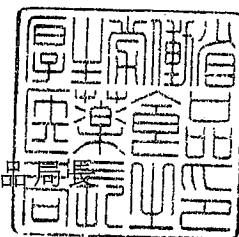


薬食発第 0907002 号

平成 16 年 9 月 7 日

各都道府県知事 殿

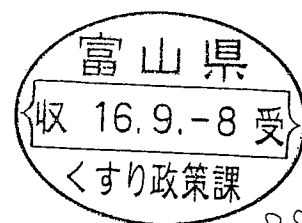
厚生労働省医薬食品局長



日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成 13 年 12 月 25 日医薬発第 1411 号厚生労働省医薬局長通知により定めたところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を（別添 1）としてとりまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

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



10895

フマル酸ケトチフェンカプセル

Ketotifen Fumarate Capsules

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に フマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)約 1.5 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.015g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のケトチフェンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のフマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 299nm)

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

カラム温度 : 40℃付近の一定温度

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

流量 : ケトチフェンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ケトチフェンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1.38mg	30 分	80%以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン(日局).

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

溶出試験 本品の表示量に従いフマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)約 0.55mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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、次のろ液を試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.024g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のケトチフェンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

W_T : フマル酸ケトチフェンドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のフマル酸ケトチフェン($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：299nm)

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

カラム温度：40℃付近の一定温度

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

流量：ケトチフェンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

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

とき、ケトチフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1.38mg/g	15 分	85%以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン(日局).

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

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

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率(%)

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

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

W_T : セフテラムピボキシル細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のセフテラムピボキシルの表示量[mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価)/g	15 分	80%以上

セフテラムピボキシル錠 Cefteram Pivoxil Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にセフテラムピボキシル約 22 μ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品約 22mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール 20mL に溶かした後、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率(%)

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

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

C : 1 錠中のセフテラムピボキシルの表示量[mg(力価)]

溶出規格

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

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散

Diisopropylamine Dichloroacetate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)約 0.02g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6mL ずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれに酢酸(100)6mL を加えた後、40～60℃ の水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1→2)6mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1→2)15mL を加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン 6mL を正確に加え、栓をして 10 秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水 6mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 235nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

W_T : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

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

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

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$)約 22 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6mL ずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれ酢酸(100)6mL を加えた後、40～60℃の水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1→2)6mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1→2)15mL を加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン 6mL を正確に加え、栓をして 10 秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水 6mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 235nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_s : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	30 分	80%以上

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

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

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

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

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン散の秤取量(g)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量 : デキストロメトルファンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ

2000 段以上，2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デキストロメトルフアンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

臭化水素酸デキストロメトルフアン標準品 臭化水素酸デキストロメトルフアン (日局)。ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，臭化水素酸デキストロメトルフアン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$)99.0%以上を含むもの。

ジ-*n*-ブチルアミン (C_4H_9)₂NH : 129.24

性状 無色澄明の液体

密度 (20℃) 0.756~0.761g/mL

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

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

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

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン細粒の秤取量(g)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量 : デキストロメトルファンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ

2000 段以上, 2.0 以下である.

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, デキストロメトルファン[®]のピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	80%以上

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン (日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$)99.0%以上を含むもの.

ジ-n-ブチルアミン (C_4H_9)₂NH : 129.24

性状 無色澄明の液体

密度 (20°C) 0.756~0.761g/mL

塩酸スルトプリド細粒

Sultopride Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いスルトプリド($C_{17}H_{26}N_2O_4S$)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 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸スルトプリド標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : 塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸スルトプリド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のスルトプリド($C_{17}H_{26}N_2O_4S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
500mg/g	30 分	70%以上

*スルトプリドとして

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

塩酸スルトプリド錠 Sultopride Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にスルトプリド ($C_{17}H_{26}N_2O_4S$) 約 56 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸スルトプリド標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 288nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_s : 塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスルトプリド ($C_{17}H_{26}N_2O_4S$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	30 分	80%以上
100mg	30 分	85%以上
200mg	30 分	75%以上

*スルトプリドとして

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

フルオキシメステロン錠 Fluoxymesterone Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液 V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフルオキシメステロン($C_{20}H_{29}FO_3$)約2.2 μ gを含む液となるように水を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とする。別にフルオキシメステロン標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフルオキシメステロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フルオキシメステロン($C_{20}H_{29}FO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : フルオキシメステロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のフルオキシメステロン($C_{20}H_{29}FO_3$)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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(1:1)

流量 : フルオキシメステロンの保持時間が約7分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルオキシメステロンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルオキシメステロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2mg	90 分	80%以上
5mg	90 分	75%以上

アデニン錠 Adenine Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアデニン($C_5H_5N_5$) 約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 10mL を正確に量り、0.05mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にアデニン標準品を 105 $^{\circ}$ 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 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、0.05mol/L 塩酸試液 50mL を加えた後、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 263nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アデニン($C_5H_5N_5$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アデニン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアデニン($C_5H_5N_5$)の表示量(mg)

溶出規格		
表示量	規定時間	溶出率
10mg	90 分	85%以上

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

イノシン顆粒 Inosine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いイノシン($C_{10}H_{12}N_4O_5$)約 0.9g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にイノシン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.020g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 249nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_s : イノシン標準品の量(mg)

W_T : イノシン顆粒の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
900mg/g	45 分	80%以上

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

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸トリプロリジン ($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 約 1.1 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トリプロリジン標準品(別途本品 0.3g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のトリプロリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : 脱水物に換算した塩酸トリプロリジン標準品の量(mg)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 280nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.8g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 750mL に、アセトニトリル 250mL を加える。

流量 : トリプロリジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

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

システムの再現性：標準溶液 100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、トリプロリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	30分	80%以上

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

塩酸ホモクロシクリジン錠

Homochlorcyclizine Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸ホモクロシクリジン($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ホモクロシクリジン標準品を 110℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 232nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ホモクロシクリジン($C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ホモクロシクリジン標準品の量(mg)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80%以上

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

溶出試験 本品の表示量に従いテオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約3mgに対応する量を精密に量り、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にテオクル酸ジフェニルピラリン標準品を105℃で2時間乾燥し、その約0.017gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加え正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のジフェニルピラリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : テオクル酸ジフェニルピラリン標準品の量(mg)

W_T : テオクル酸ジフェニルピラリン散の秤取量(g)

C : 1g中のテオクル酸ジフェニルピラリン($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

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

カラム温度 : 40℃付近の一定温度

移動相 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム0.54gをメタノール/薄めたリン酸(1→1000)混液(3 : 2)1000mLに溶かす。

流量 : ジフェニルピラリンの保持時間が約8分になるように調整する。

システム適合性

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

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

き、ジフェニルピラリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	85%以上

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

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

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

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_s : アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム標準品の量(mg)

W_T : アルミノパラアミノサリチル酸カルシウム顆粒の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
990mg/g	15分	75%以上

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

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