

薬食発第 0925006 号
平成 15 年 9 月 25 日

各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬食品局長

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。また、日本薬局方外医薬品規格第二部各条中の「フロセミド錠」に係る溶出試験を削除することとするので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

(別紙)

今回収載された成分及び規格

・D - ペニシラミンカプセル	- 3 規格 -
・アセタゾラミド錠	- 1 規格 -
・アゾセミド錠	- 2 規格 -
・アネトールトリチオン錠	- 1 規格 -
・アフロクアロン錠	- 1 規格 -
・アリルエストレノール錠	- 1 規格 -
・塩化カルプロニウムカプセル	- 1 規格 -
・塩酸セトラキサート細粒	- 1 規格 -
・塩酸セトラキサートカプセル	- 1 規格 -
・塩酸フルラゼパムカプセル	- 2 規格 -
・塩酸メチキセン散	- 1 規格 -
・塩酸メチキセン錠	- 1 規格 -
・グルタチオン散	- 1 規格 -
・グルタチオン細粒	- 1 規格 -
・グルタチオン錠	- 2 規格 -
・クロルタリドン錠	- 1 規格 -
・酢酸パラメタゾン錠	- 1 規格 -
・サリチルアミド末	- 1 規格 -
・臭化エチルピペタナート錠	- 1 規格 -
・臭化チキジウム顆粒	- 1 規格 -
・臭化チキジウムカプセル	- 2 規格 -
・臭化ネオスチグミン散	- 1 規格 -
・臭化ブトロピウム顆粒	- 1 規格 -
・臭化ブトロピウム錠	- 1 規格 -
・臭化ブトロピウムカプセル	- 1 規格 -
・臭化プリフィニウム錠	- 1 規格 -
・臭化メペンゾラート錠	- 1 規格 -
・硝酸イソソルビド徐放錠	- 1 規格 -
・スルファメトキサゾール・トリメトプリム顆粒	- 1 規格 -
・スルファメトキサゾール・トリメトプリム錠	- 1 規格 -
・ゾニサミド散	- 1 規格 -
・ゾニサミド錠	- 1 規格 -
・ゾピクロン錠	- 2 規格 -
・タザノラストカプセル	- 1 規格 -
・チアプロフェン酸錠	- 2 規格 -
・トリアムテレン顆粒	- 1 規格 -
・トリアムテレン錠	- 1 規格 -
・トリアムテレンカプセル	- 1 規格 -
・トリクロルメチアジド錠	- 1 規格 -
・トレピブトン細粒	- 1 規格 -
・トレピブトン錠	- 1 規格 -
・ナドロール錠	- 2 規格 -
・ナパジシル酸アクラトニウムカプセル	- 2 規格 -

- ・ニコチン酸アミド散 - 1 規格 -
- ・ニトラゼパム散 - 1 規格 -
- ・ニトラゼパム細粒 - 1 規格 -
- ・ニトラゼパム錠 - 3 規格 -
- ・ニフェジピン軟カプセル - 2 規格 -
- ・ヒメクロモンカプセル - 1 規格 -
- ・ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル、水酸化アルミナ・マグネシウム、
沈降炭酸カルシウム顆粒 - 1 規格 -
- ・ピレタニド錠 - 2 規格 -
- ・フルタゾラム細粒 - 1 規格 -
- ・フロセミド細粒 - 1 規格 -
- ・フロセミド錠 - 2 規格 -
- ・フロセミド徐放カプセル - 1 規格 -
- ・ブメタニド錠 - 1 規格 -
- ・ベタメタゾン散 - 1 規格 -
- ・ベタメタゾン錠 - 1 規格 -
- ・マロチラート錠 - 1 規格 -
- ・メチルプレドニゾロン錠 - 2 規格 -
- ・ヨウ化オキサピウム顆粒 - 1 規格 -
- ・ヨウ化オキサピウム錠 - 1 規格 -
- ・酪酸リボフラビン細粒 - 2 規格 -
- ・酪酸リボフラビン顆粒 - 1 規格 -
- ・酪酸リボフラビン錠 - 2 規格 -
- ・レセルピン・塩酸ヒドララジン・ヒドロクロロチアジド - 1 規格 -
- ・レボドパ散 - 1 規格 -
- ・レボドパ細粒 - 1 規格 -
- ・レボドパ錠 - 1 規格 -
- ・レボドパカプセル - 1 規格 -

(別添)

塩酸セトラキサート細粒
Cetraxate Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)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 0.45 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。別に塩酸セトラキサート標準品を 105 で 3 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_{T1} 及び A_{S1} 並びに 286nm 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。

塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : 塩酸セトラキサート標準品の量(mg)

W_T : 塩酸セトラキサート細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
400mg/g	15 分	80%以上

塩酸セトラキサート標準品 塩酸セトラキサート(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)99.0 % 以上を含むもの。

塩酸セトラキサートカプセル Cetraxate Hydrochloride Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 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 中に塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)約 0.22mg 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。別に塩酸セトラキサート標準品を 105 で 3 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_{T1} 及び A_{S1} 並びに 286nm 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。

塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : 塩酸セトラキサート標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45 分	85% 以上

塩酸セトラキサート標準品 塩酸セトラキサート(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)99.0 % 以上を含むもの。

レセルピン 0.1mg・塩酸ヒドララジン 10mg・ヒドロクロロチアジド 10mg 錠
Reserpine 0.1mg, Hydralazine Hydrochloride 10mg and
Hydrochlorothiazide 10mg Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH 4.0 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 を正確にとり，直ちに 37 ± 0.5 に加温した pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20mL を正確に注意して補う．溶出液はポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 8mL を正確に量り，アセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液混液(3:2)8mL を正確に加え，溶出試験開始 45 分後及び 120 分後に採取した溶出液から得たそれぞれの液を試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

レセルピン

別にレセルピン標準品を 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.014g 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 4mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，pH 4.0 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．この液 8mL を正確に量り，アセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液の混液(3:2)8mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液及び pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に等容量のアセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液混液(3:2)を加えた液 5mL ずつを正確に量り，それぞれを褐色の共栓試験管 T_1 ， T_2 ， S 及び B に入れ，エタノール(99.5)5mL ずつを正確に加え，よく振り混ぜた後，薄めた酸化バナジウム()試液(1 2)1mL ずつを正確に加え，激しく振り混ぜた後，30 分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 390nm，蛍光の波長 500nm における蛍光の強さ F_{T1} ， F_{T2} ， F_S 及び F_B を測定する．

レセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \left(\frac{F_{T1} - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{45} + \frac{F_{T2} - F_B}{F_S - F_B} \right) \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{25}$$

W_S : レセルピン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のレセルピン($C_{33}H_{40}N_2O_9$)の表示量(mg)

