

コバマミド錠 Cobamamide Tablets

溶出試験 a 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 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。別にコバマミド標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 15 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量を測定しておく)を表示量の 56 倍に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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 50mL 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 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、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格 a を満たすときは適合とする。

コバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のコバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 261nm)

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 : pH 6.5 の 0.05mol/L リン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17 : 3)

流量 : コバマミドの保持時間が約 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、コバマミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1500 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、コバマミド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 a

表示量	規定時間	溶出率
0.25mg	15分	85%以上
0.5mg	15分	85%以上

溶出試験 b 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 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。別にコバマミド標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 15 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量を測定しておく)を表示量の 56 倍に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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 50mL 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 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、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格 b を満たすときは適合とする。

コバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のコバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 261nm)

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 : pH 6.5 の 0.05mol/L リン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17 : 3)

流量 : コバマミドの保持時間が約 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、コバマミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1500 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、コバマミド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 b

表示量	規定時間	溶出率
0.25mg	45分	85%以上
0.5mg	45分	80%以上

リン酸塩緩衝液, **0.05 mol/L, pH 6.5** リン酸二水素カリウム 6.8g を水 900mL に溶かした液に, 水酸化ナトリウム試液を加え, pH6.5 に調整し, 水を加えて 1000mL とする.

コバマミドカプセル Cobamamide 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(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、次のろ液を試料溶液とする。別にコバマミド標準品(別途酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで15時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その減量を測定しておく)を表示量の56倍に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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50mL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、それぞれの液のコバマミドのピーク面積 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。

コバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のコバマミド($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 261nm)

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 : pH6.5の0.05mol/Lリン酸塩緩衝液/エタノール(99.5)混液(17:3)

流量 : コバマミドの保持時間が約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、コバマミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ1500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、コバマミド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
0.25mg	30分	75%以上
0.5mg	30分	80%以上

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 6.5 リン酸二水素カリウム 6.8g を水 900mL に溶かした液に, 水酸化ナトリウム試液を加え, pH6.5 に調整し, 水を加えて 1000mL とする.

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム腸溶錠

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium 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 中にフラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)約 5.6 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 とする。この液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品(別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.032g 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 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、pH7.4 のリン酸塩緩衝液 5mL 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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 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。

フラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)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 中にフラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)約 5.6 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。別にフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品(別途フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.032g 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 2mL 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 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、それぞれの液のフラビンアデニンジヌクレオチドのピーク面積 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。

フラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.947$$

W_s : 脱水物に換算したフラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフラビンアデニンジヌクレオチド($C_{27}H_{33}N_9O_{15}P_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 可視吸光光度計(測定波長 : 450nm)

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 : リン酸二水素カリウム溶液(1→500)/メタノール混液(4 : 1)

流量 : フラビンアデニンジヌクレオチドの保持時間が約 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、フラビンアデニンジヌクレオチド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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フラビンアデニンジヌクレオチド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
5mg	120分(pH1.2)	5%以下
	90分(pH6.8)	85%以上
10mg	120分(pH1.2)	5%以下
	90分(pH6.8)	85%以上
15mg	120分(pH1.2)	5%以下
	90分(pH6.8)	85%以上

*フラビンアデニンジヌクレオチドとして

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム標準品 フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム($C_{27}H_{31}N_9Na_2O_{15}P_2$)99.0%以上を含むもの.

ケトプロフェンカプセル Ketoprofen Capsules

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH7.2 の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(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 中にケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$) 約 8.3 μ g を含む液となるように pH7.2 の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。別にケトプロフェン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.021g を精密に量り、pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH7.2 の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 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 260nm 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。

ケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ケトプロフェン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のケトプロフェン($C_{16}H_{14}O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	60 分	75%以上
50mg	90 分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH7.2 に調整する。

