

クロルプロマジン塩酸塩 12.5mg・プロメタジン塩酸塩 12.5mg・フェノバルビタール 30mg 錠

溶出性〈6.10〉 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、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始90分後、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。別にクロルプロマジン塩酸塩標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約14mg、プロメタジン塩酸塩標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約14mg及びフェノバルビタール標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約33mg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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のクロルプロマジンのピーク面積 $A_{Ta}$ 及び $A_{Sa}$ 、プロメタジンのピーク面積 $A_{Tb}$ 及び $A_{Sb}$ 並びにフェノバルビタールのピーク面積 $A_{Tc}$ 及び $A_{Sc}$ を測定する。

本品の90分間の溶出率がクロルプロマジン塩酸塩75%以上、プロメタジン塩酸塩75%以上及びフェノバルビタール70%以上のときは適合とする。

クロルプロマジン塩酸塩 ( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / C_a) \times 90$$

プロメタジン塩酸塩 ( $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times 90$$

フェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times (A_{Tc} / A_{Sc}) \times (1 / C_c) \times 90$$

$W_{Sa}$  : クロルプロマジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_{Sb}$  : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_{Sc}$  : フェノバルビタール標準品の秤取量 (mg)

$C_a$  : 1錠中のクロルプロマジン塩酸塩 ( $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

$C_b$  : 1錠中のプロメタジン塩酸塩 ( $C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

$C_c$  : 1錠中のフェノバルビタール ( $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 225nm)

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ィー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 : 0.025mol/Lリン酸二水素ナトリウム溶液/アセトニトリル混液 (27 : 13)

流量 : フェノバルビタールの保持時間が約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10 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フェノバルビタール、プロメタジン、クロルプロマジンの順に溶出し、フェノバルビタールとプロメタジンの分離度は6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、クロルプロマジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロルプロマジン塩酸塩標準品 クロルプロマジン塩酸塩（日局）。

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジン塩酸塩（C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S $\cdot$ HCl）99.0%以上を含むもの。

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール（日局）。

## プロメタジン塩酸塩 5mg 錠

溶出性〈6.10〉本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 分後、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。別にプロメタジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、溶出試験第 2 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 2 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、溶出試験第 2 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉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。

本品の 45 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{プロメタジン塩酸塩 (C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 18 \end{aligned}$$

$W_S$  : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のプロメタジン塩酸塩 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S · HCl) の表示量 (mg)

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジン塩酸塩 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S · HCl) 99.0% 以上を含むもの。

## プロメタジン塩酸塩 25mg 錠

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 分後、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 4mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にプロメタジン塩酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、溶出試験第 2 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 2 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、溶出試験第 2 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) 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。

本品の 45 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{プロメタジン塩酸塩 (C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \end{aligned}$$

$W_S$ : プロメタジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプロメタジン塩酸塩 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S · HCl) の表示量 (mg)

プロメタジン塩酸塩標準品 プロメタジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジン塩酸塩 (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>S · HCl) 99.0% 以上を含むもの。

アリメマジン酒石酸塩 10mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 0.25 g を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後，溶出液 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にアリメマジン酒石酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し，その約 28 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL 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〈2.24〉により試験を行い，波長 251 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

アリメマジン酒石酸塩 ((C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>S)<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$$

$W_S$  : アリメマジン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のアリメマジン酒石酸塩 ((C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>S)<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>) の表示量 (mg)

アリメマジン酒石酸塩標準品 アリメマジン酒石酸塩 (日局) . ただし，乾燥したものを定量するとき，アリメマジン酒石酸塩 ((C<sub>18</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>S)<sub>2</sub>·C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>6</sub>) 99.0% 以上を含むもの．

## アリメマジン酒石酸塩 2.5mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアリメマジン酒石酸塩標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 251 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

アリメマジン酒石酸塩 ( $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$$

$W_S$ : アリメマジン酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のアリメマジン酒石酸塩 ( $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) の表示量 (mg)

アリメマジン酒石酸塩標準品 アリメマジン酒石酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アリメマジン酒石酸塩 ( $(C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6$ ) 99.0%以上を含むもの。

## プラジカンテル 600mg 錠

**溶出性〈6.10〉** 本品1個をとり、試験液にポリソルベート80 20gに水を加えて1000 mLとした液900 mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始45分後、溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にプラジカンテル標準品（別途本品1gにつき、50°Cで2時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく）約34 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20 mLとする。この液10 mLを正確に量り、ポリソルベート80 20gに水を加えて1000 mLとした液を加えて正確に25 mLとし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のプラジカンテルのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の試験開始45分後の溶出率が70%以上のときは適合とする。

プラジカンテル ( $C_{19}H_{24}N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times 3$

$W_S$  : 乾燥物に換算したプラジカンテル標準品の秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 263 nm)

