

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ダイマーのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

リン酸塩緩衝液，pH2.1 リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし，600mL とした液に，リン酸を加えて pH を 2.1 に調整した後，水を加えて 1000mL とする。

## マジンドール 0.5mg 錠

**溶出性〈6.0I〉** 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50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0.5 $\mu$ 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2mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別にマジンドール標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約22mg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5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、水10mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.0I〉により試験を行い、マジンドールのピーク面積 $A_T$ 、 $A_S$ 及びマジンドールに対する相対保持時間が約1.2の2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジンのピーク面積 $A_{TD}$ を測定する。

本品の30分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

マジンドール( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times [(A_T + A_{TD} \times c) / A_S] \times (1 / C) \times (9 / 4)$$

$W_S$  : マジンドール標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1錠中のマジンドール( $C_{16}H_{13}ClN_2O$ )の表示量(mg)

$c$  : 補正係数 (0.88)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 224nm)

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 : リン酸二水素ナトリウム二水和物2.17gを水700mLに溶かし、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 10)を加えてpH3.0に調整する。この液にアセトニトリル300mL及び1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0gを加える。

流量 : マジンドールの保持時間が約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50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、マジンド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2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、マジンドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

マジンドール標準品  $C_{16}H_{13}ClN_2O$  : 284.74 (±)(4-クロロフェニル)-2,5-ジヒドロ-3H-イミダゾ[2,1-a]イソインドール-5-オールで、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で精製する。

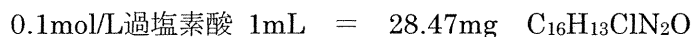
精製法 マジンドールに *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて加熱して溶かし、温時ろ過する。冷後、ろ液から得られた結晶を分取しアセトンで洗い、減圧下で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

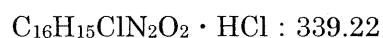
純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20mg をとり、メタノール/クロロホルム混液 (1:1) 2mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン 2.2mg をとり、メタノール/クロロホルム混液 (1:1) 40mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (180:20:1) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。また、試料溶液には、主スポット及び塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン以外のスポットを認めない (0.5%以下)。

乾燥減量〈2.41〉 0.2%以下 (0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 4時間)

含量 99.0%以上。 定量法 本品を 105 $^{\circ}$ C で 4時間乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、酢酸 (100) 70mL を加えて溶かし、0.1mol/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。



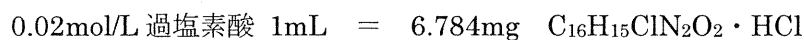
塩酸 2-(2-アミノエチル)-3-(4-クロロフェニル)-3-ヒドロキシフタルイミジン



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 10mg を薄めた塩酸 (1 $\rightarrow$ 20) に溶かし 1000mL とした溶液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により、吸収スペクトルを測定するとき、波長 221~224nm に吸収の極大を示す。

含量 98.0%以上。 定量法 本品約 50mg を精密に量り、非水滴定用酢酸水銀(II)試液に溶かした後、酢酸 (100) 40mL を加え、0.02mol/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。



## トロピセトロン塩酸塩 5mg カプセル

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(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。溶出試験開始 15 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にトロピセトロン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 16mg 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〈2.24〉により試験を行い、波長 285nm 及び 330nm における吸光度  $A_{T285}$ 、 $A_{T330}$ 、 $A_{S285}$  及び  $A_{S330}$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

トロピセトロン塩酸塩( $C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \{(A_{T285} - A_{T330}) / (A_{S285} - A_{S330})\} \times (1/C) \times 36$$

$W_S$  : トロピセトロン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のトロピセトロン塩酸塩( $C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

トロピセトロン塩酸塩標準品  $C_{17}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$ : 320.81 (1*R*,3*R*,5*S*)-1*H*-インドール-3-カルボン酸 8-メチル-8-アザビシクロ[3.2.1]オクト-3-イルエステル塩酸塩で、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で精製する。

精製法 トロピセトロン塩酸塩にエタノール(99.5)を加え、加温して溶かした後、直ちにろ過する。放冷後、析出した結晶を分取し、エタノール(99.5)で洗う。再結晶を繰り返して得た結晶を、加温しながら減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、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 3230 $cm^{-1}$ 、1692 $cm^{-1}$ 、1526 $cm^{-1}$ 、1455 $cm^{-1}$  及び 1185 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める。

類縁物質

- (1) 本品 50mg を移動相 A 20mL に溶かし試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L 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、試料溶液のトロピセトロン以外のピーク面積は、標準溶液のトロピセトロ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：281nm）

カラム：内径 4.6mm、長さ 22cm 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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 A：メタノール／水／アセトニトリル／トリエチルアミン混液 (5650 : 4000 : 350 : 3)

移動相 B : メタノール/水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (8000 : 1000 : 1000 : 3)

移動相の送液 : 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0~14	100	0
14~32	100→0	0→100
32~35	0	100

流量 : 毎分 1.5mL

面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からトロピセトロン<sup>®</sup>の保持時間の約 1.4 倍の範囲

