

## トラネキサム酸カプセル

### Tranexamic Acid 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 0.45 $\mu$ 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 中にトラネキサム酸( $C_8H_{15}NO_2$ )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。別にトラネキサム酸標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 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 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、それぞれの液のトラネキサム酸のピーク面積  $A_T$  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。

トラネキサム酸( $C_8H_{15}NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : トラネキサム酸標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のトラネキサム酸( $C_8H_{15}NO_2$ )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 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 無水リン酸二水素ナトリウム 11.0g を水 500mL に溶かし、トリエチルアミン 10mL 及びラウリル硫酸ナトリウム 1.4g を加える。この液にリン酸を加え、pH2.5 に調整し、水を加えて 600mL とする。この液にメタノール 400mL を加える。

流量 : トラネキサム酸の保持時間が約 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、トラネキサム酸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、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、トラネキサム酸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   |
|-------|------|-------|
| 250mg | 15 分 | 80%以上 |

リン酸二水素ナトリウム，無水  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  白色の粉末又は結晶性の粉末で，水に  
 溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．吸湿性がある．

本品の水溶液は，酸性である．

## 塩酸デメチルクロルテトラサイクリンカプセル

### Demethylchlortetracycline 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 $\mu$ 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 中に塩酸デメチルクロルテトラサイクリン約 17 $\mu$ 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。別に塩酸デメチルクロルテトラサイクリン標準品約 17mg(力価)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 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 275nm 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。

塩酸デメチルクロルテトラサイクリンの表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸デメチルクロルテトラサイクリン標準品の量[mg(力価)]

$C$  : 1 カプセル中の塩酸デメチルクロルテトラサイクリンの表示量[mg(力価)]

溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 150mg(力価) | 30 分 | 75%以上 |

## 塩酸ドキシサイクリン錠

### Doxycycline 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 中に塩酸ドキシサイクリン約 11 $\mu$ 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。別に塩酸ドキシサイクリン標準品約 22mg(力価)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 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 274nm 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。

塩酸ドキシサイクリンの表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸ドキシサイクリン標準品の量[mg(力価)]

$C$  : 1 錠中の塩酸ドキシサイクリンの表示量[mg(力価)]

溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 50mg(力価)  | 30 分 | 85%以上 |
| 100mg(力価) | 30 分 | 85%以上 |

## クロラムフェニコール錠 Chloramphenicol 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中にクロラムフェニコール約22 $\mu$ 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。別にクロラムフェニコール標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り、水を加え、加温して溶かし、冷後、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278nm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。

クロラムフェニコールの表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : クロラムフェニコール標準品の量[mg(力価)]

$C$  : 1錠中のクロラムフェニコールの表示量[mg(力価)]

溶出規格

| 表示量       | 規定時間 | 溶出率   |
|-----------|------|-------|
| 50mg(力価)  | 45分  | 75%以上 |
| 250mg(力価) | 45分  | 70%以上 |

## クエン酸第一鉄ナトリウム顆粒

### Sodium Ferrous Citrate Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い鉄(Fe)約 0.05g 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 0.45μm 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、次のろ液を試料原液とする。別に硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物約 0.95g を精密に量り、水 20mL に溶かし、1mol/L 塩酸試液 5mL 及び水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び水 2mL ずつを正確に量り、それぞれに 1mol/L 塩酸試液 2mL 及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1→10)2mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、1,10-フェナントロリンー水和物の pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1→1000)3mL を正確に加え、pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とし、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、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 510nm における吸光度  $A_T$ 、 $A_S$  及び  $A_B$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{C} \times 45 \times 0.116$$

$W_S$  : 硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)十二水和物の量(mg)

$W_T$  : クエン酸第一鉄ナトリウム顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量*       | 規定時間 | 溶出率   |
|------------|------|-------|
| 100mg/1.2g | 90 分 | 80%以上 |

