

パントテン酸カルシウム散 Calcium Pantothenate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)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0.45 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。別にパントテン酸カルシウム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.028g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、それぞれの液のパントテン酸のピーク面積 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。

パントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)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 : パントテン酸カルシウム標準品の量(mg)

W_T : パントテン酸カルシウム散の秤取量(g)

C : 1g中のパントテン酸カルシウム($C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 210nm)

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1.36gを水に溶かして1000mLとした液に、薄めたリン酸(1 \rightarrow 100)を加え、pH3.5に調整する。この液900mLにメタノール100mLを加える。

流量 : パントテン酸の保持時間が約10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、パントテン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5000段以上、1.5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、パントテン酸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
100mg/g	15分	80%以上

パントテン酸カルシウム標準品 パントテン酸カルシウム(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 窒素(N:14.01)5.83~5.94%を含むもの.

プラゼパム細粒 Prazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いプラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)約 0.01g 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(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)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 0.45μm 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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプラゼパム標準品を 105°C 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 200mL 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、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 240nm 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。

プラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : プラゼパム標準品の量(mg)

W_T : プラゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のプラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	80%以上

プラゼパム標準品 プラゼパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゼパム(C₁₉H₁₇ClN₂O)99.0 %以上を含むもの。

フルジアゼパム細粒 Fludiazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)約0.25mg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。別にフルジアゼパム標準品を60℃で3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50μL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ジアゼパムのピーク面積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。

フルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_S : フルジアゼパム標準品の量(mg)

W_T : フルジアゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g中のフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 232nm)

カラム : 内径3.9mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm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℃付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(1 : 1)

流量 : フルジアゼパムの保持時間が約10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50μLにつき、上記の条件で操作するとき、フルジアゼパ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50μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルジアゼパ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
1mg/g	15分	85%以上

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム(日局).

フルジアゼパム錠 Fludiazepam 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中にフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)約0.28 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。別にフルジアゼパム標準品を60 $^{\circ}$ Cで3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、それぞれの液のフルジアゼパムのピーク面積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。

フルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_S : フルジアゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のフルジアゼパム(C₁₆H₁₂ClFN₂O)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 232nm)

カラム : 内径3.9mm, 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 : フルジアゼパムの保持時間が約10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、フルジアゼパ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、フルジアゼパ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
0.25mg	15分	80%以上

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム(日局).

プロキシフィリン散 Proxiphylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いプロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105°C で 4 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。

プロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)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 : プロキシフィリン標準品の量(mg)

W_T : プロキシフィリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のプロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

プロキシフィリン標準品 「プロキシフィリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$)99.0%以上を含むもの。

プロキシフィリン錠 Proxyphylline 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中にプロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)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。別にプロキシフィリン標準品を105°Cで4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。

プロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)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 : プロキシフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のプロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)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

プロキシフィリン標準品 「プロキシフィリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロキシフィリン(C₁₀H₁₄N₄O₃)99.0%以上を含むもの。

ベスナリノン錠

Vesnarinone 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中にベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)約6.7 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。別にベスナリノン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.034gを精密に量り、崩壊試験法の第1液に溶かし、正確に200mL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253nm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。

ベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)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 : ベスナリノン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベスナリノン(C₂₂H₂₅N₃O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	15分	80%以上

ベスナリノン標準品 C₂₂H₂₅N₃O₄:395.45 3,4-ジヒドロ-6-[4-(3,4-ジメトキシベンゾイル)-1-ピペラジニル]-2(1H)-キノリノンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は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→125000)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269～273nmに吸収の極大を示し、波長235～239nmに吸収の極小を示す。
- (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1664cm⁻¹, 1638cm⁻¹, 1513cm⁻¹, 1257cm⁻¹, 1227cm⁻¹及び1024cm⁻¹付近に吸収を認める。

融点 238～240°C

類縁物質 本品0.06gをジメチルスルホキシド10mLに溶かした後、メタノール

を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 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。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それらの量を求めるとき、主ピーク以外のピークの量はそれぞれ 0.1% 以下であり、それらの合計は 0.5% 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の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：リン酸 1.21g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.64g を水 3000mL に溶かし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 2190mL にアセトニトリル 810mL を加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約 10 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ベスナリノンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 10 μ L から得たベスナリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のベスナリンのピーク面積の 3~7% になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル 0.03g をメタノール 100mL に溶かす。この液 1mL 及び試料溶液 1mL にメタノールを加えて 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、ベスナリノン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は 3 以上であり、ベスナリノンの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.0~1.2 である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベスナリノ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 0.2% 以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、酢酸 (100)30mL 及び無水酢酸 70mL 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=39.545mgC₂₂H₂₅N₃O₄

