

## スルピリド細粒 Sulpiride Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いスルピリド( $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ )約 0.2g 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、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 291nm 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。

スルピリド( $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : スルピリド標準品の量(mg)

$W_T$  : スルピリド細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のスルピリド( $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 100mg/g | 45 分 | 80%以上 |
| 500mg/g | 45 分 | 80%以上 |

## スルピリドカプセル Sulpiride 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 0.5 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にスルピリド(C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)約 56 $\mu$ 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。別にスルピリド標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、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 291nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スルピリド(C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)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<sub>s</sub> : スルピリド標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のスルピリド(C<sub>15</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間  | 溶出率   |
|------|-------|-------|
| 50mg | 120 分 | 75%以上 |

**ベタメタゾン 0.25 mg・*d*-マレイン酸クロルフェニラミン 2 mg 錠**  
**Betamethasone 0.25mg and *d*-Chlorpheniramine Maleate 2mg 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 15mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とし、標準原液(1)とする。また、*d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65 $^{\circ}$ C 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 20mL 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、水を加えて正確に 50mL 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 100 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のベタメタゾンのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びに *d*-クロルフェニラミンのピーク面積  $A_{Tb}$  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。

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

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times \frac{9}{10}$$

*d*-マレイン酸クロルフェニラミン( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 9$$

$W_{Sa}$  : ベタメタゾン標準品の量(mg)

$W_{Sb}$  : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量(mg)

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

$C_b$  : 1 錠中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量(mg)

**試験条件**

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

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

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物 17.8g を水 800mL に溶かした液に

メタノール1200mLを加えた後、薄めたリン酸(3→10)を加え、pH 3.9 に調整する。

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約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 100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、*d*-クロルフェニラミン、ベタメタゾンの順に溶出し、その分離度は10以上であり、*d*-クロルフェニ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 100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、*d*-クロルフェニラミン及びベタメタゾ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   |
|--------------------------|--------|------|-------|
| ベタメタゾン                   | 0.25mg | 30分  | 85%以上 |
| <i>d</i> -マレイン酸クロルフェニラミン | 2mg    |      | 85%以上 |

*d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品 *d*-マレイン酸クロルフェニラミン(日局).

## 塩酸クロペラスチン錠 Cloperastine 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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ HCl)約11 $\mu$ 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。別に塩酸クロペラスチン標準品を105 $^{\circ}$ 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226nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ 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<sub>s</sub> : 塩酸クロペラスチン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ HCl)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 |

**塩酸クロペラスチン標準品** 塩酸クロペラスチン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ HCl)99.0%以上を含むもの。

## 塩酸ホミノベン錠 Fominoben 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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に塩酸ホミノベン(C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>·HCl)約89 $\mu$ 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。別に塩酸ホミノベン標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.018gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ 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、それぞれの液のホミノベンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ホミノベン(C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

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

W<sub>s</sub> : 塩酸ホミノベン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ホミノベン(C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>·HCl)の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 220nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ 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5.4gを水2000mLに溶かした液に薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.0に調整した後、メタノール3000mLを加える。

流量 : ホミノベンの保持時間が約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10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ホミノベ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1000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ホミノベ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   |
|------|------|-------|
| 80mg | 45分  | 80%以上 |

塩酸ホミノベン標準品 「塩酸ホミノベン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ホミノベン( $C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$ )99.0%以上を含むもの。

## ノスカピン散 Noscapine Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いノスカピン( $C_{22}H_{23}NO_7$ )約 0.03g 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にノスカピン標準品を 105°C 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 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 50mL 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 310nm 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。

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

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

$W_s$  : ノスカピン標準品の量(mg)

$W_T$  : ノスカピン散の秤取量(g)

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

### 溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 100mg/g | 45 分 | 80%以上 |

**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。



## ノスカピン錠 Noscapine 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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V<sub>m</sub>Lを正確に量り、表示量に従い1mL中にノスカピン(C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>7</sub>)約33 $\mu$ 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<sub>m</sub>Lとし、試料溶液とする。別にノスカピン標準品を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50mL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310nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ノスカピン(C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>7</sub>)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<sub>s</sub> : ノスカピン標準品の量(mg)

C : 1錠中のノスカピン(C<sub>22</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>7</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 30mg | 15分  | 75%以上 |

**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<sub>22</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>7</sub>)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。

## フェンジゾ酸クロペラスチン錠 Chloperastine Fendizoate Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V'mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフェンジゾ酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>)約4.9 $\mu$ 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。別にフェンジゾ酸クロペラスチン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、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10 $\mu$ 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、それぞれの液のクロペラスチンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フェンジゾ酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>)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<sub>s</sub> : フェンジゾ酸クロペラスチン標準品の量(mg)

C : 1錠中のフェンジゾ酸クロペラスチン(C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>ClNO $\cdot$ C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 226nm)

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

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル/過塩素酸混液(400 : 320 : 1)

流量 : クロペラスチンの保持時間が約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10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フェンジゾ酸、クロペラスチンの順に溶出し、その分離度は6以上である。

システムの再現性 : 標準溶液10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、クロペラスチ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   |
|-------|------|-------|
| 4.4mg | 90分  | 75%以上 |

フェンジゾ酸クロペラスチン標準品 「フェンジゾ酸クロペラスチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フェンジゾ酸クロペラスチン( $C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$ )99.0%以上を含むもの。

