

**プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・
フェノバルビタール 20mg 錠**
**Proxyphylline 150mg・Ephedrine Hydrochloride 20mg・
Phenobarbital 20mg 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、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1 : 1)5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 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標準品及び 105 で 2 時間乾燥したフェノバルビタール標準品約 0.022g ずつを精密に量り、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、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)5mL ずつを正確に量り、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1 : 1)10mL を正確に加え、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、それぞれの液のプロキシフィリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタールのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにエフェドリンのピーク面積 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。

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

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900$$

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 90$$

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(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量(mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量(mg)

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

C_b : 1 錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)

カラム：内径 4.6 mm，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：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1：1) に溶かし 1000mL とする．

流量：エフェドリンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プロキシフィリン，フェノバルビタール，エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールとエフェドリンの分離度は 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及びエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも 2.0% 以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
プロキシフィリン	150mg	30 分	85% 以上
フェノバルビタール	20mg		75% 以上
塩酸エフェドリン	20mg		85% 以上

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン(日局)．

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局)．

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

リン酸塩緩衝液，pH 2.2 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を水 800mL に溶かし，リン酸を加えて pH2.2 に調整した後，水を加えて 1000mL とする．

**プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・
フェノバルビタール 20mg 腸溶錠**
**Proxyphylline 150mg・Ephedrine Hydrochloride 20mg・
Phenobarbital 20mg 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 5mL を正確に量り、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1:1)5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 50mL 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標準品及び 105 で 2 時間乾燥したフェノバルビタール標準品約 0.022g ずつを精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 25mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)5mL ずつを正確に量り、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1:1)10mL を正確に加え、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、それぞれの液のプロキシフィリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタルのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにエフェドリンのピーク面積 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。

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

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900$$

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 90$$

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(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量(mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量(mg)

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

C_b : 1錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

C_c : 1錠中の塩酸エフェドリン($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$)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 5mL を正確に量り、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1 : 1)5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.017g 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標準品及び 105 で 2 時間乾燥したフェノバルビタール標準品約 0.022g ずつを精密に量り、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、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)5mL ずつを正確に量り、pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1 : 1)10mL を正確に加え、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、それぞれの液のプロキシフィリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタールのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにエフェドリンのピーク面積 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。

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

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900$$

フェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 90$$

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(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量(mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量(mg)

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

C_b : 1錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)

カラム：内径 4.6 mm，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：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を pH2.2 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(1：1) に溶かし 1000mL とする．

流量：エフェドリンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プロキシフィリン，フェノバルビタール，エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールとエフェドリンの分離度は 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及びエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも 2.0% 以下である．

溶出規格

	表示量	pH	規定時間	溶出率
プロキシフィリン	150mg	1.2	120 分	5% 以下
フェノバルビタール	20mg			5% 以下
塩酸エフェドリン	20mg			5% 以下
プロキシフィリン	150mg	6.8	45 分	80 % 以上
フェノバルビタール	20mg			75 % 以上
塩酸エフェドリン	20mg			80 % 以上

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン(日局)．

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局)．

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

リン酸塩緩衝液，pH 2.2 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を水 800mL に溶かし，リン酸を加えて pH2.2 に調整した後，水を加えて 1000mL とする．