

薬食発第 0907002 号
平成 16 年 9 月 7 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 1）としてとりまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

なお、フマル酸ピソプロロール錠標準品及びセファレキシン徐放顆粒溶出試験については、（別添 2）のとおり差し替えるので、併せて御留意願いたい。

(別紙)

今回収載された成分及び規格

	成分	剤型	規格
(1)	フマル酸ケトチフェン	カプセル	1
		ドライシロップ	1
(2)	セフテラムピボキシル	細粒	1
		錠	2
(3)	ジクロロ酢酸ジイソプロピル アミン	散	1
		錠	1
(4)	臭化水素酸デキストロメトル ファン	散	1
		細粒	1
(5)	塩酸スルトプリド	細粒	1
		錠	3
(6)	フルオキシメステロン	錠	2
(7)	アデニン	錠	1
(8)	イノシン	顆粒	1
(9)	塩酸トリプロリジン	錠	1
(10)	塩酸ホモクロルシクリジン	錠	1
(11)	テオクル酸ジフェニルピラリ ン	散	1
(12)	アルミノパラアミノサリチル 酸カルシウム	顆粒	1
(13)	イソニアジドメタンスルホン 酸ナトリウム	散	1
		錠	1
(14)	エチオナミド	腸溶性錠	1
(15)	L-アスパラギン酸カリウム	散	1
		錠	1
(16)	チニダゾール	錠	2
(17)	メベンダゾール	錠	1
(18)	塩酸メチルフェニデート	散	1
		錠	1
(19)	ペルフェナジン	散	1
(20)	マレイン酸カルピプラミン	散	1
(21)	ウルソデオキシコール酸	顆粒	1
		錠	2
(22)	リン酸ピリドキサール	腸溶性錠	3
(23)	アセチルフェネトライド	散	1
		錠	1
(24)	ピロミド酸	錠	1
			42 (合計)

フマル酸ケトチフェンカプセル

Ketotifen Fumarate Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に フマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)約 1.5 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。別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.015g 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 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、それぞれの液のケトチフェンのピーク面積 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。

フマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)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 : フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：299nm)

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(700 : 300 : 1)1000mL に溶かした液にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：ケトチフェンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリ - 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、ケトチフェ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
1.38mg	30分	80%以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン(日局).

フマル酸ケトチフェンドライシロップ Ketotifen Fumarate Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)約 0.55mg 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(ただし，試料は試験液に分散するように投入する)．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.024g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のケトチフェンのピーク面積 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．

フマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{4}$$

W_S：フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

W_T：フマル酸ケトチフェンドライシロップの秤取量(g)

C：1g 中のフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：299nm)

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

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5g を水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(700：300：1)1000mL に溶かした液にリン酸を加え，pH3.0 に調整する．

流量：ケトチフェンの保持時間が約 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 50μL につき，上記の条件で操作するとき，ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリ - 係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

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

とき，ケトチフェンのピ - 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
1.38mg/g	15 分	85% 以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン(日局) .

セフテラムピボキシル細粒 Cefteram Pivoxil Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフテラムピボキシル約 100mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、崩壊試験法の第 1 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品の量[mg(力価)]

W_T : セフテラムピボキシル細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のセフテラムピボキシルの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価)/g	15 分	80%以上

セフテラムピボキシル錠 Cefteram Pivoxil 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 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 中にセフテラムピボキシル約 22 μ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、水を加えて正確に 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、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品の量[mg(力価)]

C : 1 錠中のセフテラムピボキシルの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	30 分	80% 以上
100mg(力価)	30 分	75% 以上

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散 Diisopropylamine Dichloroacetate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)約 0.02g 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。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミ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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6mL ずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれに酢酸(100)6mL を加えた後、40～60 の水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1 2)6mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1 2)15mL を加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン 6mL を正確に加え、栓をして 10 秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水 6mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 235nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

W_T : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散の秤取量(g)

C : 1g 中のジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)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