ケトプロフェン徐放カプセル

Ketoprofen Extended-release Capsules

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH7.2 の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(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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にケトプロフェン($\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3$)約 $8.3\mu\text{g}$ を含む液となるように pH7.2 の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 $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にケトプロフェン標準品を 60°C で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.021g を精密に量り、pH7.2 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH7.2 の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 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 260nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるケトプロフェン($\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : ケトプロフェン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のケトプロフェン($\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
150mg	2 時間	10~40%
	4 時間	35~65%
	8 時間	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.2 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH7.2 に調整する。

フルルビプロフェン顆粒 Flurbiprofen Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)約 0.04g 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 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 0.45μm 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 pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にフルルビプロフェン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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 246nm 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。

フルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)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 : フルルビプロフェン標準品の量(mg)

W_T : フルルビプロフェン顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のフルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
80mg/g	15分	75%以上

フルルビプロフェン標準品 フルルビプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)99.0%以上を含むもの。

フルルビプロフェン錠

Flurbiprofen 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中にフルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)約8.9 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。別にフルルビプロフェン標準品をシリカゲルを乾燥剤として4時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約0.022gを精密に量り、メタノール50mLに溶かした後、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)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246nm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。

フルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)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 : フルルビプロフェン標準品の量(mg)

C : 1錠中のフルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg	30分	80%以上

フルルビプロフェン標準品 フルルビプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルルビプロフェン(C₁₅H₁₃FO₂)99.0%以上を含むもの。

イノシトールヘキサニコチネート錠

Inositol Hexanicotinate 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0.5 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中にイノシトールヘキサニコチネート(C₄₂H₃₀N₆O₁₂)約13 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。別にイノシトールヘキサニコチネート標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.026gを精密に量り、崩壊試験法の第1液を加え、60°Cで時々振り混ぜながら30分間加温して溶かし、冷後、崩壊試験法の第1液を加えて正確に200mL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262nm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。

イノシトールヘキサニコチネート(C₄₂H₃₀N₆O₁₂)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: イノシトールヘキサニコチネート標準品の量(mg)

C: 1錠中のイノシトールヘキサニコチネート(C₄₂H₃₀N₆O₁₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg	90分	75%以上

チアンフェニコールカプセル Thiamphenicol 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中にチアンフェニコール(C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S)約0.28mg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。別に定量用チアンフェニコールを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266nm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。

チアンフェニコール(C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : チアンフェニコール標準品の量(mg)

C : 1カプセル中のチアンフェニコール(C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	90分	85%以上

定量用チアンフェニコール 「チアンフェニコール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チアンフェニコール(C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S)99.0%以上を含むもの。

レボドパ 100mg・カルビドパ 10mg 錠
Levodopa 100mg and Carbidopa 10mg Tablets

レボドパ 250mg・カルビドパ 25mg 錠
Levodopa 250mg and Carbidopa 25mg 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($C_9H_{11}NO_4$) 約 0.11mg 及びカルビドパ無水物($C_{10}H_{14}N_2O_4$)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。別にレボドパ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(1)とする。また、カルビドパ標準品(別途 100 $^{\circ}$ C で 6 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.024g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)25mL 及び標準原液(2)5mL をそれぞれ正確に量り、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 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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにカルビドパのピーク面積 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。

レボドパ($C_9H_{11}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_a} \times 450$$

カルビドパ無水物($C_{10}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_b} \times 45$$

W_{Sa} : レボドパ標準品の量(mg)

W_{Sb} : 乾燥物に換算したカルビドパ標準品の量(mg)

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

C_b : 1 錠中のカルビドパ無水物($C_{10}H_{14}N_2O_4$)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：30℃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12.4gを水950mLに溶かした液に、1-デカンスルホン酸ナトリウム溶液(3→12500)1.3mLを加える。この液に、リン酸を加え、pH2.8に調整した後、水を加えて1000mLとする。

流量：レボドパの保持時間が約4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 20μLにつき、上記の条件で操作するとき、レボドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は6以上で、レボドパ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 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、レボドパ及びカルビドパのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ、1.5%以下及び2.0%以下である。

レボドパ 100mg・カルビドパ 10mg 錠 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
レボドパ	100mg	15分	80%以上
カルビドパ	10mg*	15分	80%以上