\*鉄として

## クエン酸第一鉄ナトリウム錠

### Sodium Ferrous Citrate 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 中に鉄(Fe)約 56 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料原液とする。別に硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物約 0.95g を精密に量り、水 20mL に溶かし、1mol/L 塩酸試液 5mL 及び水を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び水 2mL ずつを正確に量り、それぞれに 1mol/L 塩酸試液 2mL 及び塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液(1 $\rightarrow$ 10)2mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、1,10-フェナントロリン-水和物の pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液(1 $\rightarrow$ 1000)3mL を正確に加え、pH5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50mL とし、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、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 510nm における吸光度  $A_T$ 、 $A_S$  及び  $A_B$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

鉄(Fe)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45 \times 0.116$$

$W_s$  : 硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物の量(mg)

$C$  : 1 錠中の鉄(Fe)の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量* | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 50mg | 45 分 | 75%以上 |

\*鉄として

## チオリダジン散 Thioridazine Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いチオリダジン( $C_{21}H_{26}N_2S_2$ )約 0.091g 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 0.5 $\mu$ 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、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にチオリダジ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 0.025g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mL を正確に加えた後、0.1mol/L 塩酸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、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。

チオリダジン( $C_{21}H_{26}N_2S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : チオリダジン標準品の量(mg)

$W_T$  : チオリダジン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のチオリダジン( $C_{21}H_{26}N_2S_2$ )の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量    | 規定時間 | 溶出率   |
|--------|------|-------|
| 91mg/g | 15 分 | 85%以上 |

**チオリダジン標準品** 「チオリダジン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チオリダジン( $C_{21}H_{26}N_2S_2$ )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。

## サラゾスルファピリジン錠

### Salazosulfapyridine 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 0.45μm 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にサラゾスルファピリジン( $C_{18}H_{14}N_4O_5S$ )約 11μg 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。別にサラゾスルファピリジン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、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 pH 6.8 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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 360nm 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。

サラゾスルファピリジン( $C_{18}H_{14}N_4O_5S$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : サラゾスルファピリジン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のサラゾスルファピリジン( $C_{18}H_{14}N_4O_5S$ )の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量   | 規定時間 | 溶出率   |
|-------|------|-------|
| 500mg | 30 分 | 70%以上 |

**サラゾスルファピリジン標準品** サラゾスルファピリジン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、サラゾスルファピリジン( $C_{18}H_{14}N_4O_5S$ )99.0%以上を含むもの。

## ケノデオキシコール酸カプセル

### Chenodeoxycholic Acid 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 $\mu$ 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 中にケノデオキシコール酸( $C_{24}H_{40}O_4$ )約 0.14mg 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。別にケノデオキシコール酸標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリル 20mL 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 50mL 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 20mL 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、それぞれの液のケノデオキシコール酸のピーク面積  $A_T$  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。

ケノデオキシコール酸( $C_{24}H_{40}O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : ケノデオキシコール酸標準品の量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のケノデオキシコール酸( $C_{24}H_{40}O_4$ )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 : アセトニトリル/薄めたリン酸(1→500)混液(3 : 2)

流量 : ケノデオキシコール酸の保持時間が約 5 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、ケノデオキシコール酸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、ケノデオキシコール酸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   |
|-------|------|-------|
| 125mg | 15 分 | 75%以上 |

ケノデオキシコール酸標準品 「ケノデオキシコール酸」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ケノデオキシコール酸( $C_{24}H_{40}O_4$ )99.0%以上を含むもの。

## 塩酸プロフェナミン錠

### Profenamine Hydrochloride 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 中に塩酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot HCl$ )約 11 $\mu$ 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。別に塩酸プロフェナミン標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、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 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。

塩酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : 塩酸プロフェナミン標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot HCl$ )の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 10mg | 45 分 | 70%以上 |
| 50mg | 45 分 | 70%以上 |

**塩酸プロフェナミン標準品** 「塩酸プロフェナミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot HCl$ )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。