システム適合性

システムの性能 : 本品 10mg 及びナファゾリン塩酸塩 40mg を移動相 A 100mL に溶かす。この液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、トロピセトロン、ナファゾリンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トロピセトロン<sup>®</sup>のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

- (2) 本品 0.2g をメタノール 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL 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 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20mL 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 $\mu$ 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。次にジクロロメタン/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (12 : 8 : 1) を展開溶媒として約 15cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) 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。また、この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均等に噴霧した後、薄層板をガラス板で覆い観察するとき、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) 0.3% 以下 (1g, 105°C, 4 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.25g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 1) 80mL に溶かし、0.1mol/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ない、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 32.08mg C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> · HCl

## ベンフォチアミン 138.3 mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品の約 0.25g 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 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 10 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に、ベンフォチアミン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 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 243 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 80% 以上のときは適合とする。

ベンフォチアミン ( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (225 / 2)$$

$W_S$  : ベンフォチアミン標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 1 g 中のベンフォチアミン ( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ ) の表示量 (mg)

ベンフォチアミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「ベンフォチアミン」。ただし、本品を乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン ( $C_{19}H_{23}N_4O_6PS$ ) 99.0 % 以上を含むもの。

ベンフォチアミン 34.58 mg 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 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 10 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に、ベンフォチアミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 30 mg 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〈2.24〉により試験を行い、波長 243 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 70%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ベンフォチアミン (C}_{19}\text{H}_{23}\text{N}_4\text{O}_6\text{PS)} \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (225 / 2) \end{aligned}$$

$W_S$  : ベンフォチアミン標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のベンフォチアミン (C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>PS) の表示量 (mg)

ベンフォチアミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「ベンフォチアミン」。ただし、本品を乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン (C<sub>19</sub>H<sub>23</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>PS) 99.0 % 以上を含むもの。

## フマル酸第一鉄 305mg 徐放性カプセル

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（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。溶出試験開始 6 時間、10 時間及び 24 時間後、溶出液 20mLを正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した水 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し、初めのろ液 10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物標準品約 0.19gを精密に量り、水 20mLに溶かした後、希塩酸 1 mL及び水を加えて正確に 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び試験液 3mL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) 4mLを正確に加えてよく振り混ぜ、5 分間放置後、1,10-フェナントロリン水和物の鉄試験用 pH4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液 (1→1000) 10mLを正確に加え、水を加えて正確に 100mLとし、15 分間放置する。これらの液につき、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 510nmにおける吸光度  $A_{T(n)}$ 、 $A_S$ 及び  $A_B$ を測定する。

本品の 6 時間、10 時間及び 24 時間の溶出率が、それぞれ 15～45%、35～65%及び 70%以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時における鉄(Fe)の表示量に対する溶出率 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_s \times \left\{ \frac{A_{T(n)} - A_B}{A_S - A_B} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)} - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_s$  : 硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物中の鉄(Fe)の量 (mg)

$C$  : 1カプセル中の鉄(Fe)の表示量 (mg)

硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物標準品  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  (試薬 特級)

含量 99.0%以上



## イフェンプロジル酒石酸塩 40mg/g 細粒

溶出性〈6.10〉 本品約 0.5g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 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 20mL を除き、次のろ液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品約 25mg を精密に量り、水を加えて正確に 250mL とする。この液 10mL 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  $\mu$ 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、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積  $A_T$  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。

$$\text{イフェンプロジル酒石酸塩 } (C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6 \text{ の表示量に対する溶出率 } (\%) \\ = (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 72$$

$W_S$  : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の採取量 (g)

$C$  : 1g 中のイフェンプロジル酒石酸塩  $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$  の表示量 (mg)

### 試験条件:

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 224nm)

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°C 付近の一定温度

移動相: 無水リン酸水素二ナトリウム 1.42g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加え、リン酸で pH2.5 に調整する。

流量: イフェンプロジルの保持時間が約 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 30  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、イフェンプロジルのピークの理論段数およ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 30  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

## イフェンプロジル酒石酸塩 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 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、次のろ液を試料溶液とする。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品約 25mg を精密に量り、水を加えて正確に 250mL とする。この液 10mL 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  $\mu$ 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、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{イフェンプロジル酒石酸塩 } (\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6 \text{ の表示量に対する溶出率 } (\%) \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 36 \end{aligned}$$

$W_S$  : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のイフェンプロジル酒石酸塩  $(\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}_2)_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$  の表示量 (mg)

試験条件:

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 224nm)

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°C 付近の一定温度

移動相: 無水リン酸水素二ナトリウム 1.42g を水に溶かし, 1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加え, リン酸で pH 2.5 に調整する。

流量: イフェンプロジルの保持時間が約 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 30  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, イフェンプロジルのピークの理論段数およ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 30  $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

## イフェンプロジル酒石酸塩 20mg 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90分後、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、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品約25mgを精密に量り、水を加えて正確に250mLとする。この液10mL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30μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.0I〉により試験を行い、それぞれの液のイフェンプロジルのピーク面積 $A_T$ 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。

$$\begin{aligned} & \text{イフェンプロジル酒石酸塩 } (C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6 \text{ の表示量に対する溶出率 } (\%) \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 72 \end{aligned}$$

