

アデノシン三リン酸二ナトリウム 20mg 腸溶錠 (b)

溶出性〈6.10〉 [pH1.2] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第1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、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に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259 nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の120分間における溶出率が5%以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.098$$

$W_s$ : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 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。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に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259 nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の45分間における溶出率が85%以上のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.098$$

$W_s$ : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

## アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 60mg 腸溶錠

溶出性〈6.10〉 [pH1.2] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第1液 900mLを用い、パドル法により毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始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2mLを正確に量り、溶出試験第1液4mLを正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、溶出試験第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〈2.24〉により試験を行い、波長259nm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5%以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

$W_S$ : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量(mg)

[pH6.8] 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75回転で試験を行う。溶出試験を開始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2mLを正確に量り、溶出試験第2液4mLを正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22mgを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、溶出試験第2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〈2.24〉により試験を行い、波長259nmにおける吸光度 $A_T$ 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。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

$W_S$ : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物( $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$ )の表示量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

## ロメリジン塩酸塩 5mg 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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にロメリジン塩酸塩標準品約 28mg 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 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20μL 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、ロメリジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 10 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合する。

ロメリジン塩酸塩 ( $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (18 / 5)$

$W_S$  : ロメリジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 225 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 : 50°C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 2.5 に調整する。この液 250mL をとり、メタノール 750 mL を加える。

流量 : ロメリジンの保持時間が約 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 20μL につき、上記の条件で操作するとき、ロメリジ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 20μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

## ロメリジン塩酸塩標準品 $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$ : 541.46

1-[Bis(4-fluorophenyl)methyl]-4-(2,3,4-trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride で、下記の規格に適合するもの。

本品は、乾燥したものを定量するとき、ロメリジン塩酸塩 ( $C_{27}H_{30}F_2O_3 \cdot 2HCl$  : 541.46) を 99.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、無水酢酸又は水に溶けにくい。

融点 : 約 209°C (分解)。

### 確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え、加熱するとき、発生するガスはフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

- (2) 本品のメタノール溶液 (1 → 4000) 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、263 ~ 267 nm 及び 270 ~ 274 nm に極大の吸収を示す。
- (3) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、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。
- (4) 本品の水溶液 (1 → 2000) は塩化物の定性反応を呈する。

#### 純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.50 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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、試料溶液のロメリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメリジンのピーク面積の 7/10 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：265 nm)

カラム：内径 4.0 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：50°C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g を水に溶かし 1000 mL とした液に、リン酸を加えて pH 2.5 に調整する。この液 250 mL にメタノール 750 mL を加える。

流量：ロメリジンの保持時間が約 12 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ロメリジンの保持時間の約 2 倍の範囲。

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 µL から得たロメリジンのピークの高さがフルスケールの約 20%になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 10 µL につき、上記の条件で操作するとき、ロメリジ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、0.4 ~ 1.2 である。

システムの再現性：試料溶液 10 µL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

- (3) アセトニトリル 本品 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。アセトニトリル 6 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 0.5 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積の比  $Q_r$  及び  $Q_s$  を求める (50 ppm 以下)。

$$\text{アセトニトリルの量 (ppm)} = W_T \times (Q_r / Q_s) \times 6 \times 0.782$$

W<sub>T</sub> : 試料の秤取量 (g)

0.782 : アセトニトリルの密度 (g/mL)

内標準溶液 ドデカンの *N, N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1→100000).

#### 試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.5 ~ 0.8 mm, 長さ 30 ~ 60 m のガラス管にガスクロマトグラフィ用エチレングリコールポリマーを膜厚 1.0 μm で被覆する.

カラム温度 : 100°C 付近の一定温度

注入部温度 : 140°C 付近の一定温度

検出器温度 : 220°C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : アセトニトリルの保持時間が約 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 3 μL につき, 上記の条件で操作するとき, アセトニトリルと内標準物質の分離度は, 半値幅法で 8.5 以上である. アセトニトリルのピークの理論段数及びテーリング係数は, それぞれ 9100 段以上, 0.9 ~ 2.4 である.

システムの再現性 : 標準溶液 3 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積比の相対標準偏差は 10.0% 以下である.

乾燥減量 (2.41) 1.0% 以下 (1 g, 減圧, 室温, 3 時間).

強熱残分 (2.44) 0.05% 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 無水酢酸 100 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.

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 27.07 mg C<sub>27</sub>H<sub>30</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 2HCl

ドデカン CH<sub>3</sub> (CH<sub>2</sub>)<sub>10</sub> CH<sub>3</sub> 無色澄明の液体である.

密度 (2.56) (20°C) 0.749 g/mL

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 135mg/g 細粒

溶出性〈6.10〉 本品約 0.1g を精密に量り，試験液に溶出試験第 1 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 5mL を正確に量り，溶出試験第 1 液を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする。別にプロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 15mg 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，溶出試験第 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，溶出試験第 1 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 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

$W_S$ : プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

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

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「プロメタジンメチレンジサリチル酸塩」。ただし，乾燥したものを定量するとき，プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ( $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## レボチロキシナトリウム水和物 0.1mg/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 90 分後、溶出液 5mL 以上をとり、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にレボチロキシン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 27mg 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 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL 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 200 $\mu$ 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、それぞれの液のレボチロキシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

レボチロキシナトリウム ( $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 25) \times 1.0283$

$W_S$  : レボチロキシン標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のレボチロキシナトリウム ( $C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 223nm)

カラム : 内径 4mm, 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 : メタノール / 水 / リン酸混液 (1200 : 800 : 1)