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品 「ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)99.0% 以上を含むもの。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン錠 Diisopropylamine Dichloroacetate 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 中にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン(C₆H₁₅N・C₂H₂Cl₂O₂)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。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミ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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6mL ずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれ酢酸(100)6mL を加えた後、40～60 の水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1 2)6mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1 2)15mL を加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン 6mL を正確に加え、栓をして 10 秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水 6mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 235nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン(C₆H₁₅N・C₂H₂Cl₂O₂)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 : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン(C₆H₁₅N・C₂H₂Cl₂O₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	30 分	80% 以上

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品 「ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン(C₆H₁₅N・C₂H₂Cl₂O₂)99.0% 以上を含むもの。

臭化水素酸デキストロメトルファン散 Dextromethorphan Hydrobromide Powder

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g 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。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 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 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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 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。

臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 1.051$$

W_S : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン散の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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シアノプロピ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 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1 : 10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量：デキストロメトルファンの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファ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，デキストロメトルファン[®]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
100mg/g	15 分	85%以上

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン（日局）．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，臭化水素酸デキストロメトルファン(C₁₈H₂₅NO · HBr)99.0% 以上を含むもの．

ジ-n-ブチルアミン (C₄H₉)₂NH : 129.24

性状 無色澄明の液体

密度 (20) 0.756 ~ 0.761g/mL

臭化水素酸デキストロメトルファン細粒 Dextromethorphan Hydrobromide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g 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。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 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 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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 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。

臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 1.051$$

W_S : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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シアノプロピ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 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1 : 10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量：デキストロメトルファンの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファ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，デキストロメトルファン[®]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
100mg/g	15 分	80%以上

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン（日局）．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，臭化水素酸デキストロメトルファン(C₁₈H₂₅NO · HBr)99.0% 以上を含むもの．

ジ-n-ブチルアミン (C₄H₉)₂NH : 129.24

性状 無色澄明の液体

密度 (20) 0.756 ~ 0.761g/mL

塩酸スルトプリド細粒 Sultopride Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いスルトプリド(C₁₇H₂₆N₂O₄S)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 0.5μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 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．別に塩酸スルトプリド標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.03g 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 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

スルトプリド(C₁₇H₂₆N₂O₄S)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S：塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

W_T：塩酸スルトプリド細粒の秤取量(g)

C：1g 中のスルトプリド(C₁₇H₂₆N₂O₄S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
500mg/g	30 分	70% 以上

*スルトプリドとして

塩酸スルトプリド標準品 「塩酸スルトプリド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸スルトプリド(C₁₇H₂₆N₂O₄S・HCl)99.0%以上を含むもの．

塩酸スルトプリド錠 Sultopride Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にスルトプリド ($C_{17}H_{26}N_2O_4S$) 約 56 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に塩酸スルトプリド標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.03g 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 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

スルトプリド($C_{17}H_{26}N_2O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 0.907$$

W_s : 塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスルトプリド($C_{17}H_{26}N_2O_4S$)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
100mg	30 分	85% 以上
200mg	30 分	75% 以上

*スルトプリドとして

塩酸スルトプリド標準品 「塩酸スルトプリド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸スルトプリド($C_{17}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの．

フルオキシメステロン錠 Fluoxymesterone Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフルオキシメステロン(C₂₀H₂₉FO₃)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。別にフルオキシメステロン標準品を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、それぞれの液のフルオキシメステロンのピーク面積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。

フルオキシメステロン(C₂₀H₂₉FO₃)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 : フルオキシメステロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のフルオキシメステロン(C₂₀H₂₉FO₃)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：244nm)

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

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液(1:1)

流量：フルオキシメステロンの保持時間が約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、フルオキシメ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 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルオキシメ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
2mg	90分	80%以上
5mg	90分	75%以上

アデニン錠 Adenine 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 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 中にアデニン($C_5H_5N_5$) 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 10mL を正確に量り、0.05mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にアデニン標準品を 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、0.05mol/L 塩酸試液 50mL を加えた後、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 263nm 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。

アデニン($C_5H_5N_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アデニン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアデニン($C_5H_5N_5$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	90 分	85% 以上

アデニン標準品 「アデニン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アデニン($C_5H_5N_5$)99.0%以上を含むもの。

イノシン顆粒 Inosine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いイノシン($C_{10}H_{12}N_4O_5$)約 0.9g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にイノシン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.020g 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 249nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イノシン($C_{10}H_{12}N_4O_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : イノシン標準品の量(mg)

