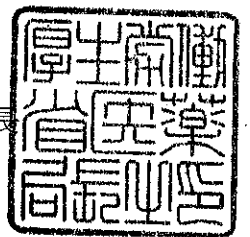


医薬発第 0710005 号
平成 14 年 7 月 10 日

各都道府県知事 殿

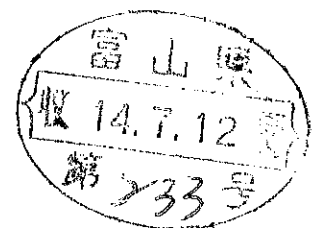
厚生労働省医薬局長



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、ニプラジロール錠溶出試験については、（別添 2）のとおり差し替えるので、併せて周知方ご留意願いたい。



(別添 1)

アセメタシンカプセル
Acemetacin 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にアセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)約 33 μ 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。別にアセメタシン標準品を 105°C で 2 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 100mL とする。この液 4mL 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 319nm 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。

アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)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 : アセメタシン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のアセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	30 分	70%以上

アセメタシン標準品 「アセメタシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセメタシン($C_{21}H_{18}ClNO_6$)99.5%以上を含むもの。

塩酸アミオダロン錠

Amiodarone Hydrochloride Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸アミオダロン($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)約 11 μ g を含む液となるように、メタノールを加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸アミオダロン標準品を 50 $^{\circ}$ C で 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 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10mL を正確に加えた後、メタノールを加えて正確に 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 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 2mL にメタノールを加えて 20mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241nm 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。

塩酸アミオダロン($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)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 : 塩酸アミオダロン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸アミオダロン($C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$)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

塩酸アミオダロン標準品 $C_{25}H_{29}I_2NO_3 \cdot HCl$: 681.77 2-ブチル-3-ベンゾフラニル 4-[2-(ジエチルアミノ)エトキシ]-3,5-ジヨードフェニルケトン塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1)本品のエタノール(95)溶液(1 \rightarrow 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 240~244nm 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 1635 cm^{-1} 、1559 cm^{-1} 、1456 cm^{-1} 、1383 cm^{-1} 、1248 cm^{-1} 及び 750 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3)本品の水溶液(1→100)は、塩化物の定性反応(2)を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (242nm) : 515~565(乾燥物に換算したもの 1mg, エタノール(95), 100mL)

類縁物質 本品 0.250g をメタノール 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。この液 1mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 10mL 及び 20mL とし、標準溶液(1) (0.6%相当)及び標準溶液(2) (0.3%相当)とする。別に 2-ブチル-3-(3,5-ジヨード-4-ヒドロキシベンゾイル)ベンゾフラン 0.0100g 及び 1-クロロ-2-ジエチルアミノエタン塩酸塩 0.0100g をメタノールに溶かし、それぞれ正確に 100mL とし、標準溶液(3) (0.2%相当)及び標準溶液(4) (0.2%相当)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、標準溶液(1)、(2) 及び(3)5 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。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液(90:7:3)を展開溶媒として約 15cm 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の位置より上に認められるスポットは 3 個以下で、標準溶液(3)から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポットの位置より下に認められるスポットは 4 個以下で、標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく、標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは 2 個以下である。別に試料溶液及び標準溶液(4)5 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。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液(8:2:1)を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち、標準溶液(4)から得たスポットに対応する位置及びそれより下に認められる褐色のスポットは 2 個以下で、標準溶液(4)から得たスポットより濃くない。それぞれの類縁物質の量を各標準溶液から得たスポットの濃さと比較して求めるとき、その総量は 1.5%以下である。ただし、検出された類縁物質のスポットの濃さが 2 種の標準溶液のスポットの濃さの間にある場合は、高濃度の標準溶液の濃度を用いる。

乾燥減量 0.5%以下(2g, 減圧, 50 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

含量 換算した乾燥物に対し塩酸アミオダロン($\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{I}_2\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$)99.0%以上。

定量法 本品約 0.66g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(3:1)40mL 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 = 68.18mg $\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{I}_2\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$

