

薬食発第 0120002 号
平成 17 年 1 月 20 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）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。

ダントロレンナトリウムカプセル

Dantrolene Sodium Capsules

溶出試験 溶出液採取後の操作は速やかに行う。本品 1 個をとり、試験液に水 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3 \frac{1}{2}H_2O$)約 5.6 μ g を含む液となるように水/アセトニトリル混液(3:2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にダントロレンナトリウム標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、水/アセトニトリル混液(3:2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液(3:2)を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水/アセトニトリル混液(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 385nm 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。

ダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3 \frac{1}{2}H_2O$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 1.188$$

W_S : 脱水物に換算したダントロレンナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5 \cdot 3 \frac{1}{2}H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	45 分	85%以上
50mg	30 分	75%以上

ダントロレンナトリウム標準品 ダントロレンナトリウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ダントロレンナトリウム($C_{14}H_9N_4NaO_5 : 336.23$)99.0%以上を含むもの。

ジアゼパム細粒 Diazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)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 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。別にジアゼパム標準品を 105 で 2 時間乾燥し、約 0.028g 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 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 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。

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ジアゼパム標準品の量(mg)

W_T : ジアゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	45 分	75%以上

ジノプロストン錠 Dinoprostone 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 中にジノプロストン(C₂₀H₃₂O₅)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，試料原液とする．別にジノプロストン標準品を酸化リン(V)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，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，標準原液とする．試料原液及び標準原液 4mL ずつを正確に量り，水酸化カリウムのメタノール/水混液(4：1)溶液(7→125)2mL ずつを正確に加えて振り混ぜ，10 分間放置する．この液に 1mol/L 塩酸試液 2mL ずつを正確に加えて振り混ぜ，試料溶液及び標準溶液とする．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，それぞれの液のジノプロストンの B₂ 変換体のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

ジノプロストン(C₂₀H₃₂O₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{4}$$

W_S：ジノプロストン標準品の量(mg)

C：1 錠中のジノプロストン(C₂₀H₃₂O₅)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填する．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/リン酸混液(3250：1750：3)

流量：ジノプロストンの B₂ 変換体の保持時間が約 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，ジノプロストンの B₂ 変換体のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，

それぞれ 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジノプロストンの B₂変換体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	15 分	85%以上

ジノプロストン標準品 C₂₀H₃₂O₅：352.47 (Z)-7-[(1R, 2R, 3R)-3-ヒドロキシ-2-[(1E)-(3S)-3-ヒドロキシ-1-オクテニル]-5-オキソシクロペンチル]-5-ヘプテン酸で，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 ジノプロストンを酢酸エチルを用いて 3 回再結晶し，酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1→20000)1mL に水酸化カリウムのメタノール溶液(17→100)0.5mL 及びメタノール 0.5mL を加え、5 分間放置後，更にメタノールを加えて全量を 10mL とする．この液につき，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 275～280nm に吸収の極大を示す．

(2) 本品のクロロホルム溶液(1→20)につき，赤外吸収スペクトル測定法の溶液法により測定するとき，波数 1745cm⁻¹，1715cm⁻¹，1160cm⁻¹，1075cm⁻¹ 及び 970cm⁻¹ 付近に吸収を認める．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ ：-79～-85° (乾燥後，0.1g，エタノール(99.5)，5mL，100mm)．

類縁物質 本品 5mg をメタノール 5mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200mL とし，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/イソオクタン/酢酸(100)混液(11：10：4：2)の上層を展開溶媒として，約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに 4-メトキシベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，150℃で 3 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 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．

乾燥減量 1.0%以下(0.5g，減圧，酸化リン(V)，4 時間)．

含量 99.0%以上． **定量法** 本品を乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，エタノール(99.5)5mL に溶かし，0.04mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬：フェノールフタレイン試液 1 滴)．ただし，滴定の終点は液がごくうすい赤色

を呈したときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.04 mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 14.099mgC₂₀H₃₂O₅

0.04mol/L 水酸化ナトリウム液 1000mL 中水酸化ナトリウム(NaOH：40.00)1.5999g
を含む．

調製 用時，0.2mol/L 水酸化ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 5 倍容量とする．

ジソピラミドカプセル

Disopyramide 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にジソピラミド(C₂₁H₂₉N₃O)約 56μg 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．別にジソピラミド標準品を 80 ° で 2 時間減圧乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 261nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

ジソピラミド(C₂₁H₂₉N₃O)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 : ジソピラミド標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のジソピラミド(C₂₁H₂₉N₃O)の表示量(mg)

溶出規格

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

フルタゾラム錠 Flutazolam 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にフルタゾラム ($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$) 約 4.4 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(%)

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

W_S : フルタゾラム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のフルタゾラム($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$)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
4mg	30 分	80%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．

メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン錠

N-Methylscopolamine Methylsulfate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 中にメチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン($C_{19}H_{27}NO_8S$)約 1.1 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にメチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン標準品を 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 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 30 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液の *N*-メチルスコポ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．

メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン($C_{19}H_{27}NO_8S$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン($C_{19}H_{27}NO_8S$)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：0.2mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液(7:3)

流量：*N*-メチルスコポラミンの保持時間が約 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 30 μ L につき，上記条件で操作するとき，*N*-メチルスコポ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 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 30 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*N*-メチルスコポ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
1mg	45 分	85%以上

メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン標準品 「メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン」.
 ただし，乾燥したものを定量するとき，メチル硫酸 *N*-メチルスコポラミン
 (C₁₉H₂₇NO₈S)99.0 %以上を含むもの．

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．

塩酸ロペラミド散

Loperamide Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)約 1mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 30mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 20mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ロペラミド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ロペラミド散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

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：塩酸トリエチルアミン 3.0g を薄めたリン酸(1→10)10mL 及び水に溶かし、550mL とする。この液にアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 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。

返すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.5mg/g	15 分	85%以上

塩酸トリエチルアミン $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上．定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 → 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 → 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N} \cdot \text{HCl}$

貯法 遮光した気密容器．

デキストリン デキストリン(日局)．

塩酸ロペラミド細粒

Loperamide Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)約 1mg 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(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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準品を 105℃ で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 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 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ロペラミド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ロペラミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ロペラミド($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

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填する。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：塩酸トリエチルアミン 3.0g を水 540mL に溶かし、薄めたリン酸 (1→10)10mL 及びアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 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，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.5mg/g	15 分	85%以上
1mg/g	15 分	75%以上
2mg/g	30 分	75%以上

塩酸トリエチルアミン $C_6H_{15}N \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上．定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 $\rightarrow$ 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 $\rightarrow$ 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg $C_6H_{15}N \cdot HCl$

貯法 遮光した気密容器．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 0.05 mol/L pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とする．この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．

デキストリン デキストリン(日局)．

塩酸ロペラミドカプセル

Loperamide 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 中に塩酸ロペラミド(C₂₉H₃₃ClN₂O₂ · HCl)約 1.1 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド(C₂₉H₃₃ClN₂O₂ · HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ロペラミド標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の塩酸ロペラミド(C₂₉H₃₃ClN₂O₂ · HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

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：塩酸トリエチルアミン 3.0g を水 540mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)10mL 及びアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 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。

返すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	60 分	70%以上

塩酸トリエチルアミン $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上．定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 → 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 → 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N} \cdot \text{HCl}$

貯法 遮光した気密容器．

デキストリン デキストリン(日局)．

**ジプロフィリン 100mg ・ ノスカピン 5mg ・ 塩酸エフェドリン 10mg ・
塩酸ジフェンヒドラミン 10mg ・ 塩酸パパベリン 10mg 錠**
**Diprophylline 100mg, Noscapine 5mg, Ephedrine Hydrochloride 10mg,
Diphenhydramine Hydrochloride 10mg and Papaverine Hydrochloride
10mg 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 0.45μm 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(1)とする．試料溶液(1)5mL 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(2)とする．本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

ジプロフィリン

別にジプロフィリン標準品を 105 ° で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液(2)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 273nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 330nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．

ジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : ジプロフィリン標準品の量(mg)

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

ノスカピン・塩酸エフェドリン・塩酸ジフェンヒドラミン・塩酸パパベリン

別にノスカピン標準品を 105 ° で 4 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，水を加えて正確に 100mL とし，標準原液(1)とする．また，105 ° で 3 時間乾燥した塩酸エフェドリン，105 ° で 3 時間乾燥した塩酸ジフェンヒドラミン標準品及び 105 ° で 4 時間乾燥した定量用塩酸パパベリン約 0.022g ずつを精密に量り，メタノール 10mL に溶かした後，水を加えて正確に 100mL とし，標準原液(2)とする．標準原液(1) 2mL 及び標準原液(2) 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(1)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，それぞれの液のノスカピンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，

エフェドリンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} , ジフェンヒドラミンのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 並びにパパベリンのピーク面積 A_{Td} 及び A_{Sd} を測定する .

ノスカピン($C_{22}H_{23}NO_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 18$$

塩酸エフェドリン($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 45$$

塩酸ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 45$$

塩酸パパベリン($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sd} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 45$$

W_{Sa} : ノスカピン標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩酸エフェドリンの量(mg)

W_{Sc} : 塩酸ジフェンヒドラミン標準品の量(mg)

W_{Sd} : 定量用塩酸パパベリンの量(mg)

C_a : 1 錠中のノスカピン($C_{22}H_{23}NO_7$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中の塩酸エフェドリン($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_c : 1 錠中の塩酸ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$)の表示量(mg)

C_d : 1 錠中の塩酸パパベリン($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)

カラム：内径 4.6mm , 長さ 25cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する .

カラム温度：40 ° 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の薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→532)/アセトニトリル/メタノール混液(14：5：4)

流量：ジフェンヒドラミンの保持時間が約 18 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 , エフェドリン , パパベリン , ノスカピン , ジフェンヒドラミンの順に溶出し , エフェドリンとパパベリンの分離度は 12 以上であり , パパベリンとノス

カピンの分離度は 2.0 以上であり，各々のピークの理論段数及びシンメトリ係数は，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，エフェドリン，パパベリン，ノスカピン及びジフェンヒドラミンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
ジプロフィリン	100mg	90 分	75%以上
ノスカピン	5mg		70%以上
塩酸エフェドリン	10mg		75%以上
塩酸ジフェンヒドラミン	10mg		75%以上
塩酸パパベリン	10mg		75%以上

塩酸ジフェンヒドラミン標準品 塩酸ジフェンヒドラミン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$)99.0%以上含むもの．

ノスカピン標準品 ノスカピン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，ノスカピン($C_{22}H_{23}NO_7$) 99.0%以上含むもの．

ヒベンズ酸プロメタジン散 Promethazine Hibenzate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いヒベンズ酸プロメタジン($C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約 0.041g 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 0.45 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、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 25mL とし、試料溶液とする。別にヒベンズ酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.023g 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 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 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。

ヒベンズ酸プロメタジン($C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ヒベンズ酸プロメタジン標準品の量(mg)

W_T : ヒベンズ酸プロメタジン散の秤取量(g)

C : 1g中のヒベンズ酸プロメタジン($C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
165mg/g	60 分	70%以上

ヒベンズ酸プロメタジン標準品 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$: 526.65 *N,N*-ジメチル-1-[(フェノチアジン-10-イル)メチル]エチルアミン-ヒベンズ酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(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 253～256nm 及び 287～291nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測