W_T : イノシン顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のイノシン($C_{10}H_{12}N_4O_5$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
900mg/g	45 分	80% 以上

塩酸トリプロリジン錠 Triprolidine Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸トリプロリジン ($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 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 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トリプロリジン標準品(別途本品 0.3g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のトリプロリジンのピーク面積 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。

塩酸トリプロリジン($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2} \times 1.057$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸トリプロリジン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸トリプロリジン($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オク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 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 750mL に、アセトニトリル 250mL を加える。

流量：トリプロリ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、トリプロリ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 100 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，トリプロリジ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	30分	80%以上

塩酸トリプロリジン標準品 「塩酸トリプロリジン」．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，塩酸トリプロリジン($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$: 314.85)99.0%以上を含むもの．

塩酸ホモクロルシクリジン錠 Homochlorcyclizine Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に塩酸ホモクロルシクリジン($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ホモクロルシクリジン標準品を 110 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につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 232nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

塩酸ホモクロルシクリジン($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$)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 : 塩酸ホモクロルシクリジン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ホモクロルシクリジン($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80% 以上

テオクル酸ジフェニルピラリン散 Diphenylpyraline Chlorotheophyllinate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いテオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約 3mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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。別にテオクル酸ジフェニルピラリン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、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、それぞれの液のジフェニルピラリンのピーク面積 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。

テオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : テオクル酸ジフェニルピラリン標準品の量(mg)

W_T : テオクル酸ジフェニルピラリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のテオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)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：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0.54gをメタノール/薄めたリン酸(1 : 1000)混液(3 : 2)1000mLに溶かす。

流量：ジフェニルピラリンの保持時間が約8分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液100 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ジフェニルピラ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，ジフェニルピラリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15分	85%以上

テオクル酸ジフェニルピラリン標準品 「テオクル酸ジフェニルピラリン」.ただし，乾燥したものを定量するとき，テオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)99.0%以上を含むもの．

アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム顆粒 Calcium Alumino-*p*-aminosalicylate Granules

溶出試験 本品の表示量に従いアルミノパラアミノサリチル酸カルシウム ($C_{14}H_{13}AlCaN_2O_8 \cdot 5H_2O$) 約 0.25g に対応する量を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1-2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、pH6.8 のクエン酸緩衝液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にアルミノパラアミノサリチル酸カルシウム標準品約 0.028g を精密に量り、pH6.8 の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、pH6.8 のクエン酸緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH6.8 のクエン酸緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム($C_{14}H_{13}AlCaN_2O_8 \cdot 5H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム標準品の量(mg)

W_T : アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のアルミノパラアミノサリチル酸カルシウム($C_{14}H_{13}AlCaN_2O_8 \cdot 5H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
990mg/g	15 分	75%以上

アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム標準品 「アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム」。ただし、定量するとき、パラアミノサリチル酸($C_7H_7NO_3$: 153.14)61.0 ~ 62.8%を含むもの。

クエン酸緩衝液, pH6.8 クエン酸一水和物 2.1g を水に溶かして 1000mL とした液に、水酸化ナトリウム試液を加え、pH6.8 に調整する。

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム散 Isoniazid Sodium Methanesulfonate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) 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 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。別にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム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、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 265nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム散の秤取量(g)

C : 1 g 中のイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 (2-イソニコチノイルヒドラジノ)メタンサルホン酸ナトリウム一水和物で、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 水/メタノール混液(3:2)で再結晶を繰り返した後、60℃で2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 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3570 cm^{-1} 、3250 cm^{-1} 、1678 cm^{-1} 、1556 cm^{-1} 、1197 cm^{-1} 、1038 cm^{-1} 、758 cm^{-1} 及び 684 cm^{-1} 付近に吸収を認

める。

類縁物質 本品 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 100mL 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 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 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。次にメタノール/水混液(9:1)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，1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 6.1 ~ 7.1%(0.15g，容量滴定法，直接滴定)。

含量 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，水 10mL に溶かし，更に希塩酸 10mL を加え，5 分間煮沸する。冷後，塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え，1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て淡黄緑色になったとき，更に，インジゴカルミン試液を 3 滴加え，激しくかき混ぜながら 15 秒間に 1 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い，補正する。

