}^{-1}$ 、 $1590\text{ cm}^{-1}$  及び  $1490\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

**類縁物質** 本品 0.05 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ 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、試料溶液のアゼラスチン以外の各々のピーク面積は、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 1/10 より大きくない。また、試料溶液のアゼラスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 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：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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：水 / アセトニトリル / 過塩素酸混液(660 : 340 : 1)

流量：アゼラスチンの保持時間が約 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アゼラ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 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 10  $\mu$ L から得たアゼラスチンのピーク面積が、標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の 5 ~ 15 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、アゼラ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 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アゼラスチ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(1 g、105、2 時間)。

**含量** 99.0 % 以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、ギ

酸 5 mL に溶かした後，無水酢酸 70 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.84 mg  $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$

**0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，pH 4.0** 酢酸(100)3.0 g に水を加えて 1000 mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4 g を水に溶かして 500 mL とした液を加え，pH 4.0 に調整する．

## 塩酸チザニジン錠

### Tizanidine 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 $\mu$ 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 中に塩酸チザニジン ( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ ) 約 1.3 $\mu$ 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。別に塩酸チザニジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.025g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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，それぞれの液のチザニジンのピーク面積  $A_T$  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。

塩酸チザニジン ( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : 塩酸チザニジン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸チザニジン ( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：320nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液 (900:100:1) にリン酸を加え，pH3.0 に調整する。

流量：チザニジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システムの適合性

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，チザニジ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 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チザニジ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
1.144mg	30 分	75% 以上



塩酸チザニジン標準品 「塩酸チザニジン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸チザニジン( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの.

## 塩酸チザニジン顆粒

### Tizanidine Hydrochloride Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸チザニジン( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ )約 1.1mg 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 0.5 $\mu$ 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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸チザニジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のチザニジンのピーク面積  $A_T$  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。

塩酸チザニジン( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 塩酸チザニジン標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸チザニジン顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸チザニジン( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：320nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液(900:100:1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：チザニジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システムの適合性

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、チザニジ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 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チザニジ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
2.288mg/g	15 分	85% 以上

塩酸チザニジン標準品 「塩酸チザニジン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸チザニジン( $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの.

## 塩酸トルペリゾン錠

### Tolperisone 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸トルペリゾン ( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ ) 約 11 $\mu$ 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。別に塩酸トルペリゾン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 3 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 261nm 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。

塩酸トルペリゾン( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸トルペリゾン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸トルペリゾン( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ )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
100mg	45 分	80% 以上

## 塩酸トルペリゾン顆粒

### Tolperisone Hydrochloride Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸トルペリゾン( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ )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 $\mu$ 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 50mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トルペリゾン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 3 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 261nm 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。

塩酸トルペリゾン( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 塩酸トルペリゾン標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸トルペリゾン顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸トルペリゾン( $C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	30 分	85% 以上

## 塩酸ピペリドレート錠

### Piperidolate 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸ピペリドレート( $C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )約 56 $\mu$ 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。別に塩酸ピペリドレート標準品を 105 で 2 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、水を加え正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のピペリドレートのピーク面積  $A_T$  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。

塩酸ピペリドレート( $C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸ピペリドレート標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸ピペリドレート( $C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：259nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレスカラム管に 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：45 付近の一定温度

移動相：硫酸水素テトラブチルアンモニウム 1.7g をメタノール 500mL に水 500mL を加えた液に溶かす。

流量：ピペリドレートの保持時間が約 4.5 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ピペリドレートのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピペリドレート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	85% 以上

塩酸ピペリドレート標準品 「塩酸ピペリドレート」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸ピペリドレート( $C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む.

## 塩酸ピリドキシソ散

### Pyridoxine Hydrochloride 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塩酸ピリドキシソ ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ ) 約 0.03g 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 $\mu$ 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 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸ピリドキシソをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.017g 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 5mL 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ピリドキシソ ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : 定量用塩酸ピリドキシソの量 (mg)

$W_T$  : 塩酸ピリドキシソ散の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中の塩酸ピリドキシソ ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	90 分	70% 以上
100mg/g	15 分	85% 以上

**定量用塩酸ピリドキシソ** 塩酸ピリドキシソ (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ピリドキシソ ( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの。



## 塩酸ピリドキシニン錠

### Pyridoxine Hydrochloride Tablets

**溶出試験** 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に水 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 $\mu$ 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 中に塩酸ピリドキシニン( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )約 33 $\mu$ 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 5mL 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、試料溶液とする。別に定量用塩酸ピリドキシニンをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.017g 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 5mL 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ピリドキシニン( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 塩酸ピリドキシニン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸ピリドキシニン( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30 分	85%以上

**定量用塩酸ピリドキシニン** 塩酸ピリドキシニン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ピリドキシニン( $C_8H_{11}NO_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの。

