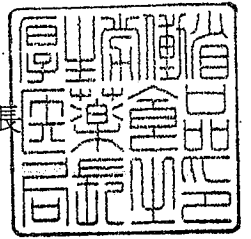


薬食発第 0925006 号
平成 15 年 9 月 25 日

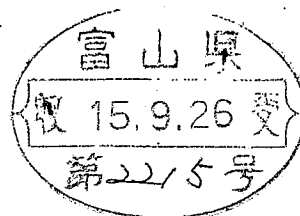
各都道府県知事 殿

厚生労働省医薬食品局長



日本薬局方外医薬品規格第二部及び第三部の一部改正について

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成 13 年 12 月 25 日医薬発第 1411 号厚生労働省医薬局長通知により定めたところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を（別添）としてとりまとめた。また、日本薬局方外医薬品規格第二部各条中の「フロセミド錠」に係る溶出試験を削除することとするので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。



(別添)

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

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸セトラキサート($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸セトラキサート標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 286nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_s : 塩酸セトラキサート標準品の量(mg)

W_T : 塩酸セトラキサート細粒の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
400mg/g	15 分	80%以上

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

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

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸セトラキサート(C₁₇H₂₃NO₄·HCl)約0.22mgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に塩酸セトラキサート標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長262nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに286nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸セトラキサート(C₁₇H₂₃NO₄·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸セトラキサート標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の塩酸セトラキサート(C₁₇H₂₃NO₄·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45分	85%以上

塩酸セトラキサート標準品 塩酸セトラキサート(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸セトラキサート(C₁₇H₂₃NO₄·HCl)99.0%以上を含むもの。

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

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液はポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 8mL を正確に量り、アセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液混液(3:2)8mL を正確に加え、溶出試験開始 45 分後及び 120 分後に採取した溶出液から得たそれぞれの液を試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レセルピン

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

レセルピン($\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_9$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : レセルピン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のレセルピン($\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{N}_2\text{O}_9$)の表示量(mg)

塩酸ヒドララジン及びヒドロクロチアジド

別に定量用塩酸ヒドララジンを 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100mL

とする。別にヒドロクロロチアジド標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。これらの液 4mL ずつを正確に量り、pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とする。この液 8mL を正確に量り、アセトニトリル/0.1mol/L 塩酸試液混液(3 : 2)8mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のヒドララジンのピーク面積 A_{Ta1} 及び A_{Sa} 並びにヒドロクロロチアジドのピーク面積 A_{Tb1} 、 A_{Tb2} 及び A_{Sb} を測定する。

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

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

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

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

W_{Sa} : 定量用塩酸ヒドララジンの量(mg)

W_{Sb} : ヒドロクロロチアジド標準品の量(mg)

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

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 315nm)

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

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

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

流量 : ヒドララジンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

システム適合性

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

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

溶出規格

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

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

塩酸メチキセン散 Methixene Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸メチキセン($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$)約 2.5mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1→25)混液(7 : 3) 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品を 105°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1→25)混液(7 : 3)2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のメチキセンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : 塩酸メチキセン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸メチキセン散の秤取量(g)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(1→100)/アセトニトリル混液(13 : 7)

流量 : メチキセンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メチキセンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、メチキセンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15分	75%以上

塩酸メチキセン錠

Methixene Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS·HCl)約2.8 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1→25)混液(7:3)2mLを正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品を105℃で3時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとする。更にこの液4mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸(1→25)混液(7:3)2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のメチキセンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸メチキセン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸メチキセン(C₂₀H₂₃NS·HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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

カラム温度 : 40℃付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(1→100)/アセトニトリル混液(13:7)

流量 : メチキセンの保持時間が約5分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メチキセンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返

すとき、メチキセンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2.5mg	90分	80%以上

タザノラストカプセル Tazanolast Capsules

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にタザノラスト(C₁₃H₁₅N₅O₃)約5 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にタザノラスト標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、エタノール(99.5)5mLに溶かした後、水を加えて正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長243nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに350nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

タザノラスト(C₁₃H₁₅N₅O₃)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : タザノラスト標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のタザノラスト(C₁₃H₁₅N₅O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
75mg	45分	75%以上

タザノラスト標準品 C₁₃H₁₅N₅O₃ : 289.29 3'-(1H-テトラゾール-5-イル)オキサニル酸ブチルエステルで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 タザノラスト5gを酢酸エチル200~250mLに溶かし、分液漏斗に入れ、薄めた炭酸水素ナトリウム試液(1→6)20mLでゆるく振り混ぜて2回洗った後、水20mLで2回及び0.1mol/L塩酸試液20mLで2回洗い、更に水20mLで水層がpH3.0になるまで洗う。酢酸エチル層を乾燥ろ紙を用いてろ過し、ろ液に無水硫酸ナトリウム100gを加えてかき混ぜる。一夜放置した後、減圧ろ過し、残留物を酢酸エチル10mLで3回洗う。ろ液と洗液を合わせ、40°C以下で酢酸エチルを減圧留去する。残留物をアセトン25mLに溶かし、孔径0.22 μ m以下

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

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 156~159°C

類縁物質 本品 0.10g をアセトン 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とする。更にこの液 1mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(3:1:1)を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 105°C, 3 時間)。

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

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

ナドロール錠 Nadolol Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にナドロール(C₁₇H₂₇NO₄)約33 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にナドロール標準品を60°Cで3時間減圧乾燥し、その約0.017gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のナドロールのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ナドロール(C₁₇H₂₇NO₄)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : ナドロール標準品の量(mg)

C : 1錠中のナドロール(C₁₇H₂₇NO₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 269nm)

カラム : 内径4mm, 長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度 : 40°C付近の一定温度

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

流量 : ナドロールの保持時間が約8分になるように調整する。

システム適合性

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

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

とき、ナドロールのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

溶出規格

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

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

ニフェジピンカプセル Nifedipine Capsules

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液15mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約5.6 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約0.028 gを精密に量り、メタノール50 mLに溶かし、更に水を加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230 nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

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

流量 : ニフェジピンの保持時間が約6分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

溶出規格

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

レボドパ散 Levodopa Powder

溶出試験 本品の表示量に従いレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)約 0.25g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 280nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : レボドパ標準品の量(mg)

W_T : レボドパ散の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
985mg/g	45 分	70%以上

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

レボドパ細粒 Levodopa Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)約0.2gに対応する量を精密に量り、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液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。別にレボドパ標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長280nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : レボドパ標準品の量(mg)

W_T : レボドパ細粒の秤取量(g)

C : 1g中のレボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
995mg/g	90分	80%以上

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

レボドパ錠 Levodopa Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水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中にレボドパ(C₉H₁₁NO₄)約56 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ(C₉H₁₁NO₄)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : レボドパ標準品の量(mg)

C : 1錠中のレボドパ(C₉H₁₁NO₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	45分	70%以上

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

レボドパカプセル Levodopa Capsules

溶出試験 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900mLを用い、溶出試験法第2法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にレボドパ(C₉H₁₁NO₄)約56 μ gを含む液となるように崩壊試験法の第1液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を105℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、崩壊試験法の第1液に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長280nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

レボドパ(C₉H₁₁NO₄)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : レボドパ標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のレボドパ(C₉H₁₁NO₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	45分	85%以上

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