カラム : 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー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 °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 : プラジカンテルの保持時間が約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50 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プラジカンテ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2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プラジカンテルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

プラジカンテル標準品 ( $C_{19}H_{24}N_2O_2$ ) : 312.41 (±) ·2· (シクロヘキシルカルボニル) ·1, 2, 3, 6, 7, 11b-ヘキサヒドロ-4*H*-ピラジノ[2, 1-*a*]イソキノリン-4-オンで、下記の規格に適合するもの。必要な場合は次に示す方法により精製する。

精製法 : メタノールから再結晶し減圧乾燥する。

性状 : 本品は白色～ほとんど白色の結晶性の粉末である。

確認試験 : 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル(図1)を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

### 純度試験

- (1) 溶状 本品 2.0 g にエタノール (95) 20 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 塩化物 *(1.03)* 本品 0.5 g に水 30 mL を加え、沸騰させ、冷後ろ過する。ろ紙を洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に 50 mL とし、検液とする。別に塩素標準液 (5 ppm Cl) 6 mL を正確に量り、水 9 mL を正確に加えて比較液とする。検液及び比較液それぞれ 15 mL に希硝酸 1 mL ずつを加えて混和し、あらかじめ硝酸銀試液 1 mL を入れておいた試験管に移す。遮光して 5 分間放置した後、黒色の背景を用い、両者の混濁を比較するとき、検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない (0.02 % 以下)。
- (3) リン酸塩 塩化物の項で得た検液及び比較液としてリン酸標準液 (5 ppm PO<sub>4</sub>) のそれぞれ 10 mL を正確に量り、硫酸銅溶液 5 mL、七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (3→100) 2 mL、1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL 及び過塩素酸溶液 (3→100) 1 mL を加え混和する。15 分間放置した後、両者の色を比較するとき、検液の色は、比較液の色より濃くない (0.05 % 以下)。
- (4) 重金属 *(1.07)* 本品 2.0 g を石英製又は磁製のろつばに量り、硫酸マグネシウムの希硫酸溶液 (1→4) 4 mL を加えて混和し、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱して炭化する。冷後、少量の薄めた硫酸 (11→200) で潤し、800 °C 以下で強熱して灰化する。ただし、強熱時間は 2 時間を越えない。冷後、残留物を希塩酸 5 mL で溶かし、さらに希塩酸 5 mL で洗い、それぞれの液を合わせる。次にフェノールフタレイン試液 0.1 mL を加え、アンモニア水 (28) を液が微赤色となるまで滴加する。この液が消えるまで酢酸 (100) を滴加し、さらに酢酸 (100) 0.5 mL を加え、必要ならばろ過する。これに水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に鉛標準液 (10 ppm Pb) 2 mL を石英製又は磁製のろつばにとり、以下試料溶液の調製法と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液 12 mL をネスラー管にとり、pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL を加え検液とする。別に試料溶液 2 mL をネスラー管にとり、標準溶液 10 mL 及び pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL を加え対照液とする。検液、比較液及び対照液に、チオアセトアミド試液 1.2 mL ずつを加えて混和し、2 分間放置した後、それぞれの液の色を比較する。比較的の呈する色は対照液の呈する色よりわずかに褐色を帯び、検液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くない。(10 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.04 g を水/アセトニトリル混液 (11 : 9) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) に溶かし正確に 20 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (11 : 9) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー *(2.01)* により試験を行い、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、試料溶液のプラジカンテル以外のピーク面積の合計は、標準溶液のプラジカンテルのピーク面積より大きくない (0.5 % 以下)。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー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：水/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量：プラジカンテルの保持時間が約 10 分になるように調整する。



面積測定範囲：プラジカンテルのピーク保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20 mL とする。

この液 20  $\mu$ L から得たプラジカンテルのピーク面積が，標準溶液 20  $\mu$ L から得たプラジカンテルのピーク面積の 5～15 % になることを確認する。

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，プラジカンテ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 10,000 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，プラジカンテ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 (2.41) 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 50°C, 2 時間)

強熱残分 (2.44) 0.1 % 以下 (1 g)

含量 99.0 % 以上. 定量法 100 % より，塩化物の量，リン酸塩の量，類縁物質の量，乾燥減量及び強熱残分の量 (%) を差し引いて定量値とする。

塩素標準液 (5 ppm Cl) 塩化ナトリウム 0.824 g を正確に量り，水を加えて 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。

リン酸標準液 (5 ppm PO<sub>4</sub>) リン酸二水素カリウム 0.716 g を正確に量り，水を加えて正確に 1000 mL とする。

硫酸銅溶液 硫酸銅 (II) 5 水和物 0.25 g 及び酢酸アンモニウム 4.5 g を酢酸(100) (12→100) に溶かし 100 mL とする。

鉛標準液 (10 ppm Pb) 硝酸鉛 (II) 0.400 g を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。