## 塩酸プロカテロールドライシロップ

### Procaterol Hydrochloride Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )約 50 $\mu$ g 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 $\mu$ 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 9mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 25000) 1mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸プロカテロール標準品(別途塩酸プロカテロール(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.025g を精密に量り、薄めたリン酸(57 250000)に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 250000)を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 250000)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 $\mu$ 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、それぞれの液のプロカ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。

塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{1}{5} \times 1.028$$

$W_s$  : 脱水物に換算した塩酸プロカテロール標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸プロカテロールドライシロップの秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量(mg)

#### 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 $\mu$ 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：40 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 0.87g を水 1000mL に溶かした液 760mL にメタノール 230mL 及び酢酸(100)10mL を加える。

流量：プロカテロールの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロカ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
0.1mg/g	15分	85%以上

塩酸プロカテロール標準品 塩酸プロカテロール(日局) .ただし ,定量するとき ,  
換算した脱水物に対し ,塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む  
もの .

## 塩酸プロカテロール錠

### Procaterol 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に塩酸プロカテロール ( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ ) 約 0.028 $\mu$ 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 9mL を正確に量り，薄めたリン酸(57 25000) 1mL を正確に加え，試料溶液とする．別に塩酸プロカテロール標準品(別途塩酸プロカテロール(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.025g を精密に量り，薄めたリン酸(57 250000)に溶かし，正確に 200mL とする．この液 2mL を正確に量り，薄めたリン酸(57 250000)を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 2mL を正確に量り，薄めたリン酸(57 250000)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 $\mu$ 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，それぞれの液のプロカ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．

塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{1}{10} \times 1.028$$

$W_s$  : 脱水物に換算した塩酸プロカテロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量(mg)

#### 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 $\mu$ 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：40 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 0.87g を水 1000mL に溶かした液 760mL にメタノール 230mL 及び酢酸(100)10mL を加える．

流量：プロカテロールの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，プロカ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 5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロカ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
0.025mg	15分	85%以上
0.05mg	15分	85%以上

**塩酸プロカテロール標準品** 塩酸プロカテロール(日局) .ただし ,定量するとき ,  
換算した脱水物に対し ,塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む  
もの .

## 塩酸プロカテロール顆粒

### Procaterol Hydrochloride Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )約 50 $\mu$ g 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 $\mu$ 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 9mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 25000) 1mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸プロカテロール標準品(別途塩酸プロカテロール(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.025g を精密に量り、薄めたリン酸(57 250000)に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 250000)を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、薄めたリン酸(57 250000)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 $\mu$ 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、それぞれの液のプロカ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。

塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{1}{5} \times 1.028$$

$W_s$  : 脱水物に換算した塩酸プロカテロール標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸プロカテロール顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$ )の表示量(mg)

#### 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 $\mu$ 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：40 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 0.87g を水 1000mL に溶かした液 760mL にメタノール 230mL 及び酢酸(100)10mL を加える。

流量：プロカテロールの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プロカ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロカ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
0.1mg/g	15分	85%以上

塩酸プロカテロール標準品 塩酸プロカテロール(日局) .ただし ,定量するとき ,  
換算した脱水物に対し ,塩酸プロカテロール( $C_{16}H_{22}N_2O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含む  
もの .

## 塩酸プロピペリン錠

### Propiverine 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、遠心分離する。上澄液  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸プロピペリン( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )約 11 $\mu$ 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 15mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸プロピペリン標準品を 105 で 1 時間乾燥し、その約 0.028 g 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 とする。更にこの液 15mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のプロピペリンのピ - 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。

塩酸プロピペリン( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸プロピペリン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸プロピペリン( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：0.01mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH2.0 に調整した液 560mL にアセトニトリル 440mL を加える。

流量：プロピペリンの保持時間が約 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プロピペリンのピ - クの理論段数及びシンメトリ - 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 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロピペリンのピ - 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	45分	75%以上
20mg	15分	85%以上

**塩酸プロピペリン標準品** 1-メチル-4-ピペリジルジフェニルプロポキシアセテート塩酸塩( $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$ : 403.94)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** 塩酸プロピペリン 15g をエタノール(99.5)100mL に加温して溶かし、メンブランフィルターでろ過する。ろ液を室温で一夜放置し、析出した結晶をろ取り、冷エタノール(99.5)で洗った後、105℃で1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  $2474\text{ cm}^{-1}$ 、 $1736\text{ cm}^{-1}$ 、 $1249\text{ cm}^{-1}$ 、 $755\text{ cm}^{-1}$  及び  $695\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

**類縁物質** 本品 0.10g をクロロホルム 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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 10 $\mu$ 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。次にクロロホルム/アセトン/アンモニア(28)混液(75:20:1)を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、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** 1.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

**含量** 99.0%以上。 **定量法** 本品を 105℃で1時間乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、酢酸(100)20mL に溶かし、無水酢酸 40mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が、緑色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.394mg $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$