塩酸ヒドララジン及びヒドロクロロチアジド

別に定量用塩酸ヒドララジンを 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，pH 4.0 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。別にヒドロクロロチアジド標準品を 105 で 2 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。これらの液 4mL ずつを正確に量り、pH 4.0 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。この液 8mL を正確に量り、アセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液混液(3：2)8mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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、それぞれの液のヒドララジンのピーク面積 A_{Ta1} 及び A_{Sa} 並びにヒドロクロロチアジドのピーク面積 A_{Tb1} 、 A_{Tb2} 及び A_{Sb} を測定する。

塩酸ヒドララジン($C_8H_8N_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta1}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 36$$

ヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \left(\frac{A_{Tb1}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{Tb2}}{A_{Sb}} \right) \times \frac{1}{C_b} \times 36$$

W_{Sa} : 定量用塩酸ヒドララジンの量(mg)

W_{Sb} : ヒドロクロロチアジド標準品の量(mg)

C_a : 1 錠中の塩酸ヒドララジン($C_8H_8N_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：315nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5g を水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(900：100：1)1000mL に溶かした液に、リン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：ヒドララジンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロクロロチアジド、ヒドララジンの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒドララジン及びヒドロクロロチアジドのピーク面積の相対標準偏差は、それぞれ 2.0% 以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
レセルピン	0.1mg	120分	70%以上
塩酸ヒドラジン	10mg	45分	75%以上
ヒドロクロロチアジド	10mg	120分	70%以上

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

塩酸メチキセン散 Methixene Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸メチキセン($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$)約 2.5mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1 : 25)混液(7 : 3) 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品を 105 で 3 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1 : 25)混液(7 : 3)2mL を正確に加え、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、それぞれの液のメチキセンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸メチキセン($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸メチキセン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸メチキセン散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸メチキセン($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1 : 100)/アセトニトリル混液(13 : 7)

流量：メチキセンの保持時間が約 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、メチキセ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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，メチキセ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
10mg/g	15 分	75% 以上

塩酸メチキセン錠

Methixene 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS · HCl)約 2.8 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 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1 : 25)混液(7 : 3)2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品を 105 で 3 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1 : 25)混液(7 : 3)2mL を正確に加え、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、それぞれの液のメチキセンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS · HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸メチキセン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS · HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1 : 100)/アセトニトリル混液(13 : 7)

流量：メチキセンの保持時間が約 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、メチキセ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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，メチキセ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
2.5mg	90 分	80% 以上

タザノラストカプセル

Tazanolast 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 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 中にタザノラスト ($C_{13}H_{15}N_5O_3$) 約 5 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。別にタザノラスト標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、エタノール(99.5)5mL 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 243nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 350nm 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。

タザノラスト($C_{13}H_{15}N_5O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : タザノラスト標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のタザノラスト($C_{13}H_{15}N_5O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
75mg	45 分	75% 以上

タザノラスト標準品 $C_{13}H_{15}N_5O_3$: 289.29 3'-(1*H*-テトラゾール-5-イル)オキサニル酸ブチルエステルで、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 タザノラスト 5g を酢酸エチル 200 ~ 250mL に溶かし、分液漏斗に入れ、薄めた炭酸水素ナトリウム試液(1 6)20mL でゆるく振り混ぜて 2 回洗った後、水 20mL で 2 回及び 0.1mol/L 塩酸試液 20mL で 2 回洗い、更に水 20mL で水層が pH3.0 になるまで洗う。酢酸エチル層を乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ液に無水硫酸ナトリウム 100g を加えてかき混ぜる。一夜放置した後、減圧ろ過し、残留物を酢酸エチル 10mL で 3 回洗う。ろ液と洗液を合わせ、40 以下で酢酸エチルを減圧留去する。残留物をアセトン 25mL に溶かし、孔径 0.22 μ m 以下

のメンブランフィルターでろ過し，メンブランフィルターを同量のアセトンで洗う．ろ液と洗液を合わせ、かき混ぜながらヘキサン 200mL を滴加した後，室温で 1～3 時間かき混ぜる．析出した結晶を減圧ろ過し，ヘキサン 10mL で 3 回洗った後，一夜減圧乾燥する．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

融点 156～159

類縁物質 本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20mL とする．更にこの液 1mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 4 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．次に酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(3：1：1)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 0.5%以下 (1g，105℃，3 時間)．

含量 99.0%以上 定量法 本品を乾燥し，その約 0.3g を精密に量り，0.2mol/L 水酸化ナトリウム液 20mL を正確に加えて溶かす．過量の水酸化ナトリウムを 0.2 mol/L 塩酸で滴定する(指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.2mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=28.93mg $C_{13}H_{15}N_5O_3$

ナドロール錠 Nadolol Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$) 約 33 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。別にナドロール標準品を 60 で 3 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、それぞれの液のナド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。

ナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ナドロール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

カラム：内径 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：40 付近の一定温度

移動相：クエン酸一水和物 5.76g を水 800mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加え、pH3.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 600mL に 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 4.40g を溶かした後、メタノール 400mL を加える。

流量：ナドロールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナドロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す

とき，ナドロールのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	15 分	85% 以上
60mg	30 分	85% 以上

ナドロール標準品 ナドロール(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，ナドロール($C_{17}H_{27}NO_4$)99.0% 以上を含むもの．

ニフェジピンカプセル Nifedipine Capsules

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、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 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 15mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)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。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、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、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)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フェジピン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール/0.01 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液(11：9)にリン酸を加え、pH6.1 に調整する。

流量：ニフェジピンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75%以上
10mg	30 分	80%以上

レボドパ散 Levodopa Powder

溶出試験 本品の表示量に従いレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 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 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 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。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : レボドパ標準品の量(mg)

W_T : レボドパ散の秤取量(g)

C : 1g 中のレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
985mg/g	45 分	70%以上

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

レボドパ細粒 Levodopa Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 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 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 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。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : レボドパ標準品の量(mg)

W_T : レボドパ細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
995mg/g	90 分	80%以上

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

レボドパ錠 Levodopa Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 中にレボドパ($C_9H_{11}NO_4$) 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。別にレボドパ標準品を 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 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 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。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : レボドパ標準品の量(mg)

C : 1 錠中のレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45 分	70%以上

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

レボドパカプセル Levodopa 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 中にレボドパ(C₉H₁₁NO₄)約 56 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。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 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ(C₉H₁₁NO₄)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 : レボドパ標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のレボドパ(C₉H₁₁NO₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45 分	85% 以上

レボドパ標準品 レボドパ(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、レボドパ(C₉H₁₁NO₄)99.0% 以上含むもの。

サリチルアミド散 Salicylamide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)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(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 0.45 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、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 200mL とし、試料溶液とする。別にサリチルアミド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、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 1mL を正確に加えた後、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 329nm 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。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)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 : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_T : サリチルアミド散の秤取量(g)

C : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	90 分	85% 以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上を含むもの。

チアプロフェン酸錠 Tiaprofenic Acid Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にチアプロフェン酸(C₁₄H₁₂O₃S)約 11 μ g を含む液となるように pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別にチアプロフェン酸標準品をシリカゲルを乾燥剤として 60 で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 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 315nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