定するとき、波数 3230cm^{-1} 、 1654cm^{-1} 、 1602cm^{-1} 、 1460cm^{-1} 、 1360cm^{-1} 、 1050cm^{-1} 、 835cm^{-1} 及び 751cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.01g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 1mL に溶かし、アセトニトリルを加えて 50mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプロメタジン以外のピーク面積は、標準溶液のプロメタジンのピーク面積より大きくなく、かつ、試料溶液のプロメタジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロメタジンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm 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：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56g を水 900mL に溶かし、0.05mol/L 水酸化カリウム試液を加え、pH6.8 に調整し、水を加えて 1000mL とする。この液 400mL にアセトニトリル 600mL を加える。

流量：プロメタジンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロメタジンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて 25mL とする。この液 10 μ L から得たプロメタジンのピーク面積が標準溶液のプロメタジンのピーク面積の 10~30%になることを確認する。

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸メチル 5mg ずつを *N,N*-ジメチルホルムアミド 1mL に溶かした後、アセトニトリルを加えて 250mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒベンズ酸、パラオキシ安息香酸メチル、プロメタジンの順に溶出し、パラオキシ安息香酸メチルとプロメタジンの分離度は 10 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、プロメタジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

乾燥減量 0.5%以下(0.5g、105 °、3 時間)。

含量 99.0%以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 1.0g を精密に量り、酢酸 (100)50mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 52.67mgC₁₇H₂₀N₂S · C₁₄H₁₀O₄

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．

酢酸メテノロン錠

Metenolone Acetate 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(7→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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に酢酸メテノロン(C₂₂H₃₂O₃)約 5.6 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(7→1000)を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に酢酸メテノロン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(7→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 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メテノロンのピーク面積 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．

酢酸メテノロン(C₂₂H₃₂O₃)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：酢酸メテノロン標準品の量(mg)

C：1 錠中の酢酸メテノロン(C₂₂H₃₂O₃)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：メタノール/水混液(4：1)

流量：酢酸メテノロンの保持時間が約 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，酢酸メテノ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 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，酢酸メテノ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
5mg	90 分	80%以上

酢酸メテノロン標準品 酢酸メテノロン(日局) . ただし , 乾燥したものを定量するとき , 酢酸メテノロン($C_{22}H_{32}O_3$)99.0%以上を含むもの .

L-アスパラギン酸カルシウム錠

Calcium L-Aspartate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH6.8 のクエン酸緩衝液 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-アスパラギン酸カルシウム無水物(C₈H₁₂CaN₂O₈)約 0.22mg を含む液となるように pH6.8 のクエン酸緩衝液を加えて正確に V' mL とする．この液 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．別に沈降炭酸カルシウム標準品を 180 ° で 4 時間乾燥し，その約 0.029g を精密に量り，0.1mol/L 塩酸試液 5mL に溶かした後，試験液を加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 20mL とする．更にこの液 4mL を正確に量り，水を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 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シウムのピーク面積 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-アスパラギン酸カルシウム無水物(C₈H₁₂CaN₂O₈)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 225 \times 3.040$$

W_s：沈降炭酸カルシウム標準品の量(mg)

C：1 錠中の L-アスパラギン酸カルシウム無水物(C₈H₁₂CaN₂O₈)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製樹脂管に 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 8mL に水を加えて 1000mL とする．

流量：カルシ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 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，カルシ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 1000 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，カルシ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
200mg	30 分	80%以上

* L-アスパラギン酸カルシウム無水物として

沈降炭酸カルシウム標準品 沈降炭酸カルシウム(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，沈降炭酸カルシウム(CaCO_3)99.0%以上含むもの．

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，1000mL とする．この液に水酸化ナトリウム試液を加え，pH6.8 に調整する．

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．

グルコン酸カリウム細粒

Potassium Gluconate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いグルコン酸カリウム($C_6H_{11}KO_7$)0.94g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩化カリウム標準品を 130 で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 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。

グルコン酸カリウム($C_6H_{11}KO_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800 \times 3.142$$

W_S : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_T : グルコン酸カリウム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のグルコン酸カリウム($C_6H_{11}KO_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

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

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1→3140)

流量：カリウムの保持時間が約 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、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 20 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 2.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
937mg/g	15 分	85%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 .

グルコン酸カリウム錠

Potassium Gluconate 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 中にグルコン酸カリウム(C₆H₁₁KO₇)約 0.65mg 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．別に塩化カリウム標準品を 130 で 2 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．

グルコン酸カリウム(C₆H₁₁KO₇)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 3.142$$

W_s：塩化カリウム標準品の量(mg)

C：1 錠中のグルコン酸カリウム(C₆H₁₁KO₇)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

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

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1→3140)

流量：カリウムの保持時間が約 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，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 20 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 2.5%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
585mg	60 分	80%以上
1170mg	90 分	80%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 .

硫酸鉄徐放錠

Ferrous Sulfate Extended-release Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37 ± 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 中に鉄(Fe)約 $56\mu\text{g}$ 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。別に硫酸鉄標準品約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3mL ずつを正確に量り、それぞれにメルカプト酢酸 0.1mL 及びアンモニア水(28)5mL を加えた後、水を加えて正確に 25mL とする。これらの液につき、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 535nm 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鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)($n = 1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 0.201$$

W_s : 硫酸鉄標準品の量(mg)

C : 1 錠中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	30 分	15 ~ 45 %
	60 分	35 ~ 65 %
	3 時間	85 % 以上
100mg	90 分	20 ~ 50 %
	2 時間	30 ~ 60 %
	5 時間	80 % 以上
105mg	60 分	10 ~ 40 %
	2 時間	30 ~ 60 %
	6 時間	75 % 以上

*鉄として

硫酸鉄標準品 硫酸鉄(日局)。ただし、定量するとき、硫酸鉄($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)99.0 ~ 102.0%を含むもの。

塩酸ドスレピン錠

Dosulepin 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 中に塩酸ドスレピン ($C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$) 約 9.3 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ドスレピン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.023g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 4mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 228nm 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．

塩酸ドスレピン($C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ドスレピン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ドスレピン($C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	60 分	75%以上