$W_S$  : 脱水物に換算したイフェンプロジル酒石酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のイフェンプロジル酒石酸塩  $(C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6$  の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：224nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm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：無水リン酸水素二ナトリウム1.42gを水に溶かし、1000mLとする。この液650mLにアセトニトリル350mLを加え、リン酸でpH2.5に調整する。

流量：イフェンプロジルの保持時間が約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30μLにつき、上記の条件で操作するとき、イフェンプロジルのピークの理論段数およ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30μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、イフェンプロジルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

## アセグラトン 187.5 mg 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100回転で試験を行う。溶出試験開始120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8 mLを正確に量り、水酸化ナトリウム試液1 mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にアセグラトン標準品約16mgを精密に量り、水100 mLを加え、次いで水酸化ナトリウム試液10 mLを加え、20分間振り混ぜた後、5分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液1滴を加え、希硫酸で中和した後、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、それぞれの液のアセグラトンをアルカリ分解して得られた酢酸のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の120分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

アセグラトン ( $C_{10}H_{10}O_8$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 1125$$

$W_S$ : アセグラトン標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のアセグラトン( $C_{10}H_{10}O_8$ )の表示量(mg)

### 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8 mm, 長さ30 cm のステンレス管に9μmの水素イオン型の8%架橋度を有するスチレンジビニルベンゼン共重合体カチオン交換樹脂を充てんする。(例えば, Aminex HPX-87H カラム (BIO RAD 製) 又はこれに相当するもの)

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: 水にリン酸を加えてpHを2.8に調整する。

流量: 酢酸の保持時間が約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50 μLにつき、上記の条件で操作するとき、酢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10000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、酢酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

アセグラトン標準品 日本薬局方外医薬品規格「アセグラトン」。ただし、定量するとき、アセグラトン ( $C_{10}H_{10}O_8$ ) 99.0%以上を含むもの。

## プラゾシン塩酸塩 0.55mg 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 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 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 5mL を正確に量り、メタノール 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプラゾシン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20mg 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 3mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。さらにこの液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\text{プラゾシン (C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_5\text{O}_4\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (27 / 10) \times 0.913$$

$W_S$ : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプラゾシン (C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 246nm)

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: 35°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 3.4g を水 500mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 10) で pH を 3.0 に調整する。この液 450mL にメタノール 550mL を加える。

流量: プラゾシンの保持時間が約 4 分と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、プラゾシ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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

プラゾシン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸プラゾシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゾシン塩酸塩 (C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> · HCl : 419.86) 99.0% 以上を含むもの。

## プラゾシン塩酸塩 1.10mg 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75回転で試験を行う。溶出試験開始60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10mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール5mLを正確に加え、試料溶液とする。別にプラゾシン塩酸塩標準品を105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その約20mg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3mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mLとする。さらにこの液5mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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5mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の60分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

プラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (27 / 5) \times 0.913$$

$W_S$ : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1錠中のプラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 246nm)

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: 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム3.4gを水500mLに溶かし、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 10)でpHを3.0に調整する。この液450mLにメタノール550mLを加える。

流量: プラゾシンの保持時間が約4分と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、プラゾシ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、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

プラゾシン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸プラゾシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゾシン塩酸塩 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ : 419.86) 99.0%以上を含むもの。

## エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 100mg 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。溶出試験開始 90 分後、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 15mL を除き、次のろ液 2.5mL を正確に量り、酒石酸溶液 (1→100) を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。

### エルゴタミン酒石酸塩

別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg 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 200mL 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 200mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び酒石酸溶液(1→100)/pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(9 : 1)につき、蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い、励起の波長 330nm、蛍光の波長 485nm における蛍光強度  $F_T$ 、 $F_S$  及び  $F_B$  を測定する。

本品のエルゴタミン酒石酸塩の 90 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

エルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{SE} \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C_E) \times (9 / 2)$$

$W_{SE}$  : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

$C_E$  : 1 錠中のエルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量(mg)

### 無水カフェイン

別に無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 28mg 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 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 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、酒石酸溶液(1→100)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 273nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の無水カフェインの 90 分間の溶出率が、75%以上のときは適合とする。

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

$$= W_{SC} \times (A_T / A_S) \times (1 / C_C) \times 360$$

$W_{SC}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量(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)

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩(日局).

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局).

## ベタネコール塩化物 50mg/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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 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。別にベタネコール塩化物標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL 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 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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のベタネコールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

ベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$$

$W_S$  : ベタネコール塩化物標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 本品 1g 中のベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 190nm)

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 : 30°C 付近の一定温度

移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液 (1→383) / アセトニトリル / リン酸 混液 (980 : 20 : 1)

流量 : ベタネコールの保持時間が約 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ベタネコ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 2000 段以上、2.0 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、ベタネコールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ベタネコール塩化物標準品 ベタネコール塩化物 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )99.0% 以上を含むもの。