チアプロフェン酸(C₁₄H₁₂O₃S)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 : チアプロフェン酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチアプロフェン酸(C₁₄H₁₂O₃S)の表示量(mg)

溶出規格

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

チアプロフェン酸標準品 「チアプロフェン酸」。

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

硝酸イソソルビド徐放錠 Isosorbide Dinitrate Extended-release 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 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 pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 $V\text{mL}$ 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 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 $V'\text{mL}$ 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)と同様な方法で水分を測定しておく)約 0.022g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．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 錠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 4.6mm，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：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 μ 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	4 時間	20 ~ 50%
	8 時間	40 ~ 70%
	24 時間	70% 以上

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

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．

スルファメトキサゾール 400mg/g・トリメトプリム 80mg/g 顆粒 Sulfamethoxazole 400mg/g and Trimethoprim 80mg/g Granules

溶出試験 本品約 1g 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 0.45 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．別にスルファメトキサゾール標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(1)とする．また，トリメトプリム標準品を 105 で 5 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 50mL とし，標準原液(2)とする．標準原液(1)10mL 及び標準原液(2)5mL を正確に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 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，それぞれの液のスルファメトキサゾールのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにトリメトプリムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

スルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1800$$

トリメトプリム($C_{14}H_{18}N_4O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 360$$

W_{Sa} : スルファメトキサゾール標準品の量(mg)

W_{Sb} : トリメトプリム標準品の量(mg)

W_T : スルファメトキサゾール・トリメトプリム顆粒の秤取量(g)

C_a : 1g 中のスルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のトリメトプリム($C_{14}H_{18}N_4O_3$)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 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(7：2)900mL にトリエチルアミン 1.0mL を加え

た液に薄めた酢酸(100)(1 100)を加え ,pH5.9 に調整し ,水を加えて 1000mL とする .

流量 : スルファメトキサゾ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 5 μ L につき , 上記の条件で操作するとき , トリメトプリム , スルファメトキサゾールの順に溶出し , その分離度は 8 以上である .

システムの再現性 : 標準溶液 5 μ L につき , 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき , スルファメトキサゾール及びトリメトプリムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0% 以下である .

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファメトキサゾール	400mg/g	15 分	80% 以上
トリメトプリム	80mg/g		80% 以上

スルファメトキサゾール標準品 スルファメトキサゾール(日局) .

トリメトプリム標準品 「トリメトプリム」 . ただし , 乾燥したものを定量するとき , トリメトプリム(C₁₄H₁₈N₄O₃)99.0% 以上を含むもの .

スルファメトキサゾール 400mg・トリメトプリム 80mg 錠 Sulfamethoxazole 400mg and Trimethoprim 80mg Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする。別にスルファメトキサゾール標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20mL とし，標準原液(1)とする。また，トリメトプリム標準品を 105 で 5 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 50mL とし，標準原液(2)とする。標準原液(1)10mL 及び標準原液(2)5mL を正確に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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，それぞれの液のスルファメトキサゾールのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにトリメトプリムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1800$$

トリメトプリム($C_{14}H_{18}N_4O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 360$$

W_{Sa} : スルファメトキサゾール標準品の量(mg)

W_{Sb} : トリメトプリム標準品の量(mg)

C_a : 1 錠中のスルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のトリメトプリム($C_{14}H_{18}N_4O_3$)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 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(7 : 2)900mL にトリエチルアミン 1.0mL を加えた液に薄めた酢酸(100)(1 100)を加え，pH5.9 に調整し，水を加えて 1000mL

とする。

流量：スルファメトキサゾ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 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トリメトプリム，スルファメトキサゾールの順に溶出し，その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，スルファメトキサゾール及びトリメトプリムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0% 以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファメトキサゾール	400mg	45 分	85%以上
トリメトプリム	80mg		80%以上

スルファメトキサゾール標準品 スルファメトキサゾール(日局)。

トリメトプリム標準品 「トリメトプリム」。ただし，乾燥したものを定量するとき，トリメトプリム(C₁₄H₁₈N₄O₃)99.0%以上を含むもの。

ニトラゼパム散 Nitrazepam Powder

溶出試験 本品の表示量に従いニトラゼパム(C₁₅H₁₁N₃O₃)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 0.45μm 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。別にニトラゼパム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のニトラ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。

ニトラゼパム(C₁₅H₁₁N₃O₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ニトラゼパム標準品の量(mg)

W_T : ニトラゼパム散の秤取量(g)

C : 1g 中のニトラゼパム(C₁₅H₁₁N₃O₃)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm , 長さ 15cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 付近の一定温度

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

流量 : ニトラゼパムの保持時間が約 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 20μL につき、上記の条件で操作するとき、ニトラ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 20μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラ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
10mg/g	30分	75%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局).

ニトラゼパム細粒

Nitrazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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。別にニトラゼパム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、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、それぞれの液のニトラ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。

ニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ニトラゼパム標準品の量(mg)

W_T : ニトラゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

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：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700:300:1)

流量：ニトラゼパムの保持時間が約 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、ニトラ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 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラ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
10mg/g	90分	70%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局).

ニトラゼパム錠 Nitrazepam 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 中にニトラゼパム ($C_{15}H_{11}N_3O_3$) 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。別にニトラゼパム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5)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 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、それぞれの液のニトラ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。

ニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ニトラゼパム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のニトラゼパム($C_{15}H_{11}N_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

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：ニトラゼパムの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニトラ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 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラ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
2mg	60分	85%以上
5mg	45分	70%以上
10mg	60分	75%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局) .

フルタゾラム細粒 Flutazolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフルタゾラム($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$)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 0.5 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。別にフルタゾラム標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 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 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、それぞれの液のフルタゾラムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 のピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フルタゾラム($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : フルタゾラム標準品の量(mg)

W_T : フルタゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のフルタゾラム($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(1 : 1)

流量：フルタゾラムの保持時間が約 18 分になるよう調整する。

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、フルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物とフルタゾラムの分離度は 12 以上であり、フルタ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 回繰り返すとき，フルタゾラムのピーク面積とフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	30 分	75%以上

フルタゾラム標準品 「フルタゾラム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，フルタゾラム($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$)99.0%以上を含むもの．

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

ニコチン酸アミド散 Nicotinamide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸アミドをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g 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 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。

ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)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 : 定量用ニコチン酸アミドの量(mg)

W_T : ニコチン酸アミド散の秤取量(g)

C : 1g 中のニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)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

定量用ニコチン酸アミド ニコチン酸アミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)99.0%以上を含むもの。

ゾニサミド散 Zonisamide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にゾニサミド標準品を 105 で 3 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 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 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ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : ゾニサミド標準品の量(mg)

W_T : ゾニサミド散の秤取量(g)

C : 1g 中のゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	10 分	60% 以下
	45 分	75% 以上

ゾニサミド錠 Zonisamide 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 ± 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 中にゾニサミド($\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)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。別にゾニサミド標準品を 105 で 3 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 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 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ゾニサミド($\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

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

W_S : ゾニサミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のゾニサミド($\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	10 分	65% 以下
	45 分	70% 以上