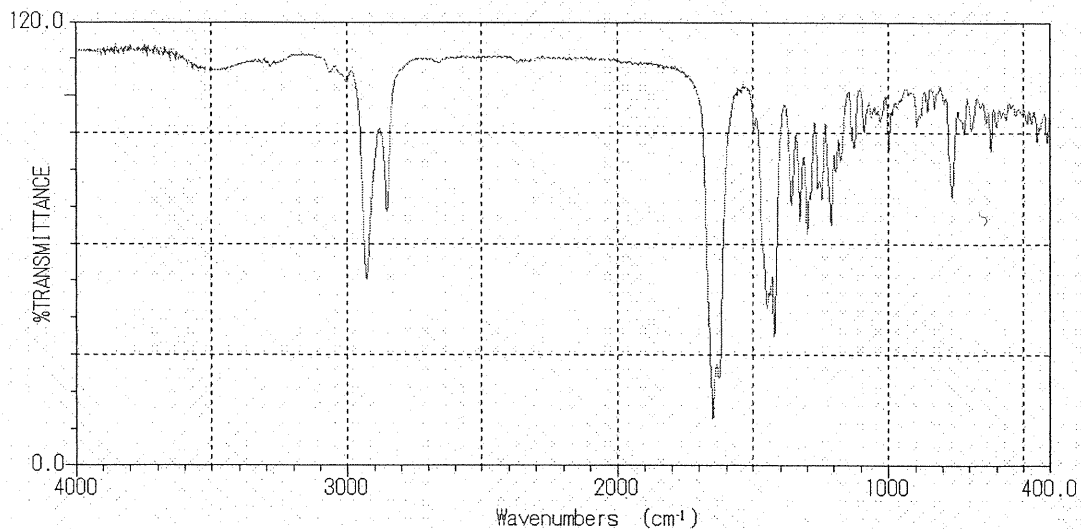


図 1 プラジカンテルの参照スペクトル

## ヒドロキシジン塩酸塩 10 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を 105 $\square$  で 2 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 232 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36$

$W_S$  : ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

ヒドロキシジン塩酸塩標準品 ヒドロキシジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$  : 447.83) 99.0 % 以上を含むもの。

## ヒドロキシジン塩酸塩 25 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 180 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 4 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ で 2 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 232 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 180 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

$W_S$  : ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

ヒドロキシジン塩酸塩標準品 ヒドロキシジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$  : 447.83) 99.0 %以上を含むもの。

## ヒドロクロロチアジド 25mg 錠

溶出性〈6.10〉 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) 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 1 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 4 mL 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 10 mL とし、試料溶液とする。別にヒドロクロロチアジド標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、メタノール 4 mL を加えて溶かし、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL 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 200mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 272 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率は 80% 以上である。

ヒドロクロロチアジド( $C_7H_8ClN_3O_4S_2$ )の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2)$$

$W_S$  : ヒドロクロロチアジド標準品の量 (mg)

ヒドロクロロチアジド標準品 ヒドロクロロチアジド (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロクロロチアジド( $C_7H_8ClN_3O_4S_2$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ジアゼパム 10mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，パドル法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 120 分後，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，次のろ液を試料溶液とする．別にジアゼパム標準品を 105°C で 2 時間乾燥し，その約 22mg を精密に量り，エタノール (95) 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〈2.24〉により試験を行い，波長 230nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 120 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

ジアゼパム ( $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

$W_S$  : ジアゼパム標準品 (乾燥物) の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のジアゼパム ( $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$ ) の表示量 (mg)

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局) . ただし，乾燥したものを定量するとき，ジアゼパム ( $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$ ) 99.0% 以上を含むもの．

## ジアゼパム 2mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、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。別にジアゼパム標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、エタノール (95) 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。この液 10mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 230nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$$

$W_S$  : ジアゼパム標準品 (乾燥物) の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量 (mg)

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局) . ただし、乾燥したものを定量するとき、ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ジアゼパム 3mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、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6mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にジアゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)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〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の30分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 15$$

$W_S$ : ジアゼパム標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1錠中のジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量 (mg)

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ジアゼパム 5mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、毎分100回転で試験を行う。溶出試験開始90分後、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4mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にジアゼパム標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)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。この液10mL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〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の90分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (45 / 2)$$

$W_S$  : ジアゼパム標準品 (乾燥物) の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量 (mg)

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局) . ただし、乾燥したものを定量するとき、ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) 99.0%以上を含むもの。



## ジアゼパム 10mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により毎分100回転で試験を行う。溶出試験開始120分後、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4mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にジアゼパム標準品を105℃で2時間乾燥し、その約22mgを精密に量り、エタノール(95)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。この液10mL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〈2.24〉により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。本品の120分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

$W_S$  : ジアゼパム標準品 (乾燥物) の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) の表示量 (mg)