## 塩酸メクロフェノキサート錠

### Meclofenoxate 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 $\mu$ 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸メクロフェノキサート(C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>3</sub>·HCl)約0.11mg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10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メクロフェノキサート標準品(別途「塩酸メクロフェノキサート」と同様の方法で水分を測定しておく)約0.022gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水10mLを正確に量り、0.5mol/L水酸化ナトリウム試液2mLを正確に加えた液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長279nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸メクロフェノキサート(C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>3</sub>·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub> : 脱水物に換算した塩酸メクロフェノキサート標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸メクロフェノキサート(C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>ClNO<sub>3</sub>·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

## カルバマゼピン細粒

### Carbamazepine Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いカルバマゼピン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O)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 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 0.5μm 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 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．別にカルバマゼピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノール 10mL 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 285nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

カルバマゼピン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>S</sub> : カルバマゼピン標準品の量(mg)

W<sub>T</sub> : カルバマゼピン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のカルバマゼピン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O)の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	30 分	75% 以上

**カルバマゼピン標準品** カルバマゼピン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，カルバマゼピン(C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O)99.0% 以上を含むもの．

# カルバマゼピン錠

## Carbamazepine 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 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.5\mu\text{m}$  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 中にカルバマゼピン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ )約  $8.9\mu\text{g}$  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。別にカルバマゼピン標準品を  $105$  で 2 時間乾燥し、その約  $0.022\text{g}$  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 285nm 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カルバマゼピン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ )の表示量に対する溶出率( $\%$ )( $n = 1, 2$ )

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

$W_S$  : カルバマゼピン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のカルバマゼピン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	5 分	55% 以下
	30 分	70% 以上
200mg	5 分	55% 以下
	45 分	70% 以上

**カルバマゼピン標準品** カルバマゼピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、カルバマゼピン( $\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$ )99.0% 以上を含むもの。

## ガンマ-アミノ酪酸錠

### -Aminobutyric 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にガンマ-アミノ酪酸 ( $C_4H_9NO_2$ ) 約 0.28mg 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  $\gamma$ -アミノ酪酸標準品を 105 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 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ 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，それぞれの液のガンマ-アミノ酪酸のピーク面積  $A_T$  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．

ガンマ-アミノ酪酸( $C_4H_9NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  :  $\gamma$ -アミノ酪酸標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のガンマ-アミノ酪酸( $C_4H_9NO_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

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：30 付近の一定温度

移動相：*p*-トルエンスルホン酸一水和物 0.95g を水に溶かし，1000mL とする．

流量：ガンマ-アミノ酪酸の保持時間が約 11 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 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，ガンマ-アミノ酪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，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ガンマ-アミノ酪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
250mg	45 分	85% 以上

# サイクロセリンカプセル

## Cycloserine 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 $\mu$ 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 中にサイクロセリン約 0.28mg(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。別にサイクロセリン標準品約 28mg(力価)に対応する量を精密に量り、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 5 $\mu$ 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、それぞれの液のサイクロセリンのピーク面積  $A_T$  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。

サイクロセリン( $C_3H_6N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : サイクロセリン標準品の量[mg(力価)]

$C$  : 1 カプセル中のサイクロセリン( $C_3H_6N_2O_2$ )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：226nm)

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：リン酸二水素カリウム 1.36g 及び 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を水に溶かし、正確に 1000mL とする。この液にアセトニトリル 100mL を正確に加え、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。

流量：サイクロセリンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

### システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、サイクロセ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 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 5 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、サイクロセ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
250mg(力価)	15 分	85% 以上

## 酢酸メドロキシプロゲステロン錠

### Medroxyprogesterone Acetate Tablets

**溶出試験(1)** 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 200)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 $\mu$ 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中に酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)約2.8 $\mu$ gを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 200)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に酢酸メドロキシプロゲステロン標準品を105 で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 200)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 $\mu$ 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、それぞれの液の酢酸メドロキシプロゲステロンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)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<sub>s</sub> : 酢酸メドロキシプロゲステロン標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)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 $\mu$ 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：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：酢酸メドロキシプロゲステロンの保持時間が約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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、酢酸メドロキシプロゲステロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、酢酸メドロキシプロゲステロ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
2.5mg	45分	70%以上
5mg	45分	70%以上

**溶出試験(2)** 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1:100)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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)約44μgを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1:100)を加えて正確にV' mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール5mLを正確に加え、試料溶液とする。別に酢酸メドロキシプロゲステロン標準品を105で3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に25mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1:100)5mLを正確に加え、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245nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)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<sub>s</sub> : 酢酸メドロキシプロゲステロン標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸メドロキシプロゲステロン(C<sub>24</sub>H<sub>34</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60分	75%以上