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1mL = 6.781mg C₇H₈N₃NaO₄S·H₂O

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム錠 Isoniazid Sodium Methanesulfonate 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，次のろ液ろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)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．別にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム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，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 265nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)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

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 (2-イソニコチノイルヒドラジノ)メタンサルホン酸ナトリウム一水和物で，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 水/メタノール混液(3:2)で再結晶を繰り返した後，60 で 2 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 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3570 cm^{-1} ，3250 cm^{-1} ，1678 cm^{-1} ，1556 cm^{-1} ，1197 cm^{-1} ，1038 cm^{-1} ，758 cm^{-1} 及び 684 cm^{-1} 付近に吸収を認

める。

類縁物質 本品 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 100mL 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 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 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。次にメタノール/水混液(9:1)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，1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 6.1～7.1%(0.15g，容量滴定法，直接滴定)。

含量 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，水 10mL に溶かし，更に希塩酸 10mL を加え，5 分間煮沸する。冷後，塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え，1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て淡黄緑色になったとき，更に，インジゴカルミン試液を 3 滴加え，激しくかき混ぜながら 15 秒間に 1 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い，補正する。

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1mL = 6.781mg C₇H₈N₃NaO₄S·H₂O

エチオナミド腸溶錠 Ethionamide Enteric-coated Tablets

溶出試験

[pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)約 11 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。別にエチオナミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、崩壊試験法の第 1 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : エチオナミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)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。別にエチオナミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする。この液 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 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : エチオナミド標準品の量(mg)

C : 1錠中のエチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
100mg	1.2	120分	5%以下
	6.8	45分	80%以上

エチオナミド標準品 エチオナミド(日局) .ただし ,乾燥したものを定量するとき ,
エチオナミド($C_8H_{10}N_2S$)99.0%以上を含むもの .

L-アスパラギン酸カリウム散 Potassium L-Aspartate Powder

溶出試験 本品の表示量に従い L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)約 0.3g に対応する量を精密に量り、試験液に pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩化カリウム標準品を 130 で 2 時間乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、pH6.8 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、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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 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。

L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 2.296$$

W_S : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_T : L-アスパラギン酸カリウム散の秤取量(g)

C : 1 g 中の L-アスパラギン酸カリウム($C_4H_6KNO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のポリエーテルエーテルケトン樹脂管に 6 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：0.5mol/L 硫酸試液 7mL に水を加えて 1000mL とする。

流量：カリウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カリ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 1500 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、カリウム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
500mg/g	30分	75%以上

塩化カリウム標準品 塩化カリウム(日局) .

陽イオン交換樹脂 ,液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの .
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 ,pH6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に ,クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え , pH6.8 に調整する .

L-アスパラギン酸カリウム錠 Potassium L-Aspartate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 L-アスパラギン酸カリウム(C₄H₆KNO₄)約 0.33mg を含む液となるように pH6.8 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 とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし 試料溶液とする。別に塩化カリウム標準品を 130 で 2 時間乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、pH6.8 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、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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 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。

L-アスパラギン酸カリウム(C₄H₆KNO₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 2.296$$

W_S : 塩化カリウム標準品の量(mg)

C : 1 錠中の L-アスパラギン酸カリウム(C₄H₆KNO₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のポリエーテルエーテルケトン樹脂管に 6 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：0.5mol/L 硫酸試液 7mL に水を加えて 1000mL とする。

流量：カリウムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カリ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 1500 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、カリウム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
300mg	45 分	75% 以上

塩化カリウム標準品 塩化カリウム(日局)。

陽イオン交換樹脂,液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの。
リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に,クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え, pH6.8 に調整する。

チニダゾール錠 Tinidazole 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 中にチニダゾール ($C_8H_{13}N_3O_4S$) 約 13 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にチニダゾール標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.027g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 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 317nm 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。

チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : チニダゾール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	30 分	85% 以上
500mg	45 分	75% 以上

