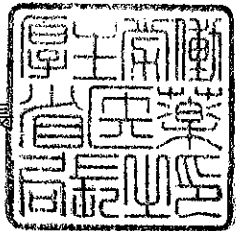


医薬発第 0306005 号

平成 14 年 3 月 6 日

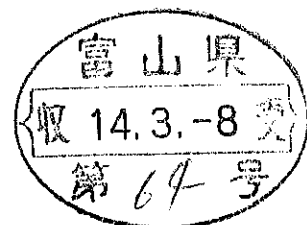
各都道府県知事 殿

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）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。



アセトアミノフェン細粒 Acetaminophen Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)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 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にアセトアミノフェン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL 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_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。

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1200$$

W_s : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

W_T : アセトアミノフェン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	30 分	80%以上

アセトアミノフェン錠 Acetaminophen 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 中にアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)約 6.7 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。別にアセトアミノフェン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL 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_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。

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	15 分	80%以上

アセメタシン錠 Acemetacin Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にアセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)約33 μ gを含む液となるように薄めた pH 6.8 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 pH 6.8 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 pH 6.8 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(C₂₁H₁₈ClNO₆)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錠中のアセメタシン(C₂₁H₁₈ClNO₆)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
30mg	45分	80%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(C₂₁H₁₈ClNO₆)99.5%以上を含むもの。

アルミノプロフェン錠

Alminoprofen Tablets

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中にアルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)約8.9 μ gを含む液となるように0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にアルミノプロフェン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として1時間減圧乾燥し、その約0.03gを精密に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.05mol/L水酸化ナトリウム試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長245nm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。

アルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 27$$

W_s : アルミノプロフェン標準品の量(mg)

C : 1錠中のアルミノプロフェン(C₁₃H₁₇NO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100 mg	45 分	80%以上
200 mg	30 分	75%以上

アルミノプロフェン標準品 「アルミノプロフェン」。

イプリフラボン錠

Ipriflavone 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(1→50)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中にイプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)約8.9 μ gを含む液となるように薄めたメタノール(1→2)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にイプリフラボン標準品を105°Cで2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4mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(1→50)4mL及び薄めたメタノール(1→2)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。

イプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)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 : イプリフラボン標準品の量(mg)

C : 1錠中のイプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	60分	80%以上

イプリフラボン標準品 C₁₈H₁₆O₃ : 280.32 イプリフラボンを次に示す方法で精製したもので、下記の規格に適合するもの。

精製法 10倍量のエタノール(99.5)を用いて再結晶し、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、におい及び味はない。

吸光度 E_{1cm}^{1%}(249nm) : 1026~1065(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL).

E_{1cm}^{1%}(299nm) : 443~461(乾燥後, 0.05g, メタノール, 10000mL).

融点 117~119°C

類縁物質 本品約0.06gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。試料溶液20 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とき、イプリフラボン以外のピークを認めない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 125mm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

プレカラム：内径 4mm, 長さ 4mm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチ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：アセトニトリル/水混液(3：2)

流量：イプリフラボンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からイプリフラボンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 10 μ L から得たイプリフラボンのピーク高さが記録計フルスケールの 65~95%になることを確認する。

システムの性能：本品及び 7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン約 3mg ずつを量り、アセトニトリル 50mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン、イプリフラボンの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：試料溶液 1mL にアセトニトリルを加えて 100mL とした液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イプリフラボンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である。

乾燥減量 0.50%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

7-エトキシ-3-フェニル-4H-1-ベンゾピラン-4-オン C₁₇H₁₄O₃ 白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1 \rightarrow 10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内標準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(¹H)により測定するとき、 δ 1.4ppm 付近に三重線のシグナルを、 δ 4.1ppm 付近に四重線のシグナルを、 δ 6.8ppm 付近及び δ 8.2ppm 付近に二重線のシグナルを、 δ 7.0ppm 付近に二重・二重線のシグナルを、 δ 7.3ppm~ δ 7.7ppm に多重線のシグナルを、また、 δ 7.9ppm 付近に単一のシグナルを示す。

エモルファゾン錠 Emorfazone 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中にエモルファゾン(C₁₁H₁₇N₃O₃)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。別にエモルファゾン標準品を60°Cで4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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長239nm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。

エモルファゾン(C₁₁H₁₇N₃O₃)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 : エモルファゾン標準品の量(mg)

C : 1錠中のエモルファゾン(C₁₁H₁₇N₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100 mg	60 分	85%以上
200 mg	45 分	85%以上

エモルファゾン標準品 「エモルファゾン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、エモルファゾン(C₁₁H₁₇N₃O₃)99.0%以上を含むもの。

塩酸イソクスプリン錠 Isoxsuprine 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中に塩酸イソクスプリン(C₁₈H₂₃NO₃·HCl)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。別に塩酸イソクスプリン標準品を105°Cで1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、それぞれの液のイソクスプリンのピーク面積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。

塩酸イソクスプリン(C₁₈H₂₃NO₃·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 : 塩酸イソクスプリン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸イソクスプリン(C₁₈H₂₃NO₃·HCl)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 : リン酸水素二アンモニウム4.3g及び1-ペンタンスルホン酸ナトリウム3.2gを水に溶かし、1000mLとした後、リン酸を加え、pH2.5に調整する。この液600mLにメタノール400mLを加える。