## リン酸ベンプロペリン錠 Benproperine Phosphate 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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にベンプロペリン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO)約22 $\mu$ 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。別にリン酸ベンプロペリン標準品(別途本品1g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0.029g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20 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のベンプロペリンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ベンプロペリン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 0.759$$

W<sub>s</sub> : 脱水物に換算したリン酸ベンプロペリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベンプロペリン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>NO)の表示量(mg)

### 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 $\mu$ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 酢酸アンモニウム7.7gを水800mLに溶かした液に酢酸(100)を加え、pH3.3に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液250mLにメタノール750mLを加える。

流量 : ベンプロペリンの保持時間が約4分となるように調整する。

### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ベンプロペ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4000段以上、1.5以下である。

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

すとき、ベンプロペリ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   |
|------|------|-------|
| 20mg | 30分  | 85%以上 |

\*ベンプロペリンとして

リン酸ベンプロペリン標準品 「リン酸ベンプロペリン」。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ベンプロペリン( $C_{21}H_{27}NO \cdot H_3PO_4$ )99.0%以上を含むもの。

## ヒベンズ酸チペピジン散 Tipepidine Hibenzate Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )約 0.022g 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にヒベンズ酸チペピジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.024g を精密に量り、薄めたエタノール(3 $\rightarrow$ 4)15mL を加え、時々加温しながら溶かす。冷後、薄めたエタノール(3 $\rightarrow$ 4)を加えて正確に 20mL 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 286nm 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。

ヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : ヒベンズ酸チペピジン標準品の量(mg)

$W_T$  : ヒベンズ酸チペピジン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 110.7mg/g | 15 分 | 80%以上 |

**ヒベンズ酸チペピジン標準品** ヒベンズ酸チペピジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )99.0%以上を含むもの。

## ヒベンズ酸チペピジンドライシロップ Tipepidine Hibenzate Dry Syrup

**溶出試験** 本品の表示量に従いヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )約 0.022g 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にヒベンズ酸チペピジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.024g を精密に量り、薄めたエタノール(3 $\rightarrow$ 4)15mL を加え、時々加温しながら溶かす。冷後、薄めたエタノール(3 $\rightarrow$ 4)を加えて正確に 20mL 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 286nm 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。

ヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : ヒベンズ酸チペピジン標準品の量(mg)

$W_T$  : ヒベンズ酸チペピジンドライシロップの秤取量(g)

$C$  : 1g 中のヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量      | 規定時間 | 溶出率   |
|----------|------|-------|
| 22.1mg/g | 15 分 | 80%以上 |

**ヒベンズ酸チペピジン標準品** ヒベンズ酸チペピジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸チペピジン( $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )99.0%以上を含むもの。

## 臭化プロパンテリン錠 Propantheline Bromide 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 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に臭化プロパンテリン( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ )約 17 $\mu$ 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。別に臭化プロパンテリン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.017g 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 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 242nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

臭化プロパンテリン( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 臭化プロパンテリン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の臭化プロパンテリン( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 15mg | 45 分 | 85%以上 |

**臭化プロパンテリン標準品** 臭化プロパンテリン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化プロパンテリン( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ )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。



## 酢酸コルチゾン錠 Cortisone 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(3→1000)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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中に酢酸コルチゾン(C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub>)約14 $\mu$ gを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→1000)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に酢酸コルチゾン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、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、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→1000)を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長242nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

酢酸コルチゾン(C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub>)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<sub>s</sub> : 酢酸コルチゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中の酢酸コルチゾン(C<sub>23</sub>H<sub>30</sub>O<sub>6</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 25mg | 45分  | 70%以上 |

## トリアムシノロン錠 Triamcinolone 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 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にトリアムシノロン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>FO<sub>6</sub>)約4.4 $\mu$ 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。別にトリアムシノロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで3時間減圧乾燥し、その約0.022gを精密に量り、L-アスコルビン酸のメタノール溶液(1 $\rightarrow$ 1000)に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ 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アムシノロンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トリアムシノロン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>FO<sub>6</sub>)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<sub>s</sub> : トリアムシノロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のトリアムシノロン(C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>FO<sub>6</sub>)の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 242nm)

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

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(3 : 1)

流量 : トリアムシ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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トリアムシ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5000段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、トリアムシ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   |
|-----|------|-------|
| 4mg | 120分 | 70%以上 |

## オキサプロジン錠 Oxaprozin Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に pH6.8 の 0.01mol/L 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 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にオキサプロジン(C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>)約 11 $\mu$ g を含む液となるように pH6.8 の 0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にオキサプロジン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 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 50mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH6.8 の 0.01mol/L 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 200mL 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 0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム・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 285nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサプロジン(C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>)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<sub>s</sub> : オキサプロジン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のオキサプロジン(C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>)の表示量(mg)

### 溶出規格

| 表示量   | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 100mg | 30 分 | 80%以上 |
| 200mg | 45 分 | 80%以上 |

**オキサプロジン標準品** オキサプロジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサプロジン(C<sub>18</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>3</sub>)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, 0.01mol/L, pH6.8** 無水リン酸水素二ナトリウム 1.42g を水に溶かして 1000mL とした液に、クエン酸一水和物 1.05 g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH6.8 に調整する。