流量 : レボチロキシンの保持時間が約 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 200 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、レボチロキ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、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 200 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、レボチロキシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

レボチロキシン標準品 [USP30]

## ペントキシベリンクエン酸塩 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50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、次のろ液を試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60°Cで4時間減圧乾燥し、その約22mg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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の120分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{ペントキシベリンクエン酸塩 (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45 \end{aligned}$$

$W_S$  : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩 (C<sub>20</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

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 : 40°C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (600 : 400 : 1) にリン酸を加えてpH3.0に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約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100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベ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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 (C<sub>20</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) 99.0%以上を含むもの。



## ペントキシベリンクエン酸塩 15mg 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50回転で試験を行う。溶出試験開始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。はじめのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、試験液1mLを正確に加え試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60℃で4時間乾燥し、その約22mg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、試験液を加えて正確に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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のペントキシベリンクエン酸塩のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

ペントキシベリンクエン酸塩 ( $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量に対する溶出率(%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (135/2)$

$W_S$  : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩 ( $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

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 : 40℃付近の一定温度。

移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (600 : 400 : 1) にリン酸を加えてpH3.0に調製する。

流量 : ペントキシベリンクエン酸塩の保持時間が約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100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベリンクエン酸塩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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンクエン酸塩のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

**ペントキシベリンクエン酸塩標準品** ペントキシベリンクエン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 ( $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ペントキシベリンクエン酸塩 30mg 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50回転で試験を行う。溶出試験開始90分後に溶出液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2mLを正確に量り、水を加えて正確に6mLとし試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで4時間減圧乾燥し、その約22mg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100 $\mu$ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、ペントキシベリンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の90分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

$$\text{ペントキシベリンクエン酸塩 (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 135$$

$W_S$  : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩 (C<sub>20</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

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 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (600 : 400 : 1) を混和し、リン酸でpH3.0に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約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100 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベ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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩標準品 (日局)。ただし乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩 (C<sub>20</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>3</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>) 99.0%以上含むもの。

## ジメモルファンリン酸塩 100 mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 0.1 g を精密に量り、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 15 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。別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105  $^{\circ}\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、溶出試験第 2 液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100  $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のジメモルファンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。本品の 15 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$ : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1 g 中のジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 268 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てんする。

カラム温度: 30 $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相: トリエチルアミン 10 mL に水 950 mL を加え、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量: ジメモルファンの保持時間が約 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 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ジメモルファ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 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメモルファンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) 99.0 % 以上を含むもの。

## ジメモルファンリン酸塩 10 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 60 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。別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105  $^{\circ}\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL 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 100  $\mu\text{L}$  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、それぞれの液のジメモルファンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 268 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てんする。

カラム温度 : 30  $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : トリエチルアミン 10 mL に水 950 mL を加え、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量 : ジメモルファンの保持時間が約 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 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ジメモルファ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 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメモルファンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジメモルファンリン酸塩 ( $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{H}_3\text{PO}_4$ ) 99.0 % 以上を含むもの。

## ピリドスチグミン臭化物 60mg 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50回転で試験を行う。溶出試験を開始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、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別にピリドスチグミン臭化物標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として100 $^{\circ}$ Cで5時間減圧乾燥し、その約33mgを精密に量り、エタノール(95)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270nmにおける吸光度 $A_T$ 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。

ピリドスチグミン臭化物( $C_9H_{13}BrN_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : ピリドスチグミン臭化物標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のピリドスチグミン臭化物( $C_9H_{13}BrN_2O_2$ )の表示量 (mg)

ピリドスチグミン臭化物標準品 ピリドスチグミン臭化物(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピリドスチグミン臭化物( $C_9H_{13}BrN_2O_2$ )99.0%以上を含むもの。

## パパベリン塩酸塩 100mg/g 散

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いパパベリン塩酸塩 ( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ) 約 50mg に対応する量を精密に量り、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 5mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にパパベリン塩酸塩標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 28mg 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 10mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、水 2mL を正確に加え、更に 0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、水 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 250nm 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。

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

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

$W_S$  : パパベリン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のパパベリン塩酸塩 ( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ) の表示量(mg)

パパベリン塩酸塩標準品 「パパベリン塩酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、パパベリン塩酸塩 ( $C_{20}H_{21}NO_4 \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ホルモテロールフマル酸塩水和物 40 µg 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 60 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 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加えたものを試料溶液とする。別にホルモテロールフマル酸塩水和物標準品（別途 0.5 g につき、容量滴定法、直接滴定で水分〈2.48〉を測定しておく）約 22 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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、それぞれの液のホルモテロールのピーク面積  $A_T$  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。

ホルモテロールフマル酸塩水和物 ( $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/50) \times 1.045$$

$W_S$ : 脱水物に換算したホルモテロールフマル酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のホルモテロールフマル酸塩水和物 ( $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4 \cdot 2H_2O$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 214 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: 40°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 21.06 g とリン酸 1.75 g に水を加えて 5000 mL とする。この液 4200 mL にアセトニトリル 800 mL を加える。

流量: ホルモテロールの保持時間が約 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 200 µL につき、上記の条件で操作するとき、ホルモテロ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 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 200 µL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ホルモテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

ホルモテロールフマル酸塩水和物標準品 ホルモテロールフマル酸塩水和物 (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、ホルモテロールフマル酸塩 ( $(C_{19}H_{24}N_2O_4)_2 \cdot C_4H_4O_4$ ) 99.0 % 以上を含むもの。