1-クロロ-2-ジエチルアミノエタン塩酸塩 $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$: 172.10 白色の粉末である。

確認試験 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 $2970cm^{-1}$, $2930cm^{-1}$, $2880cm^{-1}$, $2490cm^{-1}$, $1400cm^{-1}$ 及び $665cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

含量 95.0~105.0% 定量法 本品約 0.15g を精密に量り、酢酸(100)30mL に溶かし、非水滴定用酢酸水銀(II)試液 7mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: オラセットブルーB 無水酢酸溶液(1→200) 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 17.210mg $C_6H_{14}ClN \cdot HCl$

2-ブチル-3-(3,5-ジヨード-4-ヒドロキシベンゾイル)ベンゾフラン $C_{19}H_{16}I_2O_3$: 546.14 白色の粉末である。

確認試験 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 $3060cm^{-1}$, $1635cm^{-1}$, $1575cm^{-1}$, $1565cm^{-1}$, $1545cm^{-1}$, $1450cm^{-1}$, $1235cm^{-1}$, $1010cm^{-1}$, $775cm^{-1}$ 及び $750cm^{-1}$ 付近に吸収を認める。

含量 95.0~105.0% 定量法 本品約 0.25g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30mL に溶かし、0.1mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する(指示薬: アリザリンレッド S 試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤だいたい色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L ナトリウムメトキシド液 1mL = 54.61mg $C_{19}H_{16}I_2O_3$

オラセットブルーB

1-メチルアミノ-4-アニリノアントラキノン($C_{21}H_{16}N_2O_2$)及び1-アミノ-4-アニリノアントラキノン($C_{20}H_{14}N_2O_2$)の混合物で、濃青紫色の粉末である。

本品は無水酢酸又はアセトンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

塩酸シプロフロキサシン錠 Ciprofloxacin 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中にシプロフロキサシン(C₁₇H₁₈FN₃O₃)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。別に塩酸シプロフロキサシン標準品(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0.026g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316nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに420nm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。

シプロフロキサシン(C₁₇H₁₈FN₃O₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 0.901$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸シプロフロキサシン標準品の量(mg)

C : 1錠中のシプロフロキサシン(C₁₇H₁₈FN₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg	15分	85%以上
200mg	15分	80%以上

*シプロフロキサシンとして

塩酸シプロフロキサシン標準品 C₁₇H₁₈FN₃O₃·HCl·H₂O:385.82 1-シクロプロピル-6-フルオロ-1,4-ジヒドロ-4-オキソ-7-(ピペラジン-1-イル)キノリン-3-カルボン酸塩酸塩一水和物で、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 塩酸シプロフロキサシンを水/エタノール(95)混液(3:2)から再結晶する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験

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試験を行うとき、波数3540cm⁻¹、1710cm⁻¹、1627cm⁻¹、1497cm⁻¹、1470cm⁻¹及び1274cm⁻¹

付近に吸収を認める。

類縁物質

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10g を水 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL 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 5 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。次に薄層板をアンモニア蒸気を満たした容器に入れ、約 15 分間放置した後、メタノール/ジクロロメタン/アンモニア水(28)/アセトニトリル混液(4 : 4 : 2 : 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 R_f 値約 0.7 の 7-クロロ-1-シクロプロピル-6-フルオロ-1,4-ジヒドロ-4-オキソキノリン-3-カルボン酸のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.025g を移動相 50mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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。試料溶液のシプロフロキサシン以外のピーク面積 A_n 及び標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積 A_s を自動積分法により測定し、次式により個々の類縁物質の量を求めるとき、個々の量は 0.15% 以下であり、それらの総量は 0.15% 以下である。

$$\text{個々の類縁物質の量(\%)} = \frac{A_n}{A_s} \times f \times \frac{1}{5}$$

f : 感度補正係数 次の感度補正係数を用いる。

類縁物質	f	相対保持時間
シプロフロキサシン	1.00	1.0
7-クロロ-1-シクロプロピル-1,4-ジヒドロ-4-オキソ-6-(ピペラジン-1-イル)キノリン-3-カルボン酸	1.85	約 1.3
1-シクロプロピル-1,4-ジヒドロ-4-オキソ-7-(ピペラジン-1-イル)キノリン-3-カルボン酸	1.04	約 0.6
7-[2-(アミノエチル)アミノ]-1-シクロプロピル-6-フルオロ-1,4-ジヒドロ-4-オキソキノリン-3-カルボン酸	0.56	約 0.7