塩酸ドスレピン標準品 「塩酸ドスレピン」を次に示す方法により精製し，乾燥したものを定量するとき，塩酸ドスレピン($C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$)99.0%以上を含み，下記の規格に適合するもの．

精製法 塩酸ドスレピンをエタノール(99.5)/ジエチルエーテル混液(1 : 1)を用いて 5 回再結晶を行い，得られた結晶を 105 で 4 時間乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

融点 224 ~ 225

乾燥減量 0.2%以下(1g , 105 , 4 時間)．

塩酸フロロピパミド散 Floropipamide Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)約 0.05g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法(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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸フロロピパミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、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 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、それぞれの液のフロロピパミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)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 : 塩酸フロロピパミド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸フロロピパミド散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：248nm)

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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液(7：3)

流量：フロロピパミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フロロピパミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	80%以上

塩酸フロロピパミド標準品 「塩酸フロロピパミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの.

塩酸フロロピパミド錠

Floropipamide 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 中に塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)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。別に塩酸フロロピパミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、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 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、それぞれの液のフロロピパミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸フロロピパミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：248nm)

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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液(7：3)

流量：フロロピパミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フロロピパミドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30 分	85%以上

塩酸フロロピパミド標準品 「塩酸フロロピパミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸フロロピパミド($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの.

塩酸ミアンセリン錠

Mianserin 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 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 中に塩酸ミアンセリン(C₁₈H₂₀N₂ · HCl)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ミアンセリン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 65 で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、それぞれの液のミアンセリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ミアンセリン(C₁₈H₂₀N₂ · 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 : 塩酸ミアンセリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ミアンセリン(C₁₈H₂₀N₂ · HCl)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：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 5.1g を水に溶かし、酢酸(100)8.5mL を加え、水を加えて 1000mL とする。この液 200mL に、メタノール 650mL 及び水 150mL を加える。

流量：ミアンセリンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ミアンセリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 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、ミアンセリ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	15 分	75%以上
30mg	45 分	70%以上

塩酸ミアンセリン標準品 「塩酸ミアンセリン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸ミアンセリン($C_{18}H_{20}N_2 \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの.

グルタチオン腸溶錠

Glutathione 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 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にグルタチオン(C₁₀H₁₇N₃O₆S)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を 105 で 3 時間乾燥し、その約 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(C₁₀H₁₇N₃O₆S)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 : グルタチオン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のグルタチオン(C₁₀H₁₇N₃O₆S)の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、試験液に pH6.8 のクエン酸緩衝液 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 0.5 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 中にグルタチオン(C₁₀H₁₇N₃O₆S)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を 105 で 3 時間乾燥し、その約 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(%)

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

W_s : 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	pH	規定時間	溶出率
100mg	1.2	120 分	5%以下
	6.8	90 分	85%以上

グルタチオン標準品 グルタチオン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，グルタチオン($C_{10}H_{17}N_3O_6S$)99.0%以上を含むもの．

クエン酸緩衝液，pH 6.8 クエン酸一水和物 2.1g を水に溶かし，1000mL とし，水酸化ナトリウム試液を加え，pH 6.8 に調整する．

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，pH 4.0 に調整する．

セファトリジンプロピレングリコールカプセル

Cefatrizine Propylene Glycolate 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にセファトリジンプロピレングリコール約 0.28mg(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約 28mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 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，それぞれの液のセファト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．

セファトリジンプロピレングリコールの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : セファトリジンプロピレングリコール標準品の量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中のセファトリジンプロピレングリコールの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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溶液(17→12500) / メタノール混液(4：1)

流量：セファトリジンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，セファト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 2000 段以上，2.0 以下である．

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg(力価)	60 分	70%以上

L-グルタミン酸 265mg ・ L-アラニン 100mg ・ グリシン 45mg カプセル
L-Glutamic Acid 265mg, L-Alanine 100mg and Glycine 45mg 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 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 L-グルタミン酸標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.024g を精密に量り，水を加えて正確に 100mL とし，標準原液(1)とする．別に L-アラニン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，水を加えて正確に 200mL とし，標準原液(2)とする．別にグリシン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.02g を精密に量り，水を加えて正確に 200mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)5mL，標準原液(2) 4mL 及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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 L-グルタミン酸のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，L-アラニンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにグリシンのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 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-グルタミン酸($C_5H_9NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1125$$

L-アラニン($C_3H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

グリシン($C_2H_5NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 225$$

W_{Sa} : L-グルタミン酸標準品の量(mg)

W_{Sb} : L-アラニン標準品の量(mg)

W_{Sc} : グリシン標準品の量(mg)

C_a : 1 カプセル中の L-グルタミン酸($C_5H_9NO_4$)の表示量(mg)

C_b : 1 カプセル中の L-アラニン($C_3H_7NO_2$)の表示量(mg)

C_c : 1 カプセル中のグリシン($C_2H_5NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：蛍光検出器(励起波長：340nm，測定波長：455nm)

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：45 付近の一定温度

反応コイル：内径 0.5mm，長さ 2m の管

移動相：L-酒石酸 1.5g 及びラウリル硫酸ナトリウム 14.4g に水を加えて 1000mL とする．

反応試薬：四ホウ酸ナトリウム十水和物 19g を水 300mL に溶かし，o-フタルアルデヒド 160mg 及び 3-メルカプトプロピオン酸 0.2mL をメタノール 10mL に溶かした液を加え，水を加えて 500mL とする．

反応温度：45 付近の一定温度

移動相流量：毎分約 1.4mL

反応試薬流量：毎分約 0.9mL

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，L-グルタミン酸，グリシン，L-アラニンの順に溶出し，その分離度はそれぞれ 1.5 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，L-グルタミン酸，グリシン及び L-アラニン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
L-グルタミン酸	265mg	30 分	80%以上
L-アラニン	100mg		85%以上
グリシン	45mg		85%以上