## ジクロフェナクナトリウムカプセル

### Diclofenac 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 0.45 $\mu$ 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にジクロフェナクナトリウム(C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>NNaO<sub>2</sub>)約 28 $\mu$ 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。別にジクロフェナクナトリウム標準品を 105 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 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 276nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロフェナクナトリウム(C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>NNaO<sub>2</sub>)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<sub>s</sub> : ジクロフェナクナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のジクロフェナクナトリウム(C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>NNaO<sub>2</sub>)の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30 分	70%以上

**ジクロフェナクナトリウム標準品** ジクロフェナクナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム(C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>NNaO<sub>2</sub>)99.0%以上を含むもの。

## ジクロフェナクナトリウム徐放カプセル

### Diclofenac Sodium Extended-release 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  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  $0.45\mu\text{m}$  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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にジクロフェナクナトリウム( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ )約  $17\mu\text{g}$  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。別にジクロフェナクナトリウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約  $0.017\text{g}$  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  $276\text{nm}$  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ジクロフェナクナトリウム( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n = 1, 2, 3$ )

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

$W_S$  : ジクロフェナクナトリウム標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のジクロフェナクナトリウム( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
37.5mg	30 分	15 ~ 45%
	70 分	35 ~ 65%
	6 時間	80%以上

**ジクロフェナクナトリウム標準品** ジクロフェナクナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ )99.0%以上を含むもの。

## ジクロフェナクナトリウム徐放錠

### Diclofenac Sodium Extended-release 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  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にジクロフェナクナトリウム ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ ) 約  $17\mu\text{g}$  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。別にジクロフェナクナトリウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約  $0.017\text{g}$  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  $276\text{nm}$  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ジクロフェナクナトリウム ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

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

$W_S$  : ジクロフェナクナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のジクロフェナクナトリウム ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ ) の表示量 (mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
37.5mg	30 分	15 ~ 45 %
	1 時間	30 ~ 60 %
	4 時間	75 % 以上

**ジクロフェナクナトリウム標準品** ジクロフェナクナトリウム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロフェナクナトリウム ( $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{NNaO}_2$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ジゴキシン散

### Digoxin Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いジゴキシン( $C_{41}H_{64}O_{14}$ )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 $\mu$ 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。別にジゴキシン標準品を 105 で 1 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、温エタノール(95)50mL に溶かした後、冷後、エタノール(95)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 5mL 及び希エタノールを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 $\mu$ 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、それぞれの液のジゴ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。

ジゴキシン( $C_{41}H_{64}O_{14}$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : ジゴキシン標準品の量(mg)

$W_T$  : ジゴキシン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のジゴキシン( $C_{41}H_{64}O_{14}$ )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 4mm，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：30 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(7:3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ジゴ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 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジゴキシ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
1mg/g	30 分	75% 以上

## 臭化チメピジウムカプセル

### Timepidium Bromide 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に臭化チメピジウム ( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ ) 約 33 $\mu$ 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 282nm 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。

臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

$W_s$  : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中の臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	15 分	85% 以上

**臭化チメピジウム標準品** 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2$ )99.0%以上を含むもの。

## 臭化チメピジウム細粒

### Timepidium Bromide Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )約 0.03g 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 282nm 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。

臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

$W_S$  : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

$W_T$  : 臭化チメピジウム細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg/g	15 分	80% 以上

**臭化チメピジウム標準品** 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2$ )99.0%以上を含むもの。

## 臭化チメピジウム錠

### Timepidium Bromide 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に臭化チメピジウム ( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ ) 約 33 $\mu$ 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。別に臭化チメピジウム標準品(別途臭化チメピジウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 282nm 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。

臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 1.045$$

$W_s$  : 脱水物に換算した臭化チメピジウム標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2 \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30 分	80% 以上

**臭化チメピジウム標準品** 臭化チメピジウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化チメピジウム( $C_{17}H_{22}BrNOS_2$ )99.0%以上を含むもの。

## 硝酸イソソルビド徐放カプセル

### Isosorbide Dinitrate 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 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 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  $0.45\mu\text{m}$  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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )約  $22\mu\text{g}$  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。別に硝酸イソソルビド標準品(別途硝酸イソソルビド(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約  $0.022\text{g}$  を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に  $50\text{mL}$  とする。この液  $5\text{mL}$  を正確に量り、水を加えて正確に  $100\text{mL}$  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、それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積  $A_{T(n)}$  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硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n = 1, 2, 3$ )

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

$W_S$  : 脱水物に換算した硝酸イソソルビド標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中の硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )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  $4.6\text{mm}$ 、長さ  $15\text{cm}$  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： $40^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液(11:9)

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液  $20\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルビ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、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液  $20\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、硝酸イソソルビ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
20mg	2時間	10～40%
	4時間	40～70%
	8時間	70%以上

硝酸イソソルビド標準品 硝酸イソソルビド(日局) . ただし , 定量するとき , 換算した脱水物に対し , 硝酸イソソルビド( $C_6H_8N_2O_8$ )99.0%以上を含むもの .