マロチラート錠 Malotilate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80(4 1000)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にマロチラート($C_{12}H_{16}O_4S_2$)約 4.4 μ g を含む液となるようにポリソルベート 80(4 1000)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にマロチラート標準品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ポリソルベート 80 (4 1000)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、ポリソルベート 80(4 1000)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 365nm 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。

マロチラート($C_{12}H_{16}O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : マロチラート標準品の量(mg)

C : 1 錠中のマロチラート($C_{12}H_{16}O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60 分	70% 以上

マロチラート標準品 $C_{12}H_{16}O_4S_2$:288.38 ジイソプロピル 1,3-ジチオール-2-イリデンマロネートで、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 マロチラート 100g をヘキサン 100mL に加熱して溶かし、活性炭 1g を加えて沸騰させ、熱時ろ過する。ろ液を氷冷し、析出した結晶をろ取する。同様の再結晶操作を 3 回繰り返す。得られた結晶をシリカゲルを乾燥剤として室温で 24 時間以上減圧乾燥する。

性状 本品は微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液(1 200000)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 221 ~ 225nm 及び 359 ~ 363nm に吸

収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (361nm) : 839 ~ 855(乾燥後, 5 mg, メタノール, 1000 mL)。

類縁物質 本品 0.1g をエタノール(99.5) 100mL に溶かし, この液 5mL にエタノール(99.5)を加えて 50mL とし, 試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り, エタノール(99.5)を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のマロチラート以外のピークの合計面積は, 標準溶液のマロチラートのピーク面積の 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 : 361nm)

カラム : 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/水混液 (7 : 3)に薄めたリン酸(1 : 10)を加え, pH2.5に調整する。

流量 : マロチラートの保持時間が約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マロチラートの保持時間の約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, エタノール(99.5)を加えて正確に50mLとする。この液10 μ L から得たマロチラートのピーク面積が, 標準溶液のマロチラートのピーク面積の9 ~ 11%になることを確認する。

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, マロチラ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5000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, マロチラート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 0.3%以下(2g, シリカゲル, 24 時間)。

臭化エチルピペタナート錠 Pipethanate Ethobromide 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中に臭化エチルピペタナート(C₂₃H₃₀BrNO₃)約11 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。この液9mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1 250)を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に臭化エチルピペタナート標準品を105 で5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、水を加え正確に100mLとする。この液9mLを正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1 250)を加えて正確に10mL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、それぞれの液のベンジル酸のピーク面積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。

臭化エチルピペタナート(C₂₃H₃₀BrNO₃)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 : 臭化エチルピペタナート標準品の量(mg)

C : 1錠中の臭化エチルピペタナート(C₂₃H₃₀BrNO₃)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 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム1.73gを薄めたリン酸(1 1000)1000mLに溶かす。この液450mLにメタノール550mLを加える。

流量：ベンジル酸の保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベンジル酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すと

き，ベンジル酸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	30分	75%以上

臭化エチルピペタナート標準品 「臭化エチルピペタナート」．ただし，乾燥したものを定量するとき，臭化エチルピペタナート($C_{23}H_{30}BrNO_3$)99.0%以上を含むもの．

臭化ブトロピウム顆粒 Butropium Bromide Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)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 $0.45\mu m$ 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。別に臭化ブトロピウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、それぞれの液のブトロピウムのピーク面積 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。

臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)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 : 臭化ブトロピウム標準品の量(mg)

W_T : 臭化ブトロピウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)

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：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15g をアセトニトリル/薄めた過塩素酸(1 2000)混液(3:2)1000mL に溶かす。

流量：ブトロピウムの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブトロピウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ブトロピウ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
20mg/g	60分	75%以上

臭化ブトロピウム標準品 臭化ブトロピウム(日局) . ただし , 乾燥したものを定量するとき , 臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)99.0%以上を含むもの .

臭化ブトロピウム錠

Butropium 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 0.45 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 中に臭化ブトロピウム ($C_{28}H_{38}BrNO_4$) 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。別に臭化ブトロピウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、それぞれの液のブトロピウムのピーク面積 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。

臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)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 : 臭化ブトロピウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中の臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15g をアセトニトリル/薄めた過塩素酸(12000)混液(3:2)1000mL に溶かす。

流量：ブトロピウムの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブトロピウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ブトロピウ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
10mg	45分	80%以上

臭化ブトロピウム標準品 臭化ブトロピウム(日局) . ただし , 乾燥したものを定量するとき , 臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)99.0%以上を含むもの .

臭化ブトロピウムカプセル

Butropium 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(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)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。別に臭化ブトロピウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のブトロピウムのピーク面積 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。

臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)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 : 臭化ブトロピウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：233nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.15g をアセトニトリル/薄めた過塩素酸(1 2000)混液(3:2)1000mL に溶かす。

流量：ブトロピウムの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブトロピウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ブトロピウ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
5mg	15分	75%以上

臭化ブトロピウム標準品 臭化ブトロピウム(日局) . ただし , 乾燥したものを定量するとき , 臭化ブトロピウム($C_{28}H_{38}BrNO_4$)99.0% 以上を含むもの .

アリルエストレノール錠

Allylestrenol Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80(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 0.45 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 中にアリルエストレノール($C_{21}H_{32}O$)約 28 μ g を含む液となるようにポリソルベート 80(1 100)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアリルエストレノール標準品を酸化リン()を乾燥剤として 5 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 25mL に溶かした後、ポリソルベート 80(1 100)を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、ポリソルベート 80(1 100)を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のアリルエストレ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。

アリルエストレノール($C_{21}H_{32}O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アリルエストレノール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアリルエストレノール($C_{21}H_{32}O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液(199 : 1)

流量：アリルエストレノールの保持時間が約 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、アリルエストレ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 2500 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、アリルエストレノー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
25mg	90 分	75% 以上

塩化カルプロニウムカプセル Carpronium Chloride 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 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 中に塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩化カルプロニウム標準品(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 0.024g 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 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、それぞれの液のカルプロニウムのピーク面積 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。

塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 脱水物に換算した塩化カルプロニウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし 1000mL とした液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 1000mL に 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.44g を溶かした液 850mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 150mL を加える。

流量：カルプロニウムの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カルプロニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 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，カルプロニウ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
10mg	30 分	85%以上

塩化カルプロニウム標準品 $C_8H_{18}ClNO_2 \cdot H_2O$:213.70(3 - メトキシカルボニルプロピル)トリメチルアンモニウムクロライド 1 水和物で，下記の規格に適合するもの．

確認試験 「塩化カルプロニウム」の確認試験を準用する。

類縁物質 「塩化カルプロニウム」の純度試験(5)を準用する。

水分 7.8 ~ 9.0% (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 0.25 g を精密に量り，酢酸(100)10 mL に溶かした後，無水酢酸 50 mL を加え，0.05 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．