L-アラニン標準品 「L-アラニン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，L-アラニン(C₃H₇NO₂)99.0%以上を含むもの．

グリシン標準品 グリシン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，グリシン(C₂H₅NO₂)99.0%以上を含むもの．

L-グルタミン酸標準品 「L-グルタミン酸」．ただし，乾燥したものを定量するとき，L-グルタミン酸(C₅H₉NO₄)99.0%以上を含むもの．

3-メルカプトプロピオン酸 C₃H₆O₂S：106.14 無色～淡黄色の液体である．

含量 97.0%以上． 定量法 本品約 3g を精密に量り，水を加えて正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り水 50mL を加え，0.5mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL = 53.07mg C₃H₆O₂S

塩酸メタンフェタミン錠

Methamphetamine 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 中に塩酸メタンフェタミン($C_{10}H_{15}N \cdot HCl$)約 1.1 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別に塩酸メタンフェタミン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 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，それぞれの液のメタンフェタミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．
本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

塩酸メタンフェタミン($C_{10}H_{15}N \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メタンフェタミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸メタンフェタミン($C_{10}H_{15}N \cdot HCl$)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：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 1.1g をメタノール/水/薄めた酢酸 (100)(7→50)混液(20：19：1)1000mL に溶かす．

流量：メタンフェタミンの保持時間が約 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，メタンフェタ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 4000 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，メタンフェタミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.5%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15 分	85%以上

塩酸メタンフェタミン標準品 塩酸メタンフェタミン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸メタンフェタミン($C_{10}H_{15}N \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの．

イブシロン-アミノカプロン酸顆粒

ϵ -Aminocaproic Acid Granules

溶出試験 本品の表示量に従いイブシロン-アミノカプロン酸($C_6H_{13}NO_2$)約 0.99g 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。別にイブシロン-アミノカプロン酸標準品を 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 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイブシロン-アミノカプロン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イブシロン-アミノカプロン酸($C_6H_{13}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : イブシロン-アミノカプロン酸標準品の量(mg)

W_T : イブシロン-アミノカプロン酸顆粒の秤取量(g)

C : 1 g 中のイブシロン-アミノカプロン酸($C_6H_{13}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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 13.3g 及び 1-ノナンスルホン酸ナトリウム 0.63g を水に溶かし 1000mL とした液に、リン酸を加え、pH2.2 に調整する。この液 750mL にメタノール 250mL を加える。

流量：イブシロン-アミノカプロン酸の保持時間が約 9 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イブシロン-アミノカプロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブシロン-アミノカプロン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
986mg/g	15 分	85%以上

イプシロン-アミノカプロン酸標準品 「イプシロン-アミノカプロン酸」.ただし ,
乾燥したものを定量するとき , イプシロン-アミノカプロン酸($\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$)99.0%以上を含むもの .

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム散 Carbazochrome Sodium Sulfonate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$) 約 0.03g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 10mL を正確に加え、試料溶液とする。別に成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(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 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 363nm 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。

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 135 \times 1.168$$

W_S : 脱水物に換算した成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウムの量(mg)

W_T : カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム散の秤取量 (g)

C : 1g 中のカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$)の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム細粒 Carbazochrome Sodium Sulfonate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$) 約 0.03g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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 10mL を正確に加え、試料溶液とする。別に成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(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 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 363nm 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。

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 135 \times 1.168$$

W_S : 脱水物に換算した成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウムの量(mg)

W_T : カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム($C_{10}H_{11}N_4NaO_5S \cdot 3H_2O$)の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム錠

Carbazochrome Sodium Sulfonate 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(C₁₀H₁₁N₄NaO₅S·3H₂O)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．別に成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(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 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 363nm 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．

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(C₁₀H₁₁N₄NaO₅S·3H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45 \times 1.168$$

W_s：脱水物に換算した成分含量測定用カルバゾクロムスルホン酸ナトリウムの量(mg)

C：1 錠中のカルバゾクロムスルホン酸ナトリウム(C₁₀H₁₁N₄NaO₅S·3H₂O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15 分	85%以上
30mg	15 分	80%以上

トラネキサム酸散 Tranexamic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従いトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約 0.5g に対応する量を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする。別にトラネキサム酸標準品を 105℃ で 2 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL 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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 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。

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S ：トラネキサム酸標準品の量(mg)

W_T ：トラネキサム酸散の秤取量(g)

C ：1g 中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0g を水 500mL に溶かし，トリエチルアミン 10mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4g を加える。この液にリン酸を加え，pH2.5 に調整し，水を加えて 600mL とする。この液にメタノール 400mL を加える。

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム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 4000 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，トラネキサム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
500mg/g	15 分	85%以上

リン酸二水素ナトリウム，無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に
 溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

トラネキサム酸細粒

Tranexamic Acid Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約 0.5g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にトラネキサム酸標準品を 105℃ で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL 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、それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 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。

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : トラネキサム酸標準品の量(mg)

W_T : トラネキサム酸細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：25℃ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0g を水 500mL に溶かし、トリエチルアミン 10mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4g を加える。この液にリン酸を加え、pH2.5 に調整し、水を加えて 600mL とする。この液にメタノール 400mL を加える。

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トラネキサム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 4000 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、トラネキサム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
500mg/g	15 分	80%以上

リン酸二水素ナトリウム，無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に
 溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

トラネキサム酸錠

Tranexamic Acid Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にトラネキサム酸 ($C_8H_{15}NO_2$) 約 0.28mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とし，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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 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．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : トラネキサム酸標準品の量(mg)

C : 1 錠中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：25 ° 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0g を水 500mL に溶かし，トリエチルアミン 10mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4g を加える．この液にリン酸を加え，pH2.5 に調整し，水を加えて 600mL とする．この液にメタノール 400mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム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 4000 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，トラネキサム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
250mg	45 分	80%以上
500mg	45 分	85%以上