## チオプロニン錠

### Tiopronin 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 $\mu$ 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にチオプロニン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S) 約 0.11mg 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。別にチオプロニン標準品を酸化リン( )を乾燥剤として 60 で 6 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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のチオプロニンのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は測定まで冷所に保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

チオプロニン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>s</sub> : チオプロニン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチオプロニン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S)の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

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：40 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1 1000)/メタノール混液(4:1)

流量：チオプロニンの保持時間が約 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、チオプロニ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、1.7 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チオプロニンのピーク面積の相対標準偏差が 1.5% 以下である。

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	60 分	75%以上

**チオプロニン標準品** 「チオプロニン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チ

オプロニン(C<sub>5</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S)99.0%以上を含むもの。

## テオフィリン徐放ドライシロップ

### Theophylline Extended-release Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いテオフィリン( $C_7H_8N_4O_2$ )約 0.2g 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  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 $\mu$ m 以下のメンブレンフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、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、テオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 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 271 nm 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 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : テオフィリン標準品の量(mg)

$W_T$  : テオフィリン徐放ドライシロップの秤取量(g)

$C$  : 1 g 中のテオフィリン( $C_7H_8N_4O_2$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	1 時間	15 ~ 45 %
	3 時間	40 ~ 70 %
	12 時間	70% 以上

## テガフル 100mg・ウラシル 224mg カプセル

### Tegafur 100mg and Uracil 224mg 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  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルタ - 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 100mL とし、溶出試験開始 30 分後及び 45 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にテガフル標準品を 105 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 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(1)とする。また、ウラシル標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液(2)とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258nm における吸光度  $A_{T1(1)}$ 、 $A_{T1(2)}$ 、 $A_{S1(1)}$  及び  $A_{S1(2)}$ 、波長 271nm における吸光度  $A_{T2(1)}$ 、 $A_{T2(2)}$ 、 $A_{S2(1)}$  及び  $A_{S2(2)}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T3(1)}$ 、 $A_{T3(2)}$ 、 $A_{S3(1)}$  及び  $A_{S3(2)}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

テガフル( $\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{S1} \times \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{C_1} \times 360$$

ウラシル( $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{S2} \times \left[ \frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(2)} - A_{T3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(2)} - A_{T3(2)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} + \frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{C_2} \times 900$$

$W_{S1}$  : テガフル標準品の量(mg)

$W_{S2}$  : ウラシル標準品の量(mg)

$C_1$  : 1 カプセル中のテガフル( $\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$ )の表示量(mg)

$C_2$  : 1 カプセル中のウラシル( $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$ )の表示量(mg)

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
テガフル	100mg	30分	80%以上
ウラシル	224mg	45分	80%以上

**ウラシル標準品**  $C_4H_4N_2O_2$  : 112.09 2,4(1*H*,3*H*)-ピリミジンジオンで、下記の規格に適合するもの。

**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 0.01g を水酸化ナトリウム試液 1000mL に溶かし、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 273 ~ 277nm に吸収の極大を示す。

**吸光度**  $E_{1cm}^{1\%}$  (260 nm):724 ~ 739(乾燥後 3mg pH7.0 のリン酸緩衝液 500mL)。

**類縁物質** 本品 0.06g を水 30mL 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 15 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロース(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 1-ブタノール/アセトン/酢酸(100)/水混液(5:4:1:1)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。

**乾燥減量** 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。

## テガフル 200mg/g・ウラシル 448mg/g 腸溶顆粒

### Tegafur 200mg/g and Uracil 448mg/g Enteric-coated Granules

#### 溶出試験

[pH1.2] 本品約 0.5g 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 $\mu$ 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 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。別にテガフル標準品を 105 で 4 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 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(1)とする。また、ウラシル標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258nm における吸光度  $A_{T1}$ 、 $A_{S1(1)}$  及び  $A_{S1(2)}$ 、波長 271nm における吸光度  $A_{T2}$ 、 $A_{S2(1)}$  及び  $A_{S2(2)}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T3}$ 、 $A_{S3(1)}$  及び  $A_{S3(2)}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

テガフル( $C_8H_9FN_2O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1} - A_{T3}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2} - A_{T3})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{C} \times 360$$

$W_S$  : テガフル標準品の量(mg)

$W_T$  : テガフル・ウラシル腸溶顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1 g 中のテガフル( $C_8H_9FN_2O_3$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 本品の約 0.5g を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  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 0.45 $\mu$ 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 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、溶出試験開始 45 分後及び 60 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にテガフル標準品を 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 200mL 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(1)とする。また、ウラシル標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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 100mL とし, 標準溶液(2)とする. 試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及び標準溶液(2)につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 258nm における吸光度  $A_{T1(1)}$ ,  $A_{T1(2)}$ ,  $A_{S1(1)}$  及び  $A_{S1(2)}$ , 波長 271nm における吸光度  $A_{T2(1)}$ ,  $A_{T2(2)}$ ,  $A_{S2(1)}$  及び  $A_{S2(2)}$  並びに 320nm における吸光度  $A_{T3(1)}$ ,  $A_{T3(2)}$ ,  $A_{S3(1)}$  及び  $A_{S3(2)}$  を測定する.