*カルビドパ無水物として

レボドパ 250mg・カルビドパ 25mg 錠 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
レボドパ	250mg	15分	80%以上
カルビドパ	25mg*	15分	80%以上

*カルビドパ無水物として

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。

アモキサピン細粒 Amoxapine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いアモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)約 0.05g 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 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、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 20mL とし、試料溶液とする。別にアモキサピン標準品を 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g 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 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 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。

アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)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 : アモキサピン標準品の量(mg)

W_T : アモキサピン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のアモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)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

アモキサピン標準品 アモキサピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)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。

アモキサピンカプセル

Amoxapine Capsules

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(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 中にアモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$) 約 11 μ 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。別にアモキサピン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g 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 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 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。

アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : アモキサピン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のアモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30分	85%以上
25mg	30分	85%以上
50mg	45分	85%以上

アモキサピン標準品 アモキサピン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アモキサピン($C_{17}H_{16}ClN_3O$)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。

エチゾラム細粒 Etizolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)約1mg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 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別にエチゾラム標準品を 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 50mL 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。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 2mL 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、それぞれの液のエチゾラムのピーク面積 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。

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

W_s : エチゾラム標準品の量(mg)

W_T : エチゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 243nm)

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 : 30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル(1 : 1)

流量 : エチゾラムの保持時間が約 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、エチゾラム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、エチゾラム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	30分	75%以上

エチゾラム錠 Etizolam 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中にエチゾラム(C₁₇H₁₅ClN₄S)約0.56 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2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にエチゾラム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノール50mLに溶かした後、水を加えて正確に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。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2mL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、それぞれの液のエチゾラムのピーク面積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。

エチゾラム(C₁₇H₁₅ClN₄S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : エチゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のエチゾラム(C₁₇H₁₅ClN₄S)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 243nm)

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 : 30°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル(1 : 1)

流量 : エチゾラムの保持時間が約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、エチゾラム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、エチゾラム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
0.5mg	30分	75%以上
1mg	45分	75%以上

塩酸モペロン散 Moperone Hydrochloride Powder

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸モペロン($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$)約 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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸モペロン標準品を 105°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 200mL 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 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、それぞれの液のモペロンのピーク面積 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。

塩酸モペロン($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : 塩酸モペロン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸モペロン散の秤取量(g)

C : 1g 中の塩酸モペロン($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 248nm)

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 : 30°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし、1000mL とした液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 700mL に、エタノール(95)300mL 及び、テトラヒドロフラン 50mL を加える。

流量 : モペ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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モペ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 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、モペ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
100mg/g	15分	75%以上

塩酸モペロン標準品 「塩酸モペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、
塩酸モペロン($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸モペロン錠

Moperone 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中に塩酸モペロン(C₂₂H₂₆FNO₂·HCl)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。別に塩酸モペロン標準品を105°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200mL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、それぞれの液のモペロンのピーク面積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。

塩酸モペロン(C₂₂H₂₆FNO₂·HCl)の表示量に対する溶出率(%) :

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_s : 塩酸モペロン標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸モペロン(C₂₂H₂₆FNO₂·HCl)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 248nm)

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 : 30°C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム6.8gを水に溶かし、1000mLとした液にリン酸を加え、pH2.5に調整する。この液700mLに、エタノール(95)300mL及び、テトラヒドロフラン50mLを加える。

流量 : モペ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10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、モペ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、モペロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

オキシペルチン散 Oxypertine Powder

溶出試験 本品の表示量に従いオキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)約0.04g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 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、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 20mL とし、試料溶液とする。別にオキシペルチン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.022g 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 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 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 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。

オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : オキシペルチン標準品の量(mg)

W_T : オキシペルチン散の秤取量(g)

C : 1g 中のオキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)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

オキシペルチン標準品 「オキシペルチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/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、pH 4.0 に調整する。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	15分	80%以上

塩酸モペロン標準品「塩酸モペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、
 塩酸モペロン($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