流量 : イソクスプリンの保持時間が約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、イソクスプ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2000段以上、2.0以下である。

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、イソクスプ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	15分	80%以上

塩酸イソクスプリン標準品 $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$: 337.84 1-(4-hydroxyphenyl)-2-(1-methyl-2-phenoxyethylamino)-1-propanol hydrochloride 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 塩酸イソクスプリン 10g にメタノール 70mL を加え、還流冷却器を付けて加熱して溶かし、熱時ろ過する。結晶が析出し始めるまで、常圧でメタノールを留去する。約 5°C/30 分の速度で 15°C まで冷却した後、5°C 以下で 30 分間放置する。析出した結晶を減圧ろ取し、メタノールで洗い、50°C で減圧乾燥する。

性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

確認試験

(1)本品の水溶液(1→100)1mL に亜硝酸カリウム溶液(3→50)0.5mL 及び薄めた 2mol/L 硫酸(1→2)0.5mL を加えた後、アンモニア試液を加えてアルカリ性とするとき、液は黄色を呈する。

(2)本品の水溶液(1→100)2mL に炭酸水素ナトリウム試液を加えてアルカリ性とし、スルファニル酸の 0.5mol/L 塩酸試液溶液(1→200)/亜硝酸ナトリウム溶液(1→200)混液(1:1)0.5mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3)本品の水溶液(1→100)1mL にリンタングステン酸試液 1mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験 類縁物質 本品 0.020g をメタノール 20mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイソクスプリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイソクスプリンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：269nm)

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：リン酸水素二アンモニウム 4.3g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.2g を水に溶かし、1000mL とした後、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 600mL にメタノール 400mL を加える。

流量：イソクスプリンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイソクスプリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μ L から得たイソクスプリンのピーク高さが 40mm ~60mm になるように調整する。

システムの性能：本品 0.020g をメタノール 20mL に溶かす。この液 1mL を量り、パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1 \rightarrow 25000)5mL を加え、更に移動相を加えて 100mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イソクスプリン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、イソクスプリンとパラオキシ安息香酸エチルの分離度が 7 以上のものを用いる。

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、イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 1.0% 以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 1 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.07g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 3.378mg C₁₈H₂₃NO₃·HCl

塩酸ジラゼブ顆粒

Dilazep Hydrochloride Granules

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1→4)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、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1→4)を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ジラゼブ標準品(別途塩酸ジラゼブ(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1→4)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、薄めた pH6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液(1→4)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 265nm 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。

塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.027$$

W_S : 乾燥物に換算した塩酸ジラゼブ標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ジラゼブ顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸ジラゼブ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	70%以上

塩酸ジラゼプ錠 Dilazep 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 中に塩酸ジラゼプ ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 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。別に塩酸ジラゼプ標準品(別途塩酸ジラゼプ(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL 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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265nm 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。

塩酸ジラゼプ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 1.027$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸ジラゼプ標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ジラゼプ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30 分	75%以上
100mg	45 分	75%以上

塩酸チアラミド細粒 Tiaramide Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)約0.1g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 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。別に塩酸チアラミド標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.015g 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 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 294nm 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。

チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)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 : 塩酸チアラミド標準品の量(mg)

W_T : 塩酸チアラミド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のチアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
200mg/g	15 分	85%以上

*チアラミドとして

塩酸チアラミド標準品 塩酸チアラミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸チアラミド($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$)99.0%以上含むもの。

塩酸チアラミド錠 Tiaramide 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中にチアラミド(C₁₅H₁₈ClN₃O₃S)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。別に塩酸チアラミド標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.015g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294nm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。

チアラミド(C₁₅H₁₈ClN₃O₃S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 0.907$$

W_s : 塩酸チアラミド標準品の量(mg)

C : 1錠中のチアラミド(C₁₅H₁₈ClN₃O₃S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	15分	80%以上
100mg	30分	80%以上

*チアラミドとして

塩酸チアラミド標準品 塩酸チアラミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸チアラミド(C₁₅H₁₈ClN₃O₃S·HCl)99.0%以上含むもの。

塩酸ブホルミン腸溶錠

Buformine Hydrochloride 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 0.5 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 中に塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)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。別に塩酸ブホルミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、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 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のブホルミンのピーク面積 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。

塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ブホルミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)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 \rightarrow 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)約 56 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 \rightarrow 2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ブホルミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 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 \rightarrow 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 20 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、それぞれの液のブホルミンのピーク面積 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。

塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ブホルミン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 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 : 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 過塩素酸ナトリウムの薄めたリン酸(1 \rightarrow 1000)溶液(7 \rightarrow 500)/アセトニトリル混液(7 : 1)

流量 : ブホルミンの保持時間が約 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ブホル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 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ブホルミ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
50mg	120 分(pH1.2)	5%以下
	90 分(pH6.8)	80%以上

塩酸ブホルミン標準品 「塩酸ブホルミン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸ブホルミン($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの.

塩酸プロカルバジンカプセル Procabazine 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 中にプロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)約 8.3 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。別に塩酸プロカルバジン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 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 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、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。

プロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36 \times 0.859$$

W_s : 塩酸プロカルバジン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のプロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
50mg	15 分	85%以上

*プロカルバジンとして

塩酸プロカルバジン標準品 塩酸プロカルバジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸プロカルバジン($C_{12}H_{19}N_3O \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。