本品が溶出規格を満たすときは適合とする.

テガフール( $C_8H_9FN_2O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{S1}}{W_T} \times \left[ \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(2)} - A_{T3(2)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(2)} - A_{T3(2)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} + \frac{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) - (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) \times (A_{S2(1)} - A_{S3(1)})} \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{C_1} \times 360$$

ウラシル( $C_4H_4N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{S2}}{W_T} \times \frac{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T1(1)} - A_{T3(1)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{T2(1)} - A_{T3(1)})}{(A_{S2(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S1(2)} - A_{S3(2)}) - (A_{S1(1)} - A_{S3(1)}) \times (A_{S2(2)} - A_{S3(2)})} \times \frac{1}{C_2} \times 900$$

$W_{S1}$ : テガフール標準品の量(mg)

$W_{S2}$ : ウラシル標準品の量(mg)

$W_T$ : テガフール・ウラシル腸溶顆粒の秤取量(g)

$C_1$ : 1 g 中のテガフール( $C_8H_9FN_2O_3$ )の表示量(mg)

$C_2$ : 1 g 中のウラシル( $C_4H_4N_2O_2$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

	表示量	PH	規定時間	溶出率
テガフール	200mg/g	1.2	60 分	5%以下
		6.8	60 分	85%以上
ウラシル	448mg/g	6.8	45 分	80%以上

ウラシル標準品  $C_4H_4N_2O_2$ : 112.09 2,4(1*H*,3*H*)-ピリミジンジオンで, 下記の規格に適合するもの.

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 0.01g を水酸化ナトリウム試液 1000mL に溶かし, 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 273 ~ 277nm に吸収の極大を示す.

吸光度  $E_{1cm}^{1\%}$  (260 nm): 724 ~ 739(乾燥後 3mg pH7.0 のリン酸緩衝液 500mL).

類縁物質 本品 0.06g を水 30mL 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 15 $\mu$ L ずつを



薄層クロマトグラフ用セルロース(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 1-ブタノール/アセトン/酢酸(100)/水混液(5:4:1:1)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。

乾燥減量 0.3%以下(1g, 105℃, 3時間)。

## ニソルジピン錠

### Nisoldipine Tablets

**溶出試験** 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液として、5mg 錠にはポリソルベート 80 1g に水を加えて 2000mL とした液を、10mg 錠にはポリソルベート 80 1g に水を加えて 1000mL とした液 900mL を用いる。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 25mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 20mL を除き、次のろ液  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニソルジピン( $C_{20}H_{24}N_2O_6$ )約 5.6 $\mu$ 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。別にニソルジピン標準品(別途 105 で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく)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、メタノールを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のニソル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。

ニソルジピン( $C_{20}H_{24}N_2O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 乾燥物に換算したニソルジピン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のニソルジピン( $C_{20}H_{24}N_2O_6$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：237nm)

カラム：内径 4mm ，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：40 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (9 : 9 : 2)

流量：ニソルジピンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニソル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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニソル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	75%以上
10mg	45分	75%以上

**ニソルジピン標準品** 「ニソルジピン」ただし、乾燥したものを定量するとき、ニソルジピン( $C_{20}H_{24}N_2O_6$ )99.0%以上を含むもの。

## バルプロ酸ナトリウム細粒

### Sodium Valproate Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )約 0.2 g 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.056g 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ 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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積  $A_T$  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。

バルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

$W_T$  : バルプロ酸ナトリウム細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のバルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )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 $\mu$ 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：25 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 / アセトニトリル混液(1 : 1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸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
200mg/g	30 分	75%以上
400mg/g	15 分	85%以上

## バルプロ酸ナトリウム錠

### Sodium Valproate 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(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 $\mu$ 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にバルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)約0.11mg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。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を105で3時間乾燥し、その約0.056g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50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ 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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

バルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)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<sub>S</sub> : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のバルプロ酸ナトリウム(C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NaO<sub>2</sub>)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 $\mu$ 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：25 付近の一定温度

移動相：pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(1：1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約6分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、バルプロ酸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	30 分	85%以上
200mg	30 分	85%以上

## バルプロ酸ナトリウム徐放錠

### Sodium Valproate Extended-release 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  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にバルプロ酸ナトリウム ( $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$ ) 約 0.11mg を含む液となるように水を加えて正確に  $V'\text{mL}$  とし、試料溶液とする。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.056g 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50\mu\text{L}$  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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積  $A_{T(n)}$  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バルプロ酸ナトリウム ( $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n=1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