## ヒベンズ酸プロフェナミン散 Profenamine Hybenzate Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いヒベンズ酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )約 0.016g 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。別にヒベンズ酸プロフェナミン標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その約 0.018g 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 293nm 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。

ヒベンズ酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : ヒベンズ酸プロフェナミン標準品の量(mg)

$W_T$  : ヒベンズ酸プロフェナミン散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のヒベンズ酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ) の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|------|-------|
| 159mg/g | 2 時間 | 70%以上 |

**ヒベンズ酸プロフェナミン標準品** 「ヒベンズ酸プロフェナミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸プロフェナミン( $C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$ )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。

## カルベジロール錠

### Carvedilol 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、10mg 錠の場合には毎分 50 回転で、20mg 錠の場合には毎分 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 中にカルベジロール( $C_{24}H_{26}N_2O_4$ )約 11 $\mu$ 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。別にカルベジロール標準品を 105℃で2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 2mL 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 285nm 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。

カルベジロール( $C_{24}H_{26}N_2O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_s$  : カルベジロール標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のカルベジロール( $C_{24}H_{26}N_2O_4$ )の表示量(mg)

#### 溶出規格

| 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|------|------|-------|
| 10mg | 30 分 | 70%以上 |
| 20mg | 30 分 | 80%以上 |

**カルベジロール標準品**  $C_{24}H_{26}N_2O_4$  : 406.47 (±)-1-(カルバゾール-4-イルオキシ)-3-{[2-(*o*-メトキシフェノキシ)エチル]アミノ}-2-プロパノールで、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** カルベジロール 20g に酢酸エチル 400mL を加え、加熱して溶かし、ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、ろ液を室温で放置する。生じた結晶をろ取り、70℃で2時間減圧乾燥する。同様の操作を4回繰り返す、更にエタノール(99.5) 400mL を加え、加熱して溶かし、4℃で一晩放置する。生じた結晶をガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、70℃で8時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

#### 確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1→200000)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 222～226nm, 241～245nm, 284～288nm, 317～321nm 及び 330～334nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、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  $3340\text{cm}^{-1}$ ,  $2920\text{cm}^{-1}$ ,  $1608\text{cm}^{-1}$ ,  $1591\text{cm}^{-1}$ ,  $1502\text{cm}^{-1}$ ,  $1454\text{cm}^{-1}$ ,  $1257\text{cm}^{-1}$ ,  $1224\text{cm}^{-1}$  及び  $1101\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.065g を移動相 100mL に溶かす。この液 1mL をとり、移動相を加えて 10mL とし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相を加え、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、試料溶液のカルベジロールのピークに対する相対保持時間約 3.4 のピーク面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.02 倍より大きくない。また、試料溶液のカルベジロール以外のピークの面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.1 倍より大きくなく、かつ試料溶液のカルベジロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 0.3 倍より大きくない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240nm)

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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：55℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.72g を水 900mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：カルベジロールの保持時間が約 4 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カルベジロールの保持時間の約 9 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とする。この液 20 $\mu$ L から得たカルベジロールのピーク面積が、標準溶液のカルベジロールのピーク面積の 7～13%になることを確認する。

システムの性能：本品 0.05g 及びサリチル酸メチル 0.1g を移動相 100mL に溶かす。この液 1mL をとり、移動相を加えて 10mL とする。更にこの液 1mL をとり、移動相を加えて 100mL とする。この液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、カルベジロール、サリチル酸メチルの順に溶出

し、その分離度は 15 以上である。

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、カルベジロール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 0.5%以下(1g, 105°C, 2 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.10g を精密に量り、非水滴定用酢酸 30mL に溶かし、0.02mol/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。

0.02mol/L 過塩素酸 1mL=8.129mgC<sub>24</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

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。

サリチルアミド 45mg/g・アセトアミノフェン 25mg/g・無水カフェイン  
10mg/g・メチレンジサリチル酸プロメタジン 2.25mg/g 顆粒  
Salicylamide 45mg/g, Acetaminophen 25mg/g, Anhydrous Caffeine 10mg/g  
and Promethazine Methylenedisalicylate 2.25mg/g Granules