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局) . ただし、乾燥したものを定量するとき、ジアゼパム ( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ ) 99.0%以上を含むもの。

## スルファドキシシン 500 mg・ピリメタミン 25 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後及び 60 分後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した溶出試験第 2 液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にピリメタミン標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 4 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、アセトニトリル 70 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、スルファドキシシン標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 4 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り込んだ 50 mL のメスフラスコに入れ、移動相を加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ  $10 \mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のスルファドキシシンのピーク面積  $A_{\text{T}a}$  及び  $A_{\text{S}a}$  及びピリメタミンのピーク面積  $A_{\text{T}b30}$ 、 $A_{\text{T}b60}$  及び  $A_{\text{S}b}$  を測定する。

本品の 30 分間のスルファドキシシンの溶出率が 75% 以上、60 分間のピリメタミンの溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

スルファドキシシン ( $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{\text{S}a} \times (A_{\text{T}a}/A_{\text{S}a}) \times (1/C_a) \times 1800$$

ピリメタミン ( $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{\text{S}b} \times [(A_{\text{T}b60}/A_{\text{S}b}) + (A_{\text{T}b30}/A_{\text{S}b}) \times (1/45)] \times (1/C_b) \times 90$$

$W_{\text{S}a}$  : スルファドキシシン標準品の量 (mg)

$W_{\text{S}b}$  : ピリメタミン標準品の量 (mg)

$C_a$  : 1 錠中のスルファドキシシン ( $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_4\text{S}$ ) の表示量 (mg)

$C_b$  : 1 錠中のピリメタミン ( $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に  $5 \mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー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 :  $40^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : 薄めたトリエチルアミン (1→500) 190 mL とアセトニトリル 60 mL を混和した後、薄めたリン酸 (1→10) を加えて pH4.0 に調整する。

流量 : スルファドキシシンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

### システム適合性

システムの性能 : 標準溶液  $10 \mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ピリメタミン、スルファドキシシンの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液  $10 \mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、スルファドキシシン及びピリメタミ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。

スルファドキシシン標準品  $C_{12}H_{14}N_4O_4S$ : 310.33 4-アミノ-*N*-(5,6-ジメトキシ-4-ピリミジニル)ベンゼンスルホンアミドで下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、その0.6 mgをとり、臭化カリウム 150 mgを加えて赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3461\text{ cm}^{-1}$ ,  $3372\text{ cm}^{-1}$ ,  $1650\text{ cm}^{-1}$ ,  $1583\text{ cm}^{-1}$ ,  $1318\text{ cm}^{-1}$ ,  $1156\text{ cm}^{-1}$ 及び  $830\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

融点〈2.60〉 197~200°C

類縁物質 本品 50 mgをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100) 5.0 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 mLを正確に量り、アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 100 mLとし、更にこの液 1 mLを正確に量り、アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)を加えて正確に 10 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘプタン/クロロホルム/エタノール(99.5)/酢酸(100)混液(4:4:4:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1 g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 gを精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mLに溶かし、水 10 mLを加えた後、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈2.50〉する(指示薬:チモールフタレイン試液 0.5 mL)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mLに水 26 mLを加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 31.033mg  $C_{12}H_{14}N_4O_4S$

ピリメタミン標準品  $C_{12}H_{13}ClN_4$ : 248.72 2,4-ジアミノ-5-(*p*-クロロフェニル)-6-エチルピリミジンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、その0.5 mgをとり、臭化カリウム 150 mgを加えて赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3462\text{ cm}^{-1}$ ,  $3306\text{ cm}^{-1}$ ,  $1626\text{ cm}^{-1}$ ,  $1574\text{ cm}^{-1}$ ,  $1437\text{ cm}^{-1}$ 及び  $832\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

融点〈2.60〉 238~242°C

類縁物質 本品 0.050 gをメタノール 5.0 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mLとし、更にこの液 1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/1-ブタノール/水/酢酸(100)混液(16:2:1:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを塩素を満した槽中に約 1 分間放置した後取り出し、空気を吹きつけて過剰の塩素を除く。次に TDM 溶液を薄層板に均等に噴霧し、直ちに観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液か

ら得たスポットより濃くない。

乾燥減量 (2.41) 0.5%以下 (1 g, 105°C, 4時間)

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 非水滴定用酢酸 75 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 過塩素酸 1 mL = 24.872 mg  $C_{12}H_{13}ClN_4$

TDM 溶液 A, B 液の全量及び C 液の 1.5 mL を用事混合する.

A 液: 4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン 2.5 g を酢酸 (100) 10 mL に溶かし, 水 50 mL を加える.

B 液: ヨウ化カリウム 5 g を水 100 mL に溶かす.

C 液: ニンヒドリン 0.3 g を水 90 mL に溶かし, 酢酸 (100) 10 mL を加える.