$W_S$  : バルプロ酸ナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のバルプロ酸ナトリウム ( $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$ ) 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  $5\mu\text{m}$  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：25 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸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	4 時間	15 ~ 45%
	6 時間	40 ~ 70%
	12 時間	75%以上
200mg	4 時間	15 ~ 45%
	6 時間	35 ~ 65%
	12 時間	75%以上

## バルプロ酸ナトリウム徐放顆粒

### Sodium Valproate Extended-release Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )約 0.2 g 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.056g 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $50\mu\text{L}$  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、それぞれの液のバルプロ酸のピーク面積  $A_{T(n)}$  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バルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n=1, 2, 3$ )

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 360$$

$W_S$  : バルプロ酸ナトリウム標準品の量(mg)

$W_T$  : バルプロ酸ナトリウム徐放顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のバルプロ酸ナトリウム( $C_8H_{15}NaO_2$ )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  $5\mu\text{m}$  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：25 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 / アセトニトリル混液(1 : 1)

流量：バルプロ酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、バルプロ酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、バルプロ酸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
400mg/g	3 時間	15 ~ 45%
	6 時間	35 ~ 65%
	24 時間	75%以上

## パンテチン細粒

### Pantethine Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いパンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.069 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL 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 $\mu$ 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テチンのピーク面積  $A_T$  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。

パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

$W_T$  : パンテチン細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のパンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：40 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 : 10)を加え、pH3.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：パンテチンの保持時間が約 13 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、パンテ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パンテチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	15分	80%以上
500mg/g	15分	70%以上

**パンテチン標準品** パンテチン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの。

## パンテチン散

### Pantethine Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いパンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.069 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL 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 $\mu$ 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テチンのピーク面積  $A_T$  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。

パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

$W_T$  : パンテチン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のパンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：40 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 : 10)を加え、pH3.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：パンテチンの保持時間が約 13 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、パンテ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パンテチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	45 分	70% 以上

**パンテチン標準品** パンテチン(日局)．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの．

## パンテチン錠

### Pantethine Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液  $V$  mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にパンテチン ( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ ) 約 33 $\mu$ 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。別にパンテチン標準品(別途パンテチン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.069 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 $\mu$ 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テチンのピーク面積  $A_T$  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。

パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 54$$

$W_S$  : 脱水物に換算したパンテチン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のパンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：40 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 : 10)を加え、pH3.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：パンテチンの保持時間が約 13 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、パンテ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、パンテチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。



溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	15分	85%以上
60mg	30分	85%以上
100mg	30分	85%以上
200mg	45分	80%以上

**パンテチン標準品** パンテチン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、パンテチン( $C_{22}H_{42}N_4O_8S_2$ )99.0%以上を含むもの。

## フェノバルビタール錠

### Phenobarbital 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 $\mu$ 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)約33 $\mu$ 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10mLを正確に加え、試料溶液とする。別にフェノバルビタール標準品を105 で2時間乾燥し、その約0.017gを精密に量り、水に溶かし、正確に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10mLを正確に加え、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/水混液(2:1)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<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)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<sub>s</sub> : フェノバルビタール標準品の量(mg)

C : 1錠中のフェノバルビタール(C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30分	75%以上

**フェノバルビタール標準品** フェノバルビタール(日局)。

## プリミドン細粒

### Primidone Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いプリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )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 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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。別にプリミドン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、エタノール(95)5mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のプリミドンのピーク面積  $A_{T(n)}$  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プリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n = 1, 2$ )

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : プリミドン標準品の量(mg)

$W_T$  : プリミドン細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のプリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

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 付近の一定温度

移動相：水 / アセトニトリル混液(17 : 3)

流量：プリミドンの保持時間が約 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 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、プリミド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 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プリミド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
995mg/g	15 分	50%以下
	90 分	70%以上

## プリミドン錠

### Primidone 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にプリミドン ( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ ) 約 0.28mg 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。別にプリミドン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、エタノール(95)5mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のプリミドンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

プリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : プリミドン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のプリミドン( $C_{12}H_{14}N_2O_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

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：40 付近の一定温度

移動相：水 / アセトニトリル混液(17 : 3)

流量：プリミドンの保持時間が約 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プリミド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 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プリミド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
250mg	15 分	80% 以上

## メチル硫酸アメジニウム錠

### Amezinium Metilsulfate Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に水900 mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1 mL中にメチル硫酸アメジニウム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S)約11 μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にメチル硫酸アメジニウム標準品を105 で2時間乾燥し、その約0.028 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試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288 nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メチル硫酸アメジニウム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S)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<sub>s</sub> : メチル硫酸アメジニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のメチル硫酸アメジニウム(C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S)の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15分	85%以上

**メチル硫酸アメジニウム標準品** C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S : 313.33 4-アミノ-6-メトキシ-1-フェニルピリダジニウムメチル硫酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

**精製法** メチル硫酸アメジニウムに6倍量の水を加え、加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を氷冷し、析出した結晶をろ取する。同様の操作を更に2回繰り返す。得られた結晶を105 で2時間乾燥する。