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.785 mg $C_8H_{18}ClNO_2$

臭化チキジウム顆粒 Tiquizium Bromide Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化チキジウム($C_{19}H_{24}BrNS_2$)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0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mLを除き、次のろ液 3mL を正確に量り、水 3mL を正確に加え、試料溶液とする。別に臭化チキジウム標準品を 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、それぞれの液のチキジウムのピーク面積 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。

臭化チキジウム($C_{19}H_{24}BrNS_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 臭化チキジウム標準品の量(mg)

W_T : 臭化チキジウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化チキジウム($C_{19}H_{24}BrNS_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：247nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(3 1000)/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量：チキジウムの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、チキジウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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、チキジウ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
20mg/g	90分	80%以上

臭化チキジウム標準品「臭化チキジウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化チキジウム($C_{19}H_{24}BrNS_2$) 99.0%以上を含むもの。

臭化チキジウムカプセル Tiquizium 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(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に臭化チキジウム(C₁₉H₂₄BrNS₂)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。別に臭化チキジウム標準品を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、それぞれの液のチキジウムのピーク面積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。

臭化チキジウム(C₁₉H₂₄BrNS₂)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 : 臭化チキジウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の臭化チキジウム(C₁₉H₂₄BrNS₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 247nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 30 付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(3 1000)/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : チキジウムの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、チキジウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ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、チキジウ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
5mg	30分	85%以上
10mg	30分	85%以上

臭化チキジウム標準品 「臭化チキジウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化チキジウム($C_{19}H_{24}BrNS_2$) 99.0%以上を含むもの。

臭化ネオスチグミン散 Neostigmine Bromide Powder

溶出試験 本品の表示量に従い臭化ネオスチグミン($C_{12}H_{19}BrN_2O_2$)約 5mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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。別に臭化ネオスチグミン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のネオスチグミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

臭化ネオスチグミン($C_{12}H_{19}BrN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 臭化ネオスチグミン標準品の量(mg)

W_T : 臭化ネオスチグミン散の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化ネオスチグミン($C_{12}H_{19}BrN_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：259nm)

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：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12g を水 1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整した後、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87g を溶かす。この液 890mL にアセトニトリル 110mL を加える。

流量：ネオスチグミンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ネオスチグミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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、ネオスチグミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg/g	30分	75%以上

臭化ネオスチグミン標準品 「臭化ネオスチグミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化ネオスチグミン($C_{12}H_{19}BrN_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

臭化プリフィニウム錠 Prifinium 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 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 中に臭化プリフィニウム ($C_{22}H_{28}BrN$) 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．別に臭化プリフィニウム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.017g 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 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 230nm 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．

臭化プリフィニウム($C_{22}H_{28}BrN$)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 : 臭化プリフィニウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中の臭化プリフィニウム($C_{22}H_{28}BrN$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15mg	90 分	80% 以上

臭化プリフィニウム標準品 「臭化プリフィニウム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，臭化プリフィニウム($C_{22}H_{28}BrN$)99.0% 以上を含むもの．

臭化メペンゾラート錠 Mepenzolate 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 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 中に臭化メペンゾラート ($C_{21}H_{26}BrNO_3$) 約 8.3 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に臭化メペンゾラート標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.021g 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 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，それぞれの液のメペンゾラートのピーク面積 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．

臭化メペンゾラート($C_{21}H_{26}BrNO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 臭化メペンゾラート標準品の量(mg)

C : 1 錠中の臭化メペンゾラート($C_{21}H_{26}BrNO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：258nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0g を水 1000mL に溶かした後，薄めた過塩素酸(17 2000)を加え，pH3.0 に調整する．この液 550mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 450mL を加える．

流量：メペンゾラートの保持時間が約 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，メペンゾラ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 4000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メペンゾラート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
7.5mg	15分	80%以上

ナパジシル酸アクラトニウムカプセル Aclatonium Napadisilate 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 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 中にナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)約 28 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にナパジシル酸アクラトニウム標準品を 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 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、それぞれの液のアクラトニウムのピーク面積 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。

ナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)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 : ナパジシル酸アクラトニウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のナパジシル酸アクラトニウム(C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2g を水/アセトニトリル/0.2mol/L リン酸二水素カリウム試液混液(7 : 2 : 1)1000 mL に溶かす。

流量：アクラトニウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アクラトニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アクラトニウ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
25mg	30分	80%以上
50mg	30分	80%以上

ナパジシル酸アクラトニウム標準品 「ナパジシル酸アクラトニウム」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, ナパジシル酸アクラトニウム($C_{30}H_{46}N_2O_{14}S_2$)99.0%以上を含むもの.

ヨウ化オキサピウム顆粒 Oxapium Iodide Granules

溶出試験 本品の表示量に従いヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)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 0.45 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。別にヨウ化オキサピウム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 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 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、それぞれの液のオキサピウムのピーク面積 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。

ヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ヨウ化オキサピウム標準品の量(mg)

W_T : ヨウ化オキサピウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のヨウ化オキサピウム($C_{22}H_{34}INO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタンサルホン酸 5mL にトリエチルアミン 5mL 及び水を加えて 50mL とした液に、アセトニトリル 500mL，緩衝液用 1mol/L リン酸水素二カリウム試液 35mL 及び水 415mL を加える。

流量：オキサピウムの保持時間が約 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、オキサピウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキサピウ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
20mg/g	15 分	80%以上

ヨウ化オキサピウム錠 Oxapium 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 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にヨウ化オキサピウム($\text{C}_{22}\text{H}_{34}\text{INO}_2$)約 11 μg 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。別にヨウ化オキサピウム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 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 100 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のオキサピウムのピーク面積 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。

ヨウ化オキサピウム($\text{C}_{22}\text{H}_{34}\text{INO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ヨウ化オキサピウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のヨウ化オキサピウム($\text{C}_{22}\text{H}_{34}\text{INO}_2$)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 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタンサルホン酸 5mL にトリエチルアミン 5mL 及び水を加えて 50mL とした液に、アセトニトリル 500mL，緩衝液用 1mol/L リン酸水素二カリウム試液 35mL 及び水 415mL を加える。

流量：オキサピウムの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、オキサピウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキサピウ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
10mg	30 分	80%以上

酢酸パラメタゾン錠 Paramethasone Acetate 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 中に酢酸パラメタゾン ($C_{24}H_{31}FO_6$) 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 とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に酢酸パラメタゾン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 2mL を正確に量り、水 10mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液の酢酸パラメタゾンのピーク面積 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。

酢酸パラメタゾン($C_{24}H_{31}FO_6$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 酢酸パラメタゾン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の酢酸パラメタゾン($C_{24}H_{31}FO_6$)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 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(3：2)

流量：酢酸パラメタゾンの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸パラメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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，酢酸パラメタゾ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	80%以上