**溶出試験** 本品約 1g 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した崩壊試験法の第 1 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、溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び  $105^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とし、標準原液(1)とする。別にカフェイン標準品を  $80^\circ\text{C}$  で 4 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 20mL とし、標準原液(2)とする。別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 0.019g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(3)とする。標準原液(1)10mL、標準原液(2)及び標準原液(3)4mL をそれぞれ正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 300mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)及び標準溶液 30 $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積  $A_{\text{Ta}(1)}$  及び  $A_{\text{Sa}}$ 、アセトアミノフェンのピーク面積  $A_{\text{Tb}(1)}$  及び  $A_{\text{Sb}}$ 、カフェインのピーク面積  $A_{\text{Tc}(1)}$  及び  $A_{\text{Sc}}$  並びにプロメタジンのピーク面積  $A_{\text{Td}(1)}$ 、 $A_{\text{Td}(2)}$  及び  $A_{\text{Sd}}$  を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

サリチルアミド( $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sa}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Ta}(1)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{C_{\text{a}}} \times 150$$

アセトアミノフェン( $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sb}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tb}(1)}}{A_{\text{Sb}}} \times \frac{1}{C_{\text{b}}} \times 150$$

無水カフェイン( $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{\text{Sc}}}{W_{\text{T}}} \times \frac{A_{\text{Tc}(1)}}{A_{\text{Sc}}} \times \frac{1}{C_{\text{c}}} \times 60$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \left( \frac{A_{Td(1)}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{Td(2)}}{A_{Sd}} \right) \times \frac{1}{C_d} \times 12$$

$W_{Sa}$ : サリチルアミド標準品の量(mg)

$W_{Sb}$ : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

$W_{Sc}$ : カフェイン標準品の量(mg)

$W_{Sd}$ : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

$W_T$ : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

$C_a$ : 1g 中のサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量(mg)

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

$C_c$ : 1g 中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

$C_d$ : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 250nm)

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: 水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え, リン酸を加え, pH2.5 に調整する. この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える.

流量: アセトアミノフェンの保持時間が約 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 30 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド, プロメタジンの順に溶出し, アセトアミノフェン, カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 以上である.

システムの再現性: 標準溶液 30 $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド及びプロメタジ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   |
|----------------------|----------|------|-------|
| サリチルアミド              | 45mg/g   | 15 分 | 85%以上 |
| アセトアミノフェン            | 25mg/g   |      | 85%以上 |
| 無水カフェイン              | 10mg/g   |      | 85%以上 |
| メチレンジサリチル酸<br>プロメタジン | 2.25mg/g | 90 分 | 75%以上 |

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )99.0%以上を含むもの．

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )99.0%以上を含むもの．

1-オクチルアミン  $CH_3(CH_2)_7NH_2$  無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である．

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.426～1.432

サリチルアミド 270mg/g・アセトアミノフェン 150mg/g・無水カフェイン 60mg/g・メチレンジサリチル酸プロメタジン 13.5mg/g 顆粒  
 Salicylamide 270mg/g, Acetaminophen 150mg/g, Anhydrous Caffeine 60mg/g and Promethazine Methylenedisalicylate 13.5mg/g Granules

**溶出試験** 本品約 0.5g 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 $\mu$ 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。別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105℃で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とし、標準原液(1)とする。別にカフェイン標準品を 80℃で 4 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 20mL とし、標準原液(2)とする。別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.019g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(3)とする。標準原液(1)5mL、標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り、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 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、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$ 、アセトアミノフェンのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$ 、カフェインのピーク面積  $A_{Tc}$  及び  $A_{Sc}$  並びにプロメタジンのピーク面積  $A_{Td}$  及び  $A_{Sd}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