リン酸二水素ナトリウム，無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に
 溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

トラネキサム酸カプセル

Tranexamic Acid 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 中にトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)約 0.28mg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にトラネキサム酸標準品を 105 ° で 2 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とし，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，それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積 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．

トラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : トラネキサム酸標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のトラネキサム酸($C_8H_{15}NO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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

カラム温度：25 ° 付近の一定温度

移動相：無水リン酸二水素ナトリウム 11.0g を水 500mL に溶かし，トリエチルアミン 10mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4g を加える．この液にリン酸を加え，pH2.5 に調整し，水を加えて 600mL とする．この液にメタノール 400mL を加える．

流量：トラネキサム酸の保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，トラネキサム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 4000 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，トラネキサム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
250mg	15 分	80%以上

リン酸二水素ナトリウム，無水 NaH_2PO_4 白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に
 溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

塩酸デメチルクロルテトラサイクリンカプセル

Demethylchlortetracycline 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 0.45μm 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸デメチルクロルテトラサイクリン約 17μg(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。別に塩酸デメチルクロルテトラサイクリン標準品約 17mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 275nm 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。

塩酸デメチルクロルテトラサイクリンの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸デメチルクロルテトラサイクリン標準品の量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中の塩酸デメチルクロルテトラサイクリンの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
150mg(力価)	30 分	75%以上

塩酸ドキシサイクリン錠

Doxycycline 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 0.45μm 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中に塩酸ドキシサイクリン約 11μg(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．別に塩酸ドキシサイクリン標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 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．

塩酸ドキシサイクリンの表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ドキシサイクリン標準品の量[mg(力価)]

C : 1 錠中の塩酸ドキシサイクリンの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	30 分	85%以上
100mg(力価)	30 分	85%以上

クロラムフェニコール錠 Chloramphenicol 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 0.45μm 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 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にクロラムフェニコール約 22μg(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．別にクロラムフェニコール標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り，水を加え，加温して溶かし，冷後，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，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 278nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

クロラムフェニコー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 : クロラムフェニコール標準品の量[mg(力価)]

C : 1 錠中のクロラムフェニコールの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	45 分	75%以上
250mg(力価)	45 分	70%以上

クエン酸第一鉄ナトリウム顆粒 Sodium Ferrous Citrate Granules

溶出試験 本品の表示量に従い鉄(Fe)約 0.05g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 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、次のろ液を試料原液とする。別に硫酸アンモニウム鉄()十二水和物約 0.95g を精密に量り、水 20mL に溶かし、1mol/L 塩酸試液 5mL 及び水を加えて正確に 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、標準原液とする。試料原液、標準原液及び水 2mL ずつを正確に量り、それぞれに 1mol/L 塩酸試液 2mL 及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)2mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、1,10-フェナントロリン-水和物の pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→1000)3mL を正確に加え、pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とし、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 510nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{C} \times 45 \times 0.116$$

W_S : 硫酸アンモニウム鉄()十二水和物の量(mg)

W_T : クエン酸第一鉄ナトリウム顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg/1.2g	90 分	80%以上

*鉄として

クエン酸第一鉄ナトリウム錠 Sodium Ferrous Citrate 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 中に鉄(Fe)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，試料原液とする．別に硫酸アンモニウム鉄()十二水和物約 0.95g を精密に量り，水 20mL に溶かし，1mol/L 塩酸試液 5mL 及び水を加えて正確に 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，標準原液とする．試料原液，標準原液及び水 2mL ずつを正確に量り，それぞれに 1mol/L 塩酸試液 2mL 及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)2mL を正確に加えてよく振り混ぜた後，1,10-フェナントロリン-水和物の pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→1000)3mL を正確に加え，pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とし，試料溶液，標準溶液及び空試験溶液とする．試料溶液，標準溶液及び空試験溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 510nm における吸光度 A_T ， A_S 及び A_B を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45 \times 0.116$$

W_S ：硫酸アンモニウム鉄()十二水和物の量(mg)

C ：1 錠中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	45 分	75%以上

*鉄として

チオリダジン散 Thioridazine Powder

溶出試験 本品の表示量に従いチオリダジン($C_{21}H_{26}N_2S_2$)約 0.091g 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 0.5 μ m 以下のメンブランフィルタ - でろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．別にチオリダジ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 0.025g 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 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 5mL を正確に加えた後，0.1mol/L 塩酸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 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．

チオリダジン($C_{21}H_{26}N_2S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S ：チオリダジン標準品の量(mg)

W_T ：チオリダジン散の秤取量(g)

C ：1g 中のチオリダジン($C_{21}H_{26}N_2S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
91mg/g	15 分	85%以上

チオリダジン標準品 「チオリダジン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，チオリダジン($C_{21}H_{26}N_2S_2$)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．

サラゾスルファピリジン錠

Salazosulfapyridine 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 75 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にサラゾスルファピリジン(C₁₈H₁₄N₄O₅S)約 11μg を含む液となるように薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V'mL とし，試料溶液とする．別にサラゾスルファピリジン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，薄めた pH 6.8 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 360nm 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．

サラゾスルファピリジン(C₁₈H₁₄N₄O₅S)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：サラゾスルファピリジン標準品の量(mg)

C：1 錠中のサラゾスルファピリジン(C₁₈H₁₄N₄O₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg	30 分	70%以上

サラゾスルファピリジン標準品 サラゾスルファピリジン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，サラゾスルファピリジン(C₁₈H₁₄N₄O₅S)99.0%以上を含むもの．

ケノデオキシコール酸カプセル Chenodeoxycholic Acid Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)900mL を用い，溶出試験法第 2 法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 中にケノデオキシコール酸(C₂₄H₄₀O₄)約 0.14mg 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。別にケノデオキシコール酸標準品を酸化リン() を乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，アセトニトリル 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 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 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，それぞれの液のケノ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。