**性状** 本品は白色～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3330 cm<sup>-1</sup>、3160 cm<sup>-1</sup>、1626 cm<sup>-1</sup>、1234 cm<sup>-1</sup>及び1214 cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

**吸光度** E<sub>1cm</sub><sup>1%</sup> (289 nm) : 476 ~ 486(乾燥後、0.05 g、メタノール、5000mL)。

**類縁物質** 本品0.20gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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 $\mu$ 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．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/ジエチルエーテル混液(6:2:1:1)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  $R_f$  値 0.57 付近のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，試料溶液には主スポット及び  $R_f$  値 0.57 付近のスポット以外のスポットを認めない．

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 0.4g を精密に量り，水 15mL に溶かし，クロマトグラフ柱(75～150 $\mu$ m のカラムクロマトグラフ用強塩基性陰イオン交換樹脂(Cl型) 50g に 2mol/L 塩酸試液 500mL を加えて 16 時間放置した後，上澄液を除き，洗液が酸性を示さなくなるまで水洗したものを内径 10mm，長さ 200mm のクロマトグラフ管に注入し，約 60mm の層としたもの)に入れる．1 分間に 1mL の流速で流出させ，更にクロマトグラフ柱を水 10mL ずつで 5 回洗い，流出液及び洗液を合わせる．この液を 50℃ の水浴中で減圧留去し，残留物を酢酸(100) 15mL に溶かした後，無水酢酸 35mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.333 mg  $C_{12}H_{15}N_3O_5S$

**強塩基性陰イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフ用** カラムクロマトグラフ用に製造したもの．

## ヨウ化チエモニウム錠

### Tiemonium Iodide 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 $\mu$ 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にヨウ化チエモニウム(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>INO<sub>2</sub>S)約11 $\mu$ 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。別にヨウ化チエモニウム標準品をシリカゲルを乾燥剤として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227nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ヨウ化チエモニウム(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>INO<sub>2</sub>S)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<sub>s</sub> : ヨウ化チエモニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のヨウ化チエモニウム(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>INO<sub>2</sub>S)の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	15分	85%以上

**ヨウ化チエモニウム標準品** 「ヨウ化チエモニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヨウ化チエモニウム(C<sub>18</sub>H<sub>24</sub>INO<sub>2</sub>S)99.0%以上を含むもの。



## リン酸ピリドキサルカルシウム散 Pyridoxal Calcium Phosphate 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リン酸ピリドキサルカルシウム( $C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$ )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 $\mu$ 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、pH6.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサルカルシウム標準品約 0.028g を精密に量り、pH6.8 のリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH6.8 のリン酸塩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、pH6.8 のリン酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 388nm 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。

リン酸ピリドキサルカルシウム( $C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率

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

$W_S$  : リン酸ピリドキサルカルシウム標準品の量(mg)

$W_T$  : リン酸ピリドキサルカルシウム散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のリン酸ピリドキサルカルシウム( $C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$ )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

**リン酸ピリドキサルカルシウム標準品** 「リン酸ピリドキサルカルシウム」。  
ただし、定量するとき、リン酸ピリドキサルカルシウム( $C_8H_8CaNO_6P \cdot 3H_2O$ )99.0%以上を含むもの。

## ロベンザリット二ナトリウム錠

### Lobenzarit Disodium 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にロベンザリット二ナトリウム( $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$ )約 4.4 $\mu$ 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。別にロベンザリット二ナトリウム標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 200mL 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 298nm 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。

ロベンザリット二ナトリウム( $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : ロベンザリット二ナトリウム標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のロベンザリット二ナトリウム( $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	30 分	80%以上
80mg	30 分	80%以上

**ロベンザリット二ナトリウム標準品**  $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$ : 335.65 4-クロロ-2,2'-イミノニ安息香酸二ナトリウムで、下記の規格に適合するもの。

**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品を乾燥し、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 3265 $cm^{-1}$ 、1603 $cm^{-1}$ 、1543 $cm^{-1}$ 、1490 $cm^{-1}$ 、1395 $cm^{-1}$ 、1265 $cm^{-1}$ 、1209 $cm^{-1}$ 、858 $cm^{-1}$ 、745 $cm^{-1}$  及び 690 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

**類縁物質** 本品 0.05g を水 5mL 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 5 $\mu$ 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。次にテトラヒドロフラン/水/トリエチルアミン混液(50 : 15 : 8)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．

乾燥減量 1.0%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0.1gを精密に量り，水40mLに溶かし，テトラヒドロフラン/ジエチルエーテル混液(1：1)60mLを加え，0.1mol/L塩酸で滴定する(指示薬：プロモフェノールブルー試液10滴)．ただし，滴定の終点は水層の青色が持続する淡青緑色になるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L塩酸 1mL = 16.783mg  $C_{14}H_8ClNNa_2O_4$