チニダゾール標準品 チニダゾール (日局) .ただし、乾燥したものを定量するとき、チニダゾール($C_8H_{13}N_3O_4S$)99.0%以上を含むもの。

メベンダゾール錠 Mebendazole Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 0.1g に崩壊試験法の第 1 液を加えて 1000mL 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 中にメベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃) 約 0.11mg を含む液となるようにポリソルベート 80 0.1g に崩壊試験法の第 1 液を加えて 1000mL とした液を加えて正確に V' mL とする．この液 10mL を正確に量り，テトラヒドロフラン 5mL を正確に加え，更にポリソルベート 80 0.1g に崩壊試験法の第 1 液を加えて 1000mL とした液を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．別にメベンダゾール標準品を酸化リン()を乾燥剤として 100 で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，テトラヒドロフランに溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，ポリソルベート 80 0.1g に崩壊試験法の第 1 液を加えて 1000mL とした液を加えて正確に 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 287nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

メベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃)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_S : メベンダゾール標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメベンダゾール(C₁₆H₁₃N₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	120 分	70% 以上

メベンダゾール標準品 C₁₆H₁₃N₃O₃ : 295.29 メチル 5-ベンゾイル-2-ベンズイミダゾールカルバメートで，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 メベンダゾール 100g を薄めたギ酸(17 20)400mL に加え，60 で 15 分間攪拌し，減圧ろ過する．55 に加温したろ液に水 400mL を徐々に加えた後，メベンダゾールの種晶を加えて，25 で 1 時間攪拌し，析出した結晶をろ取す

る。結晶を水 200mL 及びアセトン 100mL で洗浄し，90℃ で 17 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶である。

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき，波数 3410cm^{-1} 及び 1720cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.1g をクロロホルム/ギ酸混液(9:1)10mL 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/ギ酸混液(9:1)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 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ギ酸/メタノール混液(18:1:1)を展開溶媒として約 12cm 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，減圧，酸化リン()，100℃，4 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し，その約 0.23g を精密に量り，ギ酸 3mL に溶かし，更に非水滴定用酢酸 40mL 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 = 29.529mg $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3$

塩酸メチルフェニデート散 Methylphenidate Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)約 0.01g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メチルフェニデート標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 16mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 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、それぞれの液のメチルフェニデートのピーク面積 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。

塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸メチルフェニデート標準品の量(mg)

W_T : 塩酸メチルフェニデート散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

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/トリエチルアミン混液(160 : 40 : 1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：メチルフェニデートの保持時間が約 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、メチルフェニデ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、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，メチルフェニデートのピーク面積の相対標準偏差は，2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15分	80%以上

塩酸メチルフェニデート標準品 「塩酸メチルフェニデート」.

塩酸メチルフェニデート錠 Methylphenidate Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メチルフェニデート標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 16mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 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、それぞれの液のメチルフェニデートのピーク面積 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。

塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メチルフェニデート標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸メチルフェニデート($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：257nm)

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/トリエチルアミン混液(160 : 40 : 1)にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量：メチルフェニデートの保持時間が約 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、メチルフェニデ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、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，メチルフェニデートのピーク面積の相対標準偏差は，2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15分	75%以上

塩酸メチルフェニデート標準品 「塩酸メチルフェニデート」.

ペルフェナジン散 Perphenazine 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ペルフェナジン (C₂₁H₂₆ClN₃OS)約 8mg に対応する量を精密に量り、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 0.45μm 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。別にペルフェナジン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 65 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g 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 255nm 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。

ペルフェナジン (C₂₁H₂₆ClN₃OS) 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 : ペルフェナジン標準品の量 (mg)

W_T : ペルフェナジン散の秤取量 (g)

C : 1g 中のペルフェナジン (C₂₁H₂₆ClN₃OS) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	80% 以上

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。

マレイン酸カルピプラミン散 Carpipramine Maleate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いマレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)約 0.063g 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 10mL とし，試料溶液とする．別にマレイン酸カルピプラミン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 105 で 8 時間減圧乾燥し，その約 0.018g を精密に量り，水 30mL 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 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 247nm 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．

マレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : マレイン酸カルピプラミン標準品の量(mg)

W_T : マレイン酸カルピプラミン散の秤取量(g)

C : 1g 中のマレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
126mg/g	30 分	75%以上

マレイン酸カルピプラミン標準品 「マレイン酸カルピプラミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，マレイン酸カルピプラミン($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$)99.0% 以上を含むもの．