ケノデオキシコール酸(C₂₄H₄₀O₄)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 : ケノデオキシコール酸標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のケノデオキシコール酸(C₂₄H₄₀O₄)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：アセトニトリル/薄めたリン酸(1→500)混液(3：2)

流量：ケノデオキシコール酸の保持時間が約 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，ケノ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，ケノ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

下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
125mg	15 分	75%以上

ケノデオキシコール酸標準品 「ケノデオキシコール酸」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ケノデオキシコール酸($C_{24}H_{40}O_4$)99.0%以上を含むもの．

塩酸プロフェナミン錠

Profenamine Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 中に塩酸プロフェナミン(C₁₉H₂₄N₂S · HCl)約 11 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．別に塩酸プロフェナミン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，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 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，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．

塩酸プロフェナミン(C₁₉H₂₄N₂S · 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：塩酸プロフェナミン標準品の量(mg)

C：1 錠中の塩酸プロフェナミン(C₁₉H₂₄N₂S · HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	45 分	70%以上
50mg	45 分	70%以上

塩酸プロフェナミン標準品 「塩酸プロフェナミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸プロフェナミン(C₁₉H₂₄N₂S · HCl)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．

ヒベンズ酸プロフェナミン散 Profenamine Hybenzate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いヒベンズ酸プロフェナミン($C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約 0.016g 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 0.45 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。別にヒベンズ酸プロフェナミン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.018g 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 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。

ヒベンズ酸プロフェナミン($C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ヒベンズ酸プロフェナミン標準品の量(mg)

W_T : ヒベンズ酸プロフェナミン散の秤取量(g)

C : 1g 中のヒベンズ酸プロフェナミン($C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
159mg/g	2 時間	70%以上

ヒベンズ酸プロフェナミン標準品 「ヒベンズ酸プロフェナミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸プロフェナミン($C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)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。

カルベジロール錠 Carvedilol 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，10mg 錠の場合には毎分 50 回転で、20mg 錠の場合には毎分 75 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 10mL を除き，次のろ液 VmL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にカルベジロール(C₂₄H₂₆N₂O₄)約 11μg 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．別にカルベジロール標準品を 105 °で 2 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 50mL 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 285nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

カルベジロール(C₂₄H₂₆N₂O₄)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：カルベジロール標準品の量(mg)

C：1 錠中のカルベジロール(C₂₄H₂₆N₂O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	70%以上
20mg	30 分	80%以上

カルベジロール標準品 C₂₄H₂₆N₂O₄：406.47 (±)-1-(カルバゾール-4-イルオキシ)-3-[[2-(o-メトキシフェノキシ)エチル]アミノ}-2-プロパノールで，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 カルベジロール 20g に酢酸エチル 400mL を加え，加熱して溶かし，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，ろ液を室温で放置する．生じた結晶をろ取し，70 °で 2 時間減圧乾燥する．同様の操作を 4 回繰り返す，更にエタノール(99.5) 400mL を加え，加熱して溶かし，4 °で一晩放置する．生じた結晶をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，70 °で 8 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1→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 222～226nm, 241～245nm, 284～288nm, 317～321nm 及び 330～334nm 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 3340cm^{-1} , 2920cm^{-1} , 1608cm^{-1} , 1591cm^{-1} , 1502cm^{-1} , 1454cm^{-1} , 1257cm^{-1} , 1224cm^{-1} 及び 1101cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.065g を移動相 100mL に溶かす。この液 1mL をとり、移動相を加えて 10mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加え、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、試料溶液のカルベジロールのピークに対する相対保持時間約 3.4 のピーク面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.02 倍より大きくない。また、試料溶液のカルベジロール以外のピークの面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.1 倍より小さくなく、かつ試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.3 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：55 ° 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.72g を水 900mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：カルベジロールの保持時間が約 4 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カルベジロールの保持時間の約 9 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 20mL とする。この液 20 μ L から得たカルベジロールのピーク面積が、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 7～13%になることを確認する。

システムの性能：本品 0.05g 及びサリチル酸メチル 0.1g を移動相 100mL に溶かす。この液 1mL をとり、移動相を加えて 10mL とする。更にこの液 1mL をとり、移動相を加えて 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、カルベジロール、サリチル酸メチルの順に

溶出し，その分離度は 15 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，カルベジロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

乾燥減量 0.5%以下(1g，105 °，2 時間)．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.10g を精密に量り，非水滴定用酢酸 30mL に溶かし，0.02mol/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．

0.02mol/L 過塩素酸 1mL = 8.129mgC₂₄H₂₆N₂O₄

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．

サリチルアミド 45mg/g ・ アセトアミノフェン 25mg/g ・ 無水カフェイン 10mg/g ・ メチレンジサリチル酸プロメタジン 2.25mg/g 顆粒
Salicylamide 45mg/g, Acetaminophen 25mg/g, Anhydrous Caffeine 10mg/g and Promethazine Methylenedisalicylate 2.25mg/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 を正確にとり，直ちに 37 ± 0.5 に加温した崩壊試験法の第 1 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，溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g 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．別にカフェイン標準品を 80 で 4 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 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)10mL，標準原液(2)及び標準原液(3)4mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 300mL とし，標準溶液とする．試料溶液(1)，試料溶液(2)及び標準溶液 30 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，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 $A_{\text{Tc}(1)}$ 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 $A_{\text{Td}(1)}$ ， $A_{\text{Td}(2)}$ 及び A_{Sd} 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($\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sa}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Ta}(1)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{C_{\text{a}}} \times 150$$

アセトアミノフェン($\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sb}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tb}(1)}}{A_{\text{Sb}}} \times \frac{1}{C_{\text{b}}} \times 150$$

無水カフェイン($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sc}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tc}(1)}}{A_{\text{Sc}}} \times \frac{1}{C_{\text{c}}} \times 60$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \left(\frac{A_{Td(1)}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{Td(2)}}{A_{Sd}} \right) \times \frac{1}{C_d} \times 12$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

W_T : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

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

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)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：水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え，リン酸を加え，pH2.5 に調整する．この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える．

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド，プロメタジンの順に溶出し，アセトアミノフェン，カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド及びプロメタジン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
サリチルアミド	45mg/g	15 分	85%以上
アセトアミノフェン	25mg/g		85%以上
無水カフェイン	10mg/g		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	2.25mg/g	90 分	75%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.