オキシペルチン錠 Oxypertine 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 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 中にオキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)約 22 μ 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。別にオキシペルチン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.022g 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 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 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 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。

オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)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 : オキシペルチン標準品の量(mg)

C : 1錠中のオキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	30分	70%以上
40mg	45分	75%以上

オキシペルチン標準品 「オキシペルチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキシペルチン($C_{23}H_{29}N_3O_2$)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/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、pH 4.0 に調整する。

クロチアゼパム顆粒 Clotiazepam Granules

溶出試験 本品の表示量に従いクロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂OS)約0.01g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0.45μm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。別にクロチアゼパム標準品を80℃で3時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、エタノール(95)20mLに溶かした後、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248nm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。

クロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂OS)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : クロチアゼパム標準品の量(mg)

W_T : クロチアゼパム顆粒の秤取量(g)

C : 1g中のクロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂OS)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	90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とする。この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。

クロチアゼパム錠 Clotiazepam 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 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中にクロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂O₅)約5.6 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。別にクロチアゼパム標準品を80°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に25mL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50mL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262nm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。

クロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂O₅)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 : クロチアゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロチアゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂O₅)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	45分	80%以上
10mg	45分	85%以上

ゾテピン細粒 Zotepine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いゾテピン($C_{18}H_{18}ClNOS$)約 0.1g 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、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 20mL とし、試料溶液とする。別にゾテピン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 2 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 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 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 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 295nm 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。

ゾテピン($C_{18}H_{18}ClNOS$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ゾテピン標準品の量(mg)

W_T : ゾテピン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のゾテピン($C_{18}H_{18}ClNOS$)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
500mg/g	15 分	85%以上

ゾテピン標準品 「ゾテピン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ゾテピン($C_{18}H_{18}ClNOS$)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/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、pH 4.0 に調整する。

セフポドキシムプロキセチル錠 Cefpodoxime Proxetil 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中にセフポドキシムプロキセチル約11 μ g(力価)を含む液となるようにクエン酸一水和物1gを水/メタノール混液(11:9)に溶かし2000mLとした液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にセフポドキシムプロキセチル標準品約0.022g(力価)に対応する量を精密に量り、クエン酸一水和物1gを水/メタノール混液(11:9)に溶かし2000mLとした液に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、クエン酸一水和物1gを水/メタノール混液(11:9)に溶かし2000mLとした液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液のセフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピークの保持時間約24分のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びに保持時間約30分のピーク面積 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。

セフポドキシムプロキセチルの表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : セフポドキシムプロキセチル標準品の量[mg(力価)]

C : 1錠中のセフポドキシムプロキセチルの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

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 : 水/メタノール混液(11:9)

流量 : セフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピークの先に溶出するピークの保持時間が約24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、セフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピークの分離度は4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、セフポドキシムプロキセチルの2つに分離したピークの合計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(力価)	45分	70%以上

セフポドキシムプロキセチルドライシロップ Cefpodoxime Proxetil Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いセフポドキシムプロキセチル約 0.05g(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、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、クエン酸一水和物 1g を水/メタノール混液(11:9)に溶かし 2000mL とした液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別にセフポドキシムプロキセチル標準品約 0.022g(力価)に対応する量を精密に量り、クエン酸一水和物 1g を水/メタノール混液(11:9)に溶かし 2000mL とした液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、クエン酸一水和物 1g を水/メタノール混液(11:9)に溶かし 2000mL とした液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、それぞれの液のセフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピークの保持時間約 24 分のピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びに保持時間約 30 分のピーク面積 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。

セフポドキシムプロキセチルの表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_s : セフポドキシムプロキセチル標準品の量[mg(力価)]

W_T : セフポドキシムプロキセチルドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のセフポドキシムプロキセチルの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240nm)

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: 水/メタノール混液(11:9)

流量: セフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピークのうち先に溶出するピークの保持時間が約 24 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、セフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピークの分離度は 4 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、セフポドキシムプロキセチルの 2 つに分離したピークの合計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(力価)/g	15 分	85%以上

(別添 2)