ウルソデオキシコール酸顆粒 Ursodeoxycholic Acid Granules

溶出試験 本品の表示量に従いウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約0.05g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、次のろ液を試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸標準品を105で2時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1-2)を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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、それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 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。

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_S : ウルソデオキシコール酸標準品の量(mg)

W_T : ウルソデオキシコール酸顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)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 : 薄めたリン酸(1-500)/アセトニトリル混液(11 : 9)

流量 : ウルソデオキシコール酸の保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ウルソデオキシコー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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ウルソデオキシコー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
50mg/g	15分	80%以上

ウルソデオキシコール酸標準品 ウルソデオキシコール酸(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)99.0%以上を含むもの。

ウルソデオキシコール酸錠 Ursodeoxycholic Acid 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)約 56 μ g を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする。別にウルソデオキシコール酸標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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，それぞれの液のウルソデオキシコール酸のピーク面積 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。

ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_s : ウルソデオキシコール酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)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：薄めたリン酸(1 500)/アセトニトリル混液(11 : 9)

流量：ウルソデオキシコール酸の保持時間が約 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ウルソデオキシコー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 100 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ウルソデオキシコー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
50mg	30分	80%以上
100mg	45分	70%以上

ウルソデオキシコール酸標準品 ウルソデオキシコール酸(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ウルソデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)99.0%以上を含むもの。

リン酸ピリドキサル腸溶錠 Pyridoxal Phosphate Enteric-coated Tablets

溶出試験

[pH1.2] 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1 10000) 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 中にリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)約 11 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1 10000)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を酸化リン()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、ラウリル硫酸ナトリウムの崩壊試験法の第 1 液溶液(1 10000)に溶かし、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の崩壊試験法の第 1 液溶液(1 10000)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 295nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 500nm 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。

リン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : リン酸ピリドキサル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量(mg)

[pH6.8] 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1 10000) 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 中にリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)約 11 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1 10000)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を酸化リン()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、ラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素

二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1 10000)に溶かし，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の pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1 10000)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 388nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 500nm 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．

リン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : リン酸ピリドキサル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のリン酸ピリドキサル($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
10mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上
20mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上
30mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え，pH6.8 に調整する．

アセチルフェネトライド散 Acetylpheneturide Powder

溶出試験 本品の表示量に従いアセチルフェネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液にポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL とした液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアセチルフェネトライド標準品を酸化リン()を乾燥剤として 60 で 3 時間減圧(0.67kpa 以下)乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、ポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL とした液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ポリソルベート 80 0.1g に水を加えて 1000mL 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 257nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アセチルフェネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : アセチルフェネトライド標準品の量(mg)

W_T : アセチルフェネトライドの秤取量(g)

C : 1g 中のアセチルフェネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	90 分	75% 以上

アセチルフェネトライド標準品 「アセチルフェネトライド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセチルフェネトライド($C_{13}H_{16}N_2O_3$)99.0% 以上を含むもの。

アセチルフェネトライド錠 Acetylpheneturide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 200)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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアセチルフェネトライド(C₁₃H₁₆N₂O₃)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(1 200)を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別にアセチルフェネトライド標準品を酸化リン()を乾燥剤として 60 で 3 時間減圧(0.67kpa 以下)乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノール 2mL に溶かした後，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につき，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1 200)を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 257nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

アセチルフェネトライド(C₁₃H₁₆N₂O₃)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 : アセチルフェネトライド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセチルフェネトライド(C₁₃H₁₆N₂O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45 分	75% 以上

アセチルフェネトライド標準品 「アセチルフェネトライド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，アセチルフェネトライド(C₁₃H₁₆N₂O₃)99.0% 以上を含むもの．

ピロミド酸錠 Piromidic Acid 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の pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3 200) 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にピロミド酸(C₁₄H₁₆N₄O₃)約 2.8 μ g を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3 200)を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする。別にピロミド酸標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウムの pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3 200)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の pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(3 200)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につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 274nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ピロミド酸(C₁₄H₁₆N₄O₃)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 : ピロミド酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のピロミド酸(C₁₄H₁₆N₄O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45 分	75%以上