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)99.0%以上を含むもの.

1-オクチルアミン $CH_3(CH_2)_7NH_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である.
屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.432

サリチルアミド 270mg/g ・ アセトアミノフェン 150mg/g ・ 無水カフェイン 60mg/g ・ メチレンジサリチル酸プロメタジン 13.5mg/g 顆粒
Salicylamide 270mg/g, Acetaminophen 150mg/g, Anhydrous Caffeine 60mg/g and Promethazine Methylenedisalicylate 13.5mg/g Granules

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45μm 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．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g 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．別にカフェイン標準品を 80 で 4 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 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)5mL，標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 A_{Td} 及び A_{Sd} 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(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 450$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sc}}{W_T} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

W_T : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

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

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)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：水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え，リン酸を加え，pH2.5 に調整する．この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える．

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド，プロメタジンの順に溶出し，アセトアミノフェン，カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 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，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド及びプロメタジン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
サリチルアミド	270mg/g	15 分	85%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		85%以上
無水カフェイン	60mg/g		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	13.5mg/g		75%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．

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)99.0%以上を含むもの．

1-オクチルアミン $CH_3(CH_2)_7NH_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である．
屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.432

**サリチルアミド 135mg ・ アセトアミノフェン 75mg ・ 無水カフェイン
30mg ・ メチレンジサリチル酸プロメタジン 6.75mg 錠**
**Salicylamide 135mg, Acetaminophen 75mg, Anhydrous Caffeine 30mg and
Promethazine Methylenedisalicylate 6.75mg 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 0.45μm 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．別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105 で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g 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．別にカフェイン標準品を 80 で 4 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 20mL とし，標準原液(2)とする．別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.019g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とし，標準原液(3)とする．標準原液(1)5mL，標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} ，カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} 並びにプロメタジンのピーク面積 A_{Td} 及び A_{Sd} 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(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 450$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sd} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_{Sc} : カフェイン標準品の量(mg)

W_{Sd} : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

C_a : 1錠中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量(mg)

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

C_c : 1錠中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

C_d : 1錠中のメチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)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：水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え，リン酸を加え，pH2.5 に調整する．この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える．

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 3 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド，プロメタジンの順に溶出し，アセトアミノフェン，カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 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，アセトアミノフェン，カフェイン，サリチルアミド及びプロメタジン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
サリチルアミド	135mg	45 分	70%以上
アセトアミノフェン	75mg		85%以上
無水カフェイン	30mg		85%以上
メチレンジサリチル酸 プロメタジン	6.75mg		80%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．

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジ

ン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，メチレンジサリチル酸プロメタジン($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)99.0%以上を含むもの。

1-オクチルアミン $CH_3(CH_2)_7NH_2$ 無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である。
屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.432

ニコチン酸アミド 30mg ・ 塩酸パパベリン 6mg 錠
Nicotinamide 30mg and Papaverine Hydrochloride 6mg 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 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10mL 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 0.017g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(1)とする。また、定量用塩酸パパベリンを 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 200mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)5mL 及び標準原液(2)4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸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 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、それぞれの液のニコチン酸アミドのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにパパベリンのピーク面積 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。

ニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 180$$

塩酸パパベリン($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 36$$

W_{Sa} : 定量用ニコチン酸アミドの量(mg)

W_{Sb} : 定量用塩酸パパベリンの量(mg)

C_a : 1 錠中のニコチン酸アミド($C_6H_6N_2O$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中の塩酸パパベリン($C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件：

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：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：水/メタノール混液(1：1)1000mL にリン酸二水素カリウム 0.85g を溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。

流量：ニコチン酸アミドの保持時間が約 2 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，ニコチン酸アミド，パパベリンの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ニコチン酸アミド及びパパベリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 3.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
ニコチン酸アミド	30mg	45 分	85%以上
塩酸パパベリン	6mg		80%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．

シメトリド 800mg/g ・ 無水カフェイン 20mg/g 顆粒

Simetride 800mg/g and Anhydrous Caffeine 20mg/g Granules

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，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 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，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，溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

シメトリド

試料溶液(1)及び試料溶液(2)2mL ずつを正確に量り，メタノールを加えて正確に 20mL とし，試料溶液(3)及び試料溶液(4)とする．別にシメトリド標準品を 105 ° で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g 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 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液(3)，試料溶液(4)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，それぞれの液のシメトリドのピーク面積 A_{T1} ， A_{T2} 及び A_S を測定する．

シメトリド($C_{28}H_{38}N_2O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left(\frac{A_{T1}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{T2}}{A_S} \times \frac{44}{45} \right) \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_S ：シメトリド標準品の量(mg)

W_T ：シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

C ：1g 中のシメトリド($C_{28}H_{38}N_2O_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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：メタノール/水混液(4：1)

流量：シメトリドの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20μL につき，上記の条件で操作するとき，シメトリ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 3000 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，シメトリドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である．

無水カフェイン

別にカフェイン標準品を 80 ° で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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(1)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，それぞれの液のカフェインのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S ：カフェイン標準品の量(mg)

W_T ：シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

C ：1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

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→1000)/アセトニトリル混液(17：3)

流量：カフェインの保持時間が約 4 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，カフェインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，1.5 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，カフェイ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
シメトリド	800mg/g	90 分	70%以上
無水カフェイン	20mg/g	15 分	85%以上