アセトアミノフェン( $C_8H_9NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sc}}{W_T} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sd}}{W_T} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

$W_{Sa}$  : サリチルアミド標準品の量(mg)

$W_{Sb}$  : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

$W_{Sc}$  : カフェイン標準品の量(mg)

$W_{Sd}$  : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

$W_T$  : サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン・メチレンジサリチル酸プロメタジン顆粒の秤取量(g)

$C_a$  : 1g 中のサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量(mg)

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

$C_c$  : 1g 中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

$C_d$  : 1g 中のメチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

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 : 水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え, リン酸を加え, pH2.5 に調整する. この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える.

流量 : アセトアミノフェンの保持時間が約 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 10 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド, プロメタジンの順に溶出し, アセトアミノフェン, カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 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, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド及びプロメタジ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   |
|----------------------|----------|------|-------|
| サリチルアミド              | 270mg/g  | 15 分 | 85%以上 |
| アセトアミノフェン            | 150mg/g  |      | 85%以上 |
| 無水カフェイン              | 60mg/g   |      | 85%以上 |
| メチレンジサリチル酸<br>プロメタジン | 13.5mg/g |      | 75%以上 |

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量すると

き，サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )99.0%以上を含むもの。

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，メチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )99.0%以上を含むもの。

1-オクチルアミン  $CH_3(CH_2)_7NH_2$  無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である。

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.426～1.432

**サリチルアミド 135mg・アセトアミノフェン 75mg・無水カフェイン  
30mg・メチレンジサリチル酸プロメタジン 6.75mg 錠**  
**Salicylamide 135mg, Acetaminophen 75mg, Anhydrous Caffeine 30mg and  
Promethazine Methylenedisalicylate 6.75mg 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、次のろ液を試料溶液とする。別にシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 0.030g 及び 105℃で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とし、標準原液(1)とする。別にカフェイン標準品を 80℃で 4 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 20mL とし、標準原液(2)とする。別にメチレンジサリチル酸プロメタジン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.019g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(3)とする。標準原液(1)5mL、標準原液(2)及び標準原液(3)2mL をそれぞれ正確に量り、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 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、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$ 、アセトアミノフェンのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$ 、カフェインのピーク面積  $A_{Tc}$  及び  $A_{Sc}$  並びにプロメタジンのピーク面積  $A_{Td}$  及び  $A_{Sd}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

アセトアミノフェン( $C_8H_9NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 450$$

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sc} \times \frac{A_{Tc}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{C_c} \times 180$$

メチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sd} \times \frac{A_{Td}}{A_{Sd}} \times \frac{1}{C_d} \times 36$$

$W_{Sa}$  : サリチルアミド標準品の量(mg)

$W_{Sb}$  : アセトアミノフェン標準品の量(mg)

$W_{Sc}$  : カフェイン標準品の量(mg)

$W_{Sd}$  : メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品の量(mg)

$C_a$  : 1錠中のサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量(mg)

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

$C_c$  : 1錠中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

$C_d$  : 1錠中のメチレンジサリチル酸プロメタジン( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

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 : 水 1000mL にリン酸 0.5mL 及び 1-オクチルアミン 1mL を加え, リン酸を加え, pH2.5 に調整する. この液 800mL にアセトニトリル 144mL 及びメタノール 80mL を加える.

流量 : アセトアミノフェンの保持時間が約 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 10 $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド, プロメタジンの順に溶出し, アセトアミノフェン, カフェイン及びサリチルアミドの分離度はそれぞれ 3 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, アセトアミノフェン, カフェイン, サリチルアミド及びプロメタジ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   |
|----------------------|--------|------|-------|
| サリチルアミド              | 135mg  | 45 分 | 70%以上 |
| アセトアミノフェン            | 75mg   |      | 85%以上 |
| 無水カフェイン              | 30mg   |      | 85%以上 |
| メチレンジサリチル酸<br>プロメタジン | 6.75mg |      | 80%以上 |

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )99.0%以上を含むもの.