メルファラン錠 Melphalan 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 中にメルファラン ($C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$) 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。別に塩酸メルファラン標準品(別途本品 1g につき、105°C で 2 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.025g を精密に量り、メタノール/酢酸(100)混液(24:1)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 260nm 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。

メルファラン($C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9 \times 0.893$$

W_S : 乾燥物に換算した塩酸メルファラン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメルファラン($C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2mg	60 分	70%以上

塩酸メルファラン標準品 $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2 \cdot HCl$: 341.66 4-Bis(2-chloroethyl) amino-L-phenylalanine monohydrochloride 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 塩酸メルファランをエタノール(99.5)に加温して溶かし、冷所に放置し、白色の結晶を析出させる。同様の操作を 3 回繰り返して得た結晶を 60°C で減圧乾燥させる。

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 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→50)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部基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 3.0ppm 付近に

二重線のシグナル A を、 $\delta 3.7\text{ppm}$ 付近に単一線のシグナル B を、 $\delta 4.1\text{ppm}$ 付近に多重線シグナル C を、 $\delta 6.7\text{ppm}$ 及び $\delta 7.1\text{ppm}$ 付近に二重線のシグナル D 及び E を、また、 $\delta 8.3\text{ppm}$ 付近に幅広いシグナル F を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E : F はほぼ 2 : 8 : 1 : 2 : 2 : 2 である。

類縁物質 本品 0.010 g をメタノール/酢酸(100)混液(24 : 1)100mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき、次の条件(1)及び(2)で液体クロマトグラフ法により試験を行う。条件(1)及び(2)から得られた試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりメルファラン以外のピークの合計量を求めるとき、それぞれ 0.50% 以下である。

試験条件(1)

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：炭酸アンモニウム 1.0g を水 400mL に溶かし、酢酸(100)4mL 及びメタノール 200mL を加える。

流量：メルファランの保持時間が約 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メルファランの保持時間の約 1.5 倍の範囲

システム適合性(1)

検出の確認：試料溶液 5mL を正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(24:1)を加えて正確に 100mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5mL を正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(24:1)を加えて正確に 50mL とする。この液 20 μL から得たメルファランのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のメルファランのピーク面積の 8~12% になることを確認する。

システムの性能：本品 2.5mg 及びアントラニル酸メチルのメタノール溶液(1 \rightarrow 2000)5mL にメタノール/酢酸(100)混液(24 : 1)を加えて 200mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アントラニル酸メチル、メルファランの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メルファランのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

試験条件(2)

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管に 5 μm 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°C付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36g を水 1000mL に溶かして、リン酸を加え、pH3.0 に調整した後、メタノール 1000mL を加える。

流量：メルファランの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：メルファランのピークからメルファランの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性(2)

検出の確認：試料溶液 5mL を正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(24:1)を加えて正確に 100mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5mL を正確に量り、メタノール/酢酸(100)混液(24:1)を加えて正確に 50mL とする。この液 20 μ L から得たメルファランのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のメルファランのピーク面積の 8~12%になることを確認する。

システムの性能：本品 1.5mg 及びアミノ安息香酸エチル 2mg にメタノール/酢酸(100)混液(24:1)を加えて 200mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アミノ安息香酸エチル、メルファランの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メルファラ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 1.5%以下(1g, 減圧・0.67kPa 以下, 105°C, 2 時間)。

含量 99.0%以上(換算した乾燥物として)。定量法 本品約 0.2 g を精密に量りビーカーに入れ、0.5mol/L の水酸化カリウム溶液 20mL を加えてガラス製ビーカーで覆い、30 分間加熱する。このとき液量を維持するため、必要に応じて水を加える。冷後、フェノールフタレイン試液を加え、酢酸(100)を用いて中和した後、更に酢酸(100)1mL を加える。0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1mL=11.39mg $C_{13}H_{18}Cl_2N_2O_2 \cdot HCl$

アントラニル酸メチル $C_8H_9NO_2$ 無色又は淡黄色の結晶塊又は液体でぶどうようのにおいがある。

凝固点 22°C以上