その他の未知物質については $f = 1.00$ とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

カラム：内径4mm，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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：リン酸2.88gに水を加えて1000mLとする。この液にトリエチルアミンを加え、pH3.0に調整する。この液870mLにアセトニトリル130mLを加える。

流量：シプロフロキサシンの保持時間が約7分になるように調整する。

面積測定範囲：シプロフロキサシンのピーク保持時間の約2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、移動相を加えて正確に20mLとする。この液50 μ Lから得たシプロフロキサシンのピーク面積が、標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の15~35%になることを確認する。

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、シプロフロキサシ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、3.5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、シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

水分 4.7~6.7%(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)

含量 換算した脱水物に対し塩酸シプロフロキサシン($C_{17}H_{18}FN_3O_3 \cdot HCl$: 367.80) 99.0%以上。 定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品約0.3gを精密に量り、非水滴定用酢酸80mL及び非水滴定用酢酸水銀(II)試液10mLを加えて溶かし、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=36.781mg $C_{17}H_{18}FN_3O_3 \cdot HCl$

塩酸セフェタメト ピボキシル錠
Cefetamet Pivoxil Hydrochloride 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(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以下のメンブレ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中にセフェタメト約11 μ g(力価)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。別に塩酸セフェタメトピボキシル標準品約0.027g(力価)に対応する量を精密に量り、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。

セフェタメト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 : 塩酸セフェタメト ピボキシル標準品の量 [mg(力価)]

C : 1錠中のセフェタメトの表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
194mg(力価)	120分	85%以上

*セフェタメトとして

塩酸トリメタジジン細粒

Trimetazidine Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)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 $0.45\mu m$ 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 3mL を正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸トリメタジジン標準品(別途塩酸トリメタジジン(日局)と同様の方法で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 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 とする。この液 3mL を正確に量り、 0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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メタジジンのピーク面積 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。

塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 脱水物に換算した塩酸トリメタジジン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸トリメタジジン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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 : pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液(17:3)

流量 : トリメタジジンの保持時間が約 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、トリメタジ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 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、トリメタジ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
10mg/g	15分	85%以上

塩酸トリメタジジン標準品 塩酸トリメタジジン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの.

塩酸トリメタジジン錠 Trimetazidine 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 中に塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)約 3.3 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 3mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸トリメタジジン標準品(別途塩酸トリメタジジン(日局)と同様の方法で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 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 とする。この液 3mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、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、それぞれの液のトリメタジジンのピーク面積 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。

塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 脱水物に換算した塩酸トリメタジジン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 / メタノール混液(17 : 3)

流量 : トリメタジジンの保持時間が約 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、トリメタジ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 5000 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、トリメタジ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
3mg	45分	80%以上

塩酸トリメタジジン標準品 塩酸トリメタジジン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸バカンピシリン顆粒
Bacampicillin Hydrochloride Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸バカンピシリン約 0.25g(力価)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、ポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過した後、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。別に塩酸バカンピシリン標準品約 0.028g(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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 256nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 275nm 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。

塩酸バカンピシリン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 : 塩酸バカンピシリン標準品の量 [mg(力価)]

W_T : 塩酸バカンピシリン顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸バカンピシリンの表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg(力価)/g	90 分	80%以上

塩酸バカンピシリン錠 Bacampicillin 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中に塩酸バカンピシリン約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。別に塩酸バカンピシリン標準品約0.028g(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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長256nmにおける吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長275nm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。

塩酸バカンピシリン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 : 塩酸バカンピシリン標準品の量 [mg(力価)]

C : 1錠中の塩酸バカンピシリンの表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg(力価)	30分	80%以上