メチレンジサリチル酸プロメタジン標準品 「メチレンジサリチル酸プロメタジ

ン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メチレンジサリチル酸プロメタジン ( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ ) 99.0%以上を含むもの。

**1-オクチルアミン**  $CH_3(CH_2)_7NH_2$  無色～わずかにうすい黄色澄明の液体である。

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.426～1.432

**ニコチン酸アミド 30mg・塩酸パパベリン 6mg 錠**  
**Nicotinamide 30mg and Papaverine Hydrochloride 6mg 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 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸アミドをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、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 とし、標準原液(1)とする。また、定量用塩酸パパベリンを 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 200mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)5mL 及び標準原液(2)4mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸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 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、それぞれの液のニコチン酸アミドのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにパパベリンのピーク面積  $A_{Tb}$  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。

ニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 180$$

塩酸パパベリン( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 36$$

$W_{Sa}$  : 定量用ニコチン酸アミドの量(mg)

$W_{Sb}$  : 定量用塩酸パパベリンの量(mg)

$C_a$  : 1 錠中のニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1 錠中の塩酸パパベリン( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

**試験条件 :**

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 250nm)

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 : 水/メタノール混液(1 : 1)1000mL にリン酸二水素カリウム 0.85g を溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。

流量 : ニコチン酸アミドの保持時間が約 2 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、ニコチン酸アミド、パパベリンの順に溶出し、その分離度は4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、ニコチン酸アミド及びパパベリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ3.0%以下である。

溶出規格

|          | 表示量  | 規定時間 | 溶出率   |
|----------|------|------|-------|
| ニコチン酸アミド | 30mg | 45 分 | 85%以上 |
| 塩酸パパベリン  | 6mg  |      | 80%以上 |

定量用ニコチン酸アミド ニコチン酸アミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )99.0%以上を含むもの。

**シメトリド 800mg/g・無水カフェイン 20mg/g 顆粒**  
**Simetride 800mg/g and Anhydrous Caffeine 20mg/g Granules**

**溶出試験** 本品約 0.5g を精密に量り、試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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 を正確にとり、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、溶出試験開始 15 分後及び 90 分後に採取した溶出液から得た液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

**シメトリド**

試料溶液(1)及び試料溶液(2)2mL ずつを正確に量り、メタノールを加えて正確に 20mL とし、試料溶液(3)及び試料溶液(4)とする。別にシメトリド標準品を 105℃で 4 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 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液(3)、試料溶液(4)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、それぞれの液のシメトリドのピーク面積  $A_{T1}$ 、 $A_{T2}$  及び  $A_S$  を測定する。

シメトリド( $C_{28}H_{38}N_2O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left( \frac{A_{T1}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{T2}}{A_S} \times \frac{44}{45} \right) \times \frac{1}{C} \times 1800$$

$W_S$  : シメトリド標準品の量(mg)

$W_T$  : シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のシメトリド( $C_{28}H_{38}N_2O_6$ )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 $\mu$ 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 : メタノール/水混液(4 : 1)

流量 : シメトリドの保持時間が約 5 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 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、シメトリ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 3000 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、シメトリドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

#### 無水カフェイン

別にカフェイン標準品を 80℃で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、ラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→100)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→100)を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)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、それぞれの液のカフェインのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$ ：カフェイン標準品の量(mg)

$W_T$ ：シメトリド・無水カフェイン顆粒の秤取量(g)

$C$ ：1g 中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：273nm)

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填する。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1→1000)/アセトニトリル混液(17：3)

流量：カフェインの保持時間が約 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、カフェイ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、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、カフェインのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

|         | 表示量     | 規定時間 | 溶出率   |
|---------|---------|------|-------|
| シメトリド   | 800mg/g | 90 分 | 70%以上 |
| 無水カフェイン | 20mg/g  | 15 分 | 85%以上 |