酢酸パラメタゾン標準品 $C_{24}H_{31}FO_6$: 434.50 6 -フルオロ-16 -メチルプレドニゾン 21-アセテートで，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 酢酸パラメタゾン 5g をアセトン 50mL 及びテトラヒドロフラン 15mL に溶かし，ろ過する．ろ液にヘキサン 150mL を加え 析出した結晶を減圧ろ取し，ジエチルエーテル 100mL で 2 回洗う．同様の操作を 1 回繰り返す，得られた結晶を 60 で 3 時間減圧乾燥する．結晶 2g を 4-メチル-2-ペンタノン 50mL に加温して溶かし，4-メチル-2-ペンタノンを減圧留去した後，105 で 4 時間乾燥する．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1 : 50000)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 241 ~ 243nm に吸収の極大を示す．
- (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 3400cm^{-1} , 1750cm^{-1} , 1730cm^{-1} , 1660cm^{-1} , 1620cm^{-1} , 1600cm^{-1} 及び 1230cm^{-1} 付近に吸収を認める．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +95.0 ~ +103.0 ° (乾燥後，0.1g，メタノール，10mL，100mm) ．

類縁物質 本品 0.025g を水/アセトニトリル混液(1 : 1)50mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液(1 : 1)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 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，試料溶液の酢酸パラメタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の 1/4 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 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液(14 : 3 : 3)

流量：酢酸パラメタゾンの保持時間が約 15 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酢酸パラメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 20 μ L から得た酢酸パラメタゾンのピーク面積が標準溶液の酢酸パラメタゾンのピーク面積の 10～30% になることを確認する。

システムの性能：酢酸パラメタゾン 0.02g を安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1 : 5)5mL に溶かし，水/アセトニトリル混液(1 : 1)を加えて 100mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，酢酸パラメタゾン，安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，酢酸パラメタゾ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(0.5g，105℃，4 時間)。

フッ素含量 本品を乾燥し，その約 0.015g を精密に量り，0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5mL 及び水 20mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行うとき，フッ素(F：19.00)の量は，4.2～4.6% である。

ベタメタゾン散 Betamethasone Powder

溶出試験 本品の表示量に従いベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約 0.5mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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。別にベタメタゾン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 4 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 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、それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積 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。

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

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

W_S : ベタメタゾン標準品の量(mg)

W_T : ベタメタゾン散の秤取量(g)

C : 1g 中のベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

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：メタノール/水混液(3 : 2)

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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、ベタメタゾ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
1mg/g	15 分	80%以上

ベタメタゾン錠 Betamethasone 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 中にベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) 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。別にベタメタゾン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 4 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 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、それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積 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。

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

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

W_s : ベタメタゾン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：241nm)

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：メタノール/水混液(3 : 2)

流量：ベタメタゾンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベタメタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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、ベタメタゾ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	30 分	85%以上

メチルプレドニゾン錠 Methylprednisolone 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中にメチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)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。別にメチルプレドニゾン標準品を105 で3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、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、それぞれの液のメチルプレドニゾンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)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 : メチルプレドニゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中のメチルプレドニゾン(C₂₂H₃₀O₅)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 246nm)

カラム : 内径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 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : メチルプレドニゾンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メチルプレドニゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ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、メチルプレドニゾ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	80%以上
4mg	30分	85%以上

メチルプレドニゾン標準品 メチルプレドニゾン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチルプレドニゾン($C_{22}H_{30}O_5$)99.0%以上を含むもの．

アセタゾラミド錠 Acetazolamide 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 75 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)約 14 μ 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．別にアセタゾラミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，メタノール 20mL に溶かした後，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．この液 5mL を正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 266nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

アセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アセタゾラミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセタゾラミド($C_4H_6N_4O_3S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	90 分	75% 以上

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

アゾセミド錠 Azosemide 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 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)約 33 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 とする。この液 8mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にアゾセミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 50mL とする。この液 15mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液/薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)混液(3 : 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 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。

アゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 135$$

W_s : アゾセミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアゾセミド(C₁₂H₁₁ClN₆O₂S₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	60 分	70% 以上
60mg	90 分	70% 以上

アゾセミド標準品 「アゾセミド」.

クロルタリドン錠 Chlorthalidone Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100) 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 中にクロルタリドン($C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$)約 56 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にクロルタリドン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 10mL に溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)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 276nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロルタリドン($C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$)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 : クロルタリドン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のクロルタリドン($C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$)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

クロルタリドン標準品 「クロルタリドン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロルタリドン($C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$)99.0%以上を含むもの。

トリアムテレン顆粒 Triamterene Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)約0.03g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6mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を105で4時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に20mLとする。この液2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に50mLとする。この液4mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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。

トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 120$$

W_S : トリアムテレン標準品の量(mg)

W_T : トリアムテレン顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
333mg/g	45分	85%以上

トリアムテレン錠 Triamterene 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 中にトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)約 10 μ g を含む液となるように 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 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。

トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)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 : トリアムテレン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	45 分	85% 以上

トリアムテレンカプセル Triamterene 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 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)約 11 μ g を含む液となるように 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、ジメチルスルホキシドに溶かし、正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とする。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 20mL 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 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。

トリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)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 : トリアムテレン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のトリアムテレン($C_{12}H_{11}N_7$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	90 分	75% 以上

トリクロルメチアジド錠 Trichlormethiazide 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中にトリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)約1.1 μ gを含む液となるように薄めたリン酸(1/50)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にトリクロルメチアジド標準品を105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200mLとする。この液2mLを正確に量り、薄めたリン酸(1/50)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40 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クロルメチアジドのピーク面積A_{Ta}及びA_{sa}並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約0.3のピーク面積A_{Tb}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb} \times 0.95}{A_{sa}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : トリクロルメチアジド標準品の量(mg)

C : 1錠中のトリクロルメチアジド(C₈H₈Cl₃N₃O₄S₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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フェニ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 : 薄めたリン酸(1/1000)/アセトニトリル混液(3 : 1)

流量 : トリクロルメチアジドの保持時間が約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 : トリクロルメチアジド0.025gをアセトニトリル50mLに溶かす。この液1mLにアセトニトリルを加えて50mLとする。この液5mLに水5mLを加え、60 $^{\circ}$ の水浴中で30分間加温する。冷後、この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド、ト

トリクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドに対する分解物の相対保持時間は約 0.3 であり，トリクロルメチアジ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 5000 段以上，1.2 以下である．

システムの再現性：標準溶液 40 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリクロルメチアジ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
2mg	15 分	75% 以上

ピレタニド錠 Piretanide 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 中にピレタニド($C_{17}H_{18}N_2O_5S$) 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 とし、試料溶液とする。別にピレタニド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 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、それぞれの液のピレタニドのピーク面積 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。

ピレタニド($C_{17}H_{18}N_2O_5S$)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 : ピレタニド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のピレタニド($C_{17}H_{18}N_2O_5S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：275nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ピレタニドの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピレタニ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 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピレタニ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
3mg	15分	70%以上
6mg	15分	70%以上

ピレタニド標準品 「ピレタニド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピレタニド($C_{17}H_{18}N_2O_5S$)99.0%以上を含むもの。