ベンズブロマロン錠 Benzbromarone Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH8.0 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 30mL 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 中にベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)約 11.1 μ g を含む液となるように pH8.0 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。別にベンズブロマロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 50 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その約 0.056g を精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH8.0 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 とする。更にこの液 4mL を正確に量り、pH8.0 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH8.0 のリン酸水素二ナトリウム・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 357nm 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。

ベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ベンズブロマロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	45分	70%以上
50mg	45分	70%以上

ベンズブロマロン標準品 ベンズブロマロン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンズブロマロン($C_{17}H_{12}Br_2O_3$)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH8.0 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、pH8.0 に調整する。

メキサゾラム細粒 Mexazolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いメキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)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、次のろ液を試料溶液とする。別にメキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL 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 100mL とする。更にこの液 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 30 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、それぞれの液のメキサ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。

メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : メキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : メキサゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のメキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)の表示量(mg)

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 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : メキサゾラムの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メキサ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 500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 30 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メキサ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
1mg/g	30分	75%以上

メキサゾラム標準品 「メキサゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

メキサゾラム錠 Mexazolam 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中にメキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)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とし、試料溶液とする。別にメキサゾラム標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mL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100mLとする。更にこの液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30 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、それぞれの液のメキサ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。

メキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)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 : メキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のメキサゾラム(C₁₈H₁₆Cl₂N₂O₂)の表示量(mg)

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°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : メキサゾラムの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、メキサ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500段以上、1.5以下である。

システムの再現性 : 標準溶液30 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、メキサ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	70%以上
1mg	30分	75%以上

メキサゾラム標準品 「メキサゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メキサゾラム($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$)99.0%以上を含むもの。

葉酸散 Folic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従い葉酸(C₁₉H₁₉N₇O₆)約 5mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH5.0 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。別に葉酸標準品(別途葉酸(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.028g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 2mL に溶かした後、pH5.0 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 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH5.0 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、pH5.0 のリン酸水素二ナトリウム・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 280nm 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。

葉酸(C₁₉H₁₉N₇O₆)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 : 脱水物に換算した葉酸標準品の量(mg)

W_T : 葉酸散の秤取量(g)

C : 1g 中の葉酸(C₁₉H₁₉N₇O₆)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

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.0 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、pH5.0 に調整する。

硫酸オルシプレナリン錠 Orciprenaline Sulfate 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中に硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]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。別に硫酸オルシプレナリン標準品(別途硫酸オルシプレナリン(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、それぞれの液のオルシプレナリンのピーク面積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。

硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]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 : 乾燥物に換算した硫酸オルシプレナリン標準品の量(mg)

C : 1錠中の硫酸オルシプレナリン[(C₁₁H₁₇NO₃)₂·H₂SO₄]の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 276nm)

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 : 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム2.0gを水600mL及びメタノール400mLに溶かし、薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)を加え、pH3.0に調整する。

流量 : オルシプレナリンの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オルシプレナ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100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オルシプレナ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	60分	75%以上

硫酸オルシプレナリン標準品 硫酸オルシプレナリン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 硫酸オルシプレナリン $[(C_{11}H_{17}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

硫酸サルブタモール錠 Salbutamol Sulfate 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中にサルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)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。別に硫酸サルブタモール標準品を100°Cで3時間減圧(0.67kPa以下)乾燥し、その約0.027g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200mL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、それぞれの液のサルブタモールのピーク面積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。

サルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9 \times 0.830$$

W_s : 硫酸サルブタモール標準品の量(mg)

C : 1錠中のサルブタモール(C₁₃H₂₁NO₃)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 276nm)

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 : 酢酸アンモニウム溶液(154→10000)に酢酸(100)を加えてpH5.0に調整した液1000mLにアセトニトリル100mLを加える。

流量 : サルブタモールの保持時間が約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100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、サルブタモールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2500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、サルブタモール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
2mg	15分	85%以上

*サルブタモールとして

硫酸サルブタモール標準品 硫酸サルブタモール(日局). ただし, 乾燥したものを
定量するとき, 硫酸サルブタモール $[(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

硫酸サルブタモールドライシロップ Salbutamol Sulfate Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いサルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)約 2mg 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。別に硫酸サルブタモール標準品を 100°C で 3 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥し、その約 0.027g 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 200mL 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、それぞれの液のサルブタモールのピーク面積 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。

サルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9 \times 0.830$$

W_S : 硫酸サルブタモール標準品の量(mg)

W_T : 硫酸サルブタモールドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のサルブタモール($C_{13}H_{21}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 276nm)

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 : 酢酸アンモニウム溶液(154→10000)に酢酸(100)を加えて pH5.0 に調整した液 1000mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量 : サルブタモールの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、サルブタモールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 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、サルブタモール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
2mg/g	15分	85%以上
2.4mg/g	15分	85%以上

*サルブタモールとして

硫酸サルブタモール標準品 硫酸サルブタモール(日局). ただし, 乾燥したものを
定量するとき, 硫酸サルブタモール $[(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

硫酸テルブタリン細粒 Terbutaline Sulfate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 約 4mg 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。別に硫酸テルブタリン標準品(別途本品 1g 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 100mL 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 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、それぞれの液のテルブタリンのピーク面積 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。

硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量(mg)

W_T : 硫酸テルブタリン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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チ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 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム溶液(1 \rightarrow 75)/メタノール/テトラヒドロフラン混液(75 : 14 : 11)

流量 : テルブタリンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テルブタ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、1.5 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、テルブタ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

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

硫酸テルブタリン錠 Terbutaline Sulfate 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 中に硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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。別に硫酸テルブタリン標準品(別途本品 1g 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 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 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、それぞれの液のテルブタリンのピーク面積 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。

硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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 : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 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チ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 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウム溶液(1 \rightarrow 75)/メタノール/テトラヒドロフラン混液(75 : 14 : 11)

流量 : テルブタリンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テルブタ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、1.5 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、テルブタ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
2mg	30分	85%以上

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硫酸テルブタリン $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$ 99.0%以上を含むもの.

リン酸エストラムスチンナトリウムカプセル Estramustine Phosphate Sodium 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中にリン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)約170 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。別にリン酸エストラムスチンナトリウム標準品(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0.017g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 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、それぞれの液のリン酸エストラムスチンのピーク面積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。

リン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 900 \times 1.032$$

W_s : 脱水物に換算したリン酸エストラムスチンナトリウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のリン酸エストラムスチンナトリウム(C₂₃H₃₀Cl₂NNa₂O₆P·H₂O)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 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 : 0.02mol/Lリン酸二水素カリウム試液に0.01mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH6.0に調整する。この液400mLにメタノール600mLを加える。

流量 : リン酸エストラムスチンの保持時間が約12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、リン酸エストラムスチ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 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リン酸エストラムスチ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
156.7mg	15 分	85%以上

リン酸エストラムスチンナトリウム標準品 $C_{23}H_{30}Cl_2NNa_2O_6P \cdot H_2O$: 582.36 1,3,5(10) estratriene-3,17 β -diol 3-[bis(2-chloroethyl)carbamate]17-disodium phosphate hydrate 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 リン酸エストラムスチンナトリウム 1.0g に 2-メトキシエタノール 10mL を加え，室温で攪拌して溶かし，水 3mL を徐々に滴加した後氷冷する。析出した結晶をろ取し，少量の 2-メトキシエタノールで洗った後，40 $^{\circ}$ C で減圧乾燥する。

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 2920 cm^{-1} ，1713 cm^{-1} ，1467 cm^{-1} ，1412 cm^{-1} ，1231 cm^{-1} ，1078 cm^{-1} 及び 984 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.010g を移動相に溶かし，正確に 10mL とし，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 200mL 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，試料溶液のリン酸エストラムスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリン酸エストラムスチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径 4mm，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：0.02mol/L リン酸二水素カリウム試液に 0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え，pH6.0 に調整する。この液 450mL にメタノール 550mL を加える。

流量：リン酸エストラムスチンの保持時間が約 18 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リン酸エストラムスチンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とする．この液 10 μ L から得たリン酸エストラムスチンのピーク面積が標準溶液のリン酸エストラムスチンのピーク面積の 10～30%になることを確認する．

システムの性能：本品 0.01g を移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1 \rightarrow 4000)1mL を加えた後，移動相を加えて 25mL とする．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，リン酸エストラムスチンの順に溶出し，その分離度は 7 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，リン酸エストラムスチンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である．

水分 3.0～5.0%(0.2g，容量滴定法，直接滴定)．

含量 99.0%以上(脱水物換算)． 定量法 本品約 0.5g を精密に量り，非水滴定用酢酸 50mL に溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 28.217mg $C_{23}H_{30}Cl_2NNa_2O_6P$