ピロミド酸標準品 「ピロミド酸」。ただし，乾燥したものを定量するとき，ピロミド酸(C₁₄H₁₆N₄O₃)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH8.0 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え，pH8.0 に調整する。

フマル酸ビソプロロール錠 Bisoprolol Fumarate 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中にフマル酸ビソプロロール ($C_{18}H_{31}NO_4 \cdot 1/2C_4H_4O_4$) 約2.8 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。別にフマル酸ビソプロロール標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として80℃で5時間減圧乾燥し、その約0.014g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2mL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 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、それぞれの液のビソプロ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。

フマル酸ビソプロロール ($C_{18}H_{31}NO_4 \cdot 1/2C_4H_4O_4$) 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 : フマル酸ビソプロロール標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフマル酸ビソプロロール ($C_{18}H_{31}NO_4 \cdot 1/2C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：225nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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 4.08g を水 1000mL に溶かす。この液にリン酸を加え、pH2.5 に調整した液 750mL にアセトニトリル 250mL を加える。

流量：ビソプロ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、ビソプロロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性:標準溶液50 μ Lにつき,上記の条件で試験を6回繰り返すとき,
 ビソプロ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
2.5mg	30分	85%以上
5mg	30分	85%以上

フマル酸ビソプロロール標準品 $C_{18}H_{31}NO_4 \cdot 1/2C_4H_4O_4$:383.48 (±)-1-[p-[(2-イソプロポキシエトキシ)メチル]フェノキシ]-3-イソプロピルアミノ-2-プロパノール 1/2フマル酸塩で,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法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき,波数 1610cm^{-1} , 1571cm^{-1} , 1511cm^{-1} , 1240cm^{-1} 及び 1079cm^{-1} 付近に吸収を認める.

純度試験 類縁物質 本品 0.05g を水/アセトニトリル混液 (3:1) 100mL に溶かし,試料溶液とする.この液 1mL を正確に量り,水/アセトニトリル混液(3:1)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,試料溶液のビソプロロール以外のピークの合計面積は,標準溶液のビソプロロールのピーク面積の 1/5 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:225nm)

カラム:内径 4.6mm,長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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 4.08g を水 1000mL に溶かす.この液にリン酸を加え,pH2.5 に調整した液 750mL にアセトニトリル 250mL を加える.

流量:ビソプロロールの保持時間が約 8 分になるように調整する.

面積測定範囲:フマル酸のピークの後からビソプロロールの保持時間の約 2 倍の範囲

システムの適合性

検出の確認:標準溶液 20 μ L から得たビソプロロールのピーク高さが 3~7mm になるように調整する.

システムの性能:本品 0.01g 及びパラオキシ安息香酸イソプロピル 0.02g を水/アセトニトリル混液 (3:1) 50mL に溶かす.この液 20 μ L につき,上記の条件で操作するとき,フマル酸,ビソプロロール,パラオキシ安息香酸イソ

プロピルの順に溶出し，ビソプロロールとパラオキシ安息香酸イソプロピルの分離度は 12 以上である．

乾燥減量 0.5%以下(1g，減圧，酸化リン(V)，80℃，5時間)．

含量 99.0% 以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.6g を精密に量り，酢酸(100) 70mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：クリスタルバイオレット 試液 2 滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て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 過塩素酸 1mL = 38.348mg $C_{18}H_{31}NO_4 \cdot 1/2C_4H_4O_4$

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．

セファレキシン徐放顆粒 Cefalexin Extended-release Granules

溶出試験

[pH1.2] 本品 1 包をとり、試験液に崩壊試験の第 1 液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にセファレキシン約 22 μ g(力価)を含む液となるように崩壊試験の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、崩壊試験の第 1 液に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 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。

セファレキシンの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : セファレキシン標準品の量[mg(力価)]

C : 1 包中のセファレキシンの表示量[mg(力価)]

[pH6.8] 本品 1 包をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にセファレキシン約 22 μ g(力価)を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 50mL とする。この液 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 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。

セファレキシンの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : セファレキシンの標準品の量[mg(力価)]

C : 1包中のセファレキシンの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
200mg(力価)/包	1.2	30分	25～35%
	6.8	60分	70%以上
500mg(力価)/包	1.2	30分	25～35%
	6.8	45分	75%以上