ブメタニド錠 Bumetanide 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 中にブメタニド ($C_{17}H_{20}N_2O_5S$) 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 とする。この液 6mL を正確に量り、pH3.2 のグリシン緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にブメタニド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 20mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 6mL を正確に量り、pH3.2 のグリシン緩衝液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。別に水 6mL を正確に量り、pH3.2 のグリシン緩衝液を加えて正確に 20mL とし、対照溶液とする。試料溶液、標準溶液及び対照溶液につき、蛍光光度法により試験を行い、励起の波長 360nm、蛍光の波長 440nm における蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ブメタニド($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : ブメタニド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のブメタニド($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15 分	85% 以上

ブメタニド標準品 ブメタニド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ブメタニド($C_{17}H_{20}N_2O_5S$)99.0%以上を含むもの。

グリシン緩衝液 pH3.2 グリシン 22.5g 及び塩化ナトリウム 17.5g を水 800mL に溶かす。この液に 2mol/L 塩酸試液を加え、pH3.2 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

フロセミド細粒 Furosemide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)約 0.04g 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 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 5mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする。この液 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、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 277nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)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 : フロセミド標準品の量(mg)

W_T : フロセミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のフロセミド($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg/g	15 分	85%以上

フロセミド錠 Furosemide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にフロセミド(C₁₂H₁₁ClN₂O₅S)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。別にフロセミド標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 5mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする。この液 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、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 277nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フロセミド(C₁₂H₁₁ClN₂O₅S)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : フロセミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のフロセミド(C₁₂H₁₁ClN₂O₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	15 分	80% 以上
40mg	30 分	80% 以上

フロセミド徐放カプセル

Furosemide 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 ± 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 中にフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)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。別にフロセミド標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 5mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする。この液 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、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 277nm 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。

n 回目の溶出液採取時におけるフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

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

W_S : フロセミド標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のフロセミド($\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	2 時間	15 ~ 45%
	4 時間	40 ~ 70%
	8 時間	70% 以上

アネトールトリチオン錠 Anetholtrithion Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分100回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 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11mL中にアネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)約6.9 μ gを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアネトールトリチオン標準品をシリカゲルを乾燥剤として5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4mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3 100)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356nm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。

アネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アネトールトリチオン標準品の量(mg)

C : 1錠中のアネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
12.5mg	90分	70%以上

アネトールトリチオン標準品 「アネトールトリチオン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アネトールトリチオン(C₁₀H₈OS₃)99.0%以上を含むもの。

トレピブトン細粒 Trepibutone Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)約0.04g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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にトレピブトン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)30mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 325nm 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。

トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トレピブトン標準品の量(mg)

W_T : トレピブトン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	80% 以上

トレピブトン標準品 トレピブトン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)99.0%以上を含むもの。

トレピブトン錠 Trepibutone 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 中にトレピブトン ($C_{16}H_{22}O_6$) 約 22 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。別にトレピブトン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)30mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 325nm 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。

トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トレピブトン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のトレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)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

トレピブトン標準品 トレピブトン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トレピブトン($C_{16}H_{22}O_6$)99.0%以上を含むもの。

ヒメクロモンカプセル Hymecromone Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 : 25)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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)約 0.22mg を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 : 25)を加えて正確に V' mL とする。この液 3mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にヒメクロモン標準品を 105℃ で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 : 25)3mL を正確に加え、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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 : 25)3mL 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 321nm 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。

ヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)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 : ヒメクロモン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	30 分	70% 以上

ヒメクロモン標準品 ヒメクロモン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒメクロモン(C₁₀H₈O₃)99.0% 以上を含むもの。

グルタチオン散 Glutathione Powder

溶出試験 本品の表示量に従いグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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 2mL を正確に量り、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にグルタチオン標準品(別途 105 で 3 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、pH4.0 のクエン酸・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、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩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 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、それぞれの液のグルタチオンのピーク面積 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。

グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 乾燥物に換算したグルタチオン標準品の量(mg)

W_T : グルタチオン散の秤取量(g)

C : 1g 中のグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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：30 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。この液 930mL にメタノール 70mL を加える。

流量：グルタチ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、グルタチ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 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，グルタチ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
200mg/g	15 分	85%以上

グルタチオン標準品 「グルタチオン」．ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)99.0%以上を含むもの．

クエン酸・リン酸塩緩衝液 pH4.0 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にを加え，pH 4.0 に調整する．

グルタチオン細粒 Glutathione Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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 2mL を正確に量り、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にグルタチオン標準品(別途 105 で 3 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、pH4.0 のクエン酸・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、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩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 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、それぞれの液のグルタチオンのピーク面積 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。

グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 乾燥物に換算したグルタチオン標準品の量(mg)

W_T : グルタチオン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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：30 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。この液 930mL にメタノール 70mL を加える。

流量：グルタチ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、グルタチ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 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 , グルタチ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
200mg/g	15 分	85% 以上

グルタチオン標準品 「グルタチオン」. ただし , 定量するとき , 換算した乾燥物に対し , グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)99.0% 以上を含むもの .

クエン酸・リン酸塩緩衝液 pH4.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000 mL とした液に , 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え , pH 4.0 に調整する .

グルタチオン錠 Glutathione 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 中にグルタチオン ($C_{10}H_{17}N_3O_6S$) 約 11 μ g を含む液となるように pH4.0 のクエン酸・リン酸塩緩衝液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にグルタチオン標準品(別途 105 で 3 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、pH4.0 のクエン酸・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、pH4.0 のクエン酸・リン酸塩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 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、それぞれの液のグルタチオンのピーク面積 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。

グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 乾燥物に換算したグルタチオン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のグルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)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：30 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8g 及び 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2.0g を水 1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。この液 930mL にメタノール 70mL を加える。

流量：グルタチ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、グルタチ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 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，グルタチ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
50mg	45 分	85%以上
100mg	60 分	80%以上

グルタチオン標準品 「グルタチオン」．ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，グルタチオン(C₁₀H₁₇N₃O₆S)99.0% 以上を含むもの．

クエン酸・リン酸塩緩衝液 pH4.0 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，pH4.0 に調整する．

ペニシラミンカプセル Penicillamine 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 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 中にペニシラミン($C_5H_{11}NO_2S$)約 22 μ g を含む液となるように直ちにエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1 : 200)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にペニシラミン標準品を 105 分で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1 : 200)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1 : 200)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 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、それぞれの液のペニシラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ペニシラミン($C_5H_{11}NO_2S$)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 : ペニシラミン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のペニシラミン($C_5H_{11}NO_2S$)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 付近の一定温度

移動相：1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム 0.20g を pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液に溶かし、1000mL とする。

流量：ペニシラミンの保持時間が約 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、ペニシラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 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，ペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	15 分	85%以上
100mg	15 分	85%以上
200mg	15 分	85%以上

ペニシラミン標準品 「ペニシラミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ペニシラミン(C₅H₁₁NO₂S)99.0%以上を含むもの．

アフロクアロン錠 Afloqualone 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 0.5 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 中にアフロクアロン($C_{16}H_{14}FN_3O$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にアフロクアロン標準品を 60 で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリル 2mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 293nm 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。

アフロクアロン($C_{16}H_{14}FN_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アフロクアロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアフロクアロン($C_{16}H_{14}FN_3O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	90 分	80% 以上

酪酸リボフラビン細粒 Riboflavin Butyrate 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酪酸リボフラビン ($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)約 0.04g に対応する量を精密に量り,試験液として,100mg/g 細粒にはポリソルベート 80(0.70 100)900mL を,200mg/g 細粒にはポリソルベート 80 (0.80 100) 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 0.45 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。別に酪酸リボフラビン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し,その約 0.022g 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,試験液を加えて正確に 25mL とし,標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき,試験液を対照とし,紫外可視吸光度測定法により試験を行い,波長 447nm 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。

酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 酪酸リボフラビン標準品の量(mg)

W_T : 酪酸リボフラビン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)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
200mg/g	45 分	70% 以上

酪酸リボフラビン標準品 酪酸リボフラビン(日局)。ただし,乾燥したものを定量するとき,酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)99.0%以上を含むもの。

酪酸リボフラビン顆粒 Riboflavin Butyrate 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酪酸リボフラビン ($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)約 0.04g に対応する量を精密に量り、試験液にポリソルベート 80 0.8g に水を加えて 100mL とした液 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。別に酪酸リボフラビン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g 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、試験液を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 447nm 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。

酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 酪酸リボフラビン標準品の量(mg)

W_T : 酪酸リボフラビン顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	45 分	75% 以上

酪酸リボフラビン標準品 酪酸リボフラビン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、酪酸リボフラビン($C_{33}H_{44}N_4O_{10}$)99.0%以上を含むもの。

酪酸リボフラビン錠

Riboflavin Butyrate 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、20mg 錠にはポリソルベート 80 3.0g に水を加えて 400mL とした液 900mL を、40mg 錠にはポリソルベート 80 3.0g に水を加えて 200mL とした液 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に酪酸リボフラビン(C₃₃H₄₄N₄O₁₀)約 22 μ g を含む液となるように試験液を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別に酪酸リボフラビン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 447nm 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。

酪酸リボフラビン(C₃₃H₄₄N₄O₁₀)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 : 酪酸リボフラビン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の酪酸リボフラビン(C₃₃H₄₄N₄O₁₀)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	90 分	75% 以上
40mg	90 分	70% 以上

酪酸リボフラビン標準品 酪酸リボフラビン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、酪酸リボフラビン(C₃₃H₄₄N₄O₁₀)99.0% 以上を含むもの。

塩酸フルラゼパムカプセル Flurazepam Hydrochloride Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸フルラゼパム (C₂₁H₂₃ClFN₃O·HCl) 約 1.7 μ g を含む液となるように移動相を加えて正確に V' mL とする。この液 3mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸フルラゼパム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、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。この液 3mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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ラ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。

塩酸フルラゼパム(C₂₁H₂₃ClFN₃O·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{27}{4}$$

W_S : 塩酸フルラゼパム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の塩酸フルラゼパム(C₂₁H₂₃ClFN₃O·HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 : 2)混液(3 : 1)

流量：フルラゼパムの保持時間が約 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、フルラ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、フルラ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
10mg	30分	85%以上
15mg	30分	80%以上

塩酸フルラゼパム標準品 塩酸フルラゼパム(日局) .

ゾピクロン錠 Zopiclone 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 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 中にゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)約 8.3 μ 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。別にゾピクロン標準品を 100 で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.021g 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 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 304nm 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。

ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ゾピクロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
7.5mg	30 分	80% 以上
10mg	30 分	80% 以上

ゾピクロン標準品 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.81 (±)-6-(5-クロロ-2-ピリジル)-6,7-ジヒドロ-7-[(4-メチル-1-ピペラジニル)カルボキシ]-5 H -ピロロ[3,4- b]ピペラジン-5-オンで、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 ゾピクロンを 2-プロパノールに加温して溶かし、冷所に放置し、白色の結晶を析出させる。同様の操作を 3 回繰り返して得た結晶を水で 2 回洗った後、100 で 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品の 0.1mol/L 塩酸試液溶液(1 100000)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 214~218nm 及び 303~305nm に吸収の極大を示す.
- (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 2800cm^{-1} , 1720cm^{-1} , 1578cm^{-1} , 1465cm^{-1} , 1375cm^{-1} 及び 850cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点 176~178

類縁物質 本操作は遮光して行う.本品 0.10g をクロロホルム 10mL に溶かし,試料溶液とする.この液 2mL を正確に量り,クロロホルムを加えて正確に 100mL とする.この液 5mL を正確に量り,クロロホルムを加えて正確に 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.次にクロロホルム/メタノール/酢酸エチル混液(85:15:2)を展開溶媒として約 15cm 展開した後,薄層板を風乾する.これに紫外線(主波長 366nm)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.また,試料溶液から得た主スポット以外のスポットの総量は 0.5% 以下である.

2-プロパノール 本品 0.50g を正確に量り,ジメチルホルムアミドに溶かし,正確に 10mL とし,試料溶液とする.別に 2-プロパノール 0.50g を正確に量り,ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とする.この液 5mL を正確に量り,ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100mL とし,標準溶液とする.試料溶液及び標準溶液 1.0 μ L につき,次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い,それぞれの液の 2-プロパノールのピーク面積 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:水素炎イオン化検出器

カラム:内径 3mm,長さ 3m のガラス管にガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールコハク酸エステルを,177~250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5%の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度:130 付近の一定温度

キャリアーガス:窒素

流量:2-プロパノールの保持時間が約 1 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 1.0 μ L につき,上記の条件で操作するとき,2-プロパノールのピークの理論段数は 1000 段以上である.

システムの再現性:標準溶液 1.0 μ L につき,上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、2-プロパノールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

乾燥減量 0.5%以下(0.5g, 減圧, 100 , 24 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し, その約 0.3g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 20mL に溶かした後, 無水酢酸 80mL を加え, 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=38.88mgC₁₇H₁₇ClN₆O₃

**ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル 200mg/g・水酸化アルミナ
マグネシウム 400mg/g・沈降炭酸カルシウム 200mg/g 顆粒
Ethyl *p*-Piperidinoacetylaminobenzoate 200mg/g, Magnesium
Hydroxide-Aluminium Hydroxide Co-Precipitate 400mg/g and
Precipitated Calcium Carbonate 200mg/g Granules**

溶出試験 本品約 1g 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 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 2mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品をシリカゲルを乾燥剤として 3 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とする．この液 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 269nm 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．

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

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

W_S : ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品の量(mg)

W_T : ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル・水酸化アルミナマグネシウム・沈降炭酸カルシウム顆粒の秤取量(g)

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

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル	200mg/g	30 分	75% 以上

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル標準品 「ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル($C_{16}H_{22}N_2O_3$)99.0% 以上を含むもの．

