

アモキシシリン水和物 100mg/g・クラブラン酸カリウム 50mg/g 顆粒

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いアモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) 約 0.1g (力価) 及びクラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) 約 50mg (力価) 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 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアモキシシリン水和物標準品約 22.2mg (力価) 及びクラブラン酸リチウム標準品約 11.1mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの 15 分間の溶出率が、それぞれ 85% 以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_{Sa} / W_T) \times (A_{Ta} / A_{Sa}) \times (1 / C_a) \times 450$$

クラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_{Sb} / W_T) \times (A_{Tb} / A_{Sb}) \times (1 / C_b) \times 450$$

W_{Sa} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{Sb} : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C_a : 1 g 中のアモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量[mg(力価)]

C_b : 1 g 中のクラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量[mg(力価)]

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: $25^\circ C$ 付近の一定温度

移動相: 酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900mL に溶かし、薄めた酢酸 (100) (3→25) を用いて pH4.5 に調整した後、メタノール 30mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。

流量: アモキシシリンの保持時間が約 11 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、クラブラン酸、アモキシシリンの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 $20 \mu L$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリン及びクラブラン酸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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局).

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局).

アモキシシリン水和物 125mg・クラブラン酸カリウム 62.5mg 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 75 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 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。別にアモキシシリン水和物標準品約 27.8mg (力価) 及びクラブラン酸リチウム標準品約 13.9mg (力価) を精密に量り、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 20 μ 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、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_{T_a} 及び A_{S_a} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{T_b} 及び A_{S_b} を測定する。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの 15 分間の溶出率がそれぞれ、80%以上及び 85%以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S_a} \times (A_{T_a} / A_{S_a}) \times (1 / C_a) \times 450$$

クラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S_b} \times (A_{T_b} / A_{S_b}) \times (1 / C_b) \times 450$$

W_{S_a} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{S_b} : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

C_a : 1 錠中のアモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量[mg(力価)]

C_b : 1 錠中のクラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量[mg(力価)]

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 μ 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 : 酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900mL に溶かし、薄めた酢酸 (100) (3 \rightarrow 25) を用いて pH4.5 に調整した後、メタノール 30mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。

流量 : アモキシシリンの保持時間が約 11 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クラブラン酸、アモキシシリンの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリン及びクラブラン酸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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局)。

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局)。

アモキシシリン水和物 250mg・クラブラン酸カリウム 125mg 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 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にアモキシシリン水和物標準品約 27.8mg (力価) 及びクラブラン酸リチウム標準品約 13.9mg (力価) を精密に量り、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 20 μ 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 (2.0I) により試験を行い、それぞれの液のアモキシシリンのピーク面積 A_{T_a} 及び A_{S_a} 並びにクラブラン酸のピーク面積 A_{T_b} 及び A_{S_b} を測定する。

本品のアモキシシリン水和物及びクラブラン酸カリウムの 30 分間の溶出率が、それぞれ 85% 以上のときは適合とする。

アモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S_a} \times (A_{T_a} / A_{S_a}) \times (1 / C_a) \times 900$$

クラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S_b} \times (A_{T_b} / A_{S_b}) \times (1 / C_b) \times 900$$

W_{S_a} : アモキシシリン水和物標準品の秤取量[mg(力価)]

W_{S_b} : クラブラン酸リチウム標準品の秤取量[mg(力価)]

C_a : 1 錠中のアモキシシリン水和物 ($C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 3H_2O$) の表示量[mg(力価)]

C_b : 1 錠中のクラブラン酸カリウム ($C_8H_8KNO_5$) の表示量[mg(力価)]

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 μ 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: 酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900mL に溶かし、薄めた酢酸 (100) (3 \rightarrow 25) を用いて pH4.5 に調整した後、メタノール 30mL を加え、更に水を加えて 1000mL とする。

流量: アモキシシリンの保持時間が約 11 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クラブラン酸、アモキシシリンの順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アモキシシリン及びクラブラン酸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。

アモキシシリン水和物標準品 アモキシシリン標準品 (日局).

クラブラン酸リチウム標準品 クラブラン酸リチウム標準品 (日局).

タランピシリン塩酸塩 250mg 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 45 分後に溶出液 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 1mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 10mL とし試料溶液とする。別にタランピシリン塩酸塩標準品を約 14mg(力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、希水酸化ナトリウム試液/水混液 (9 : 1) を対照として、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 253nm 及び 281nm における吸光度 A_{T1} , A_{S1} 及び A_{T2} , A_{S2} 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。

タランピシリン塩酸塩 ($C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_{T1} - A_{T2} / A_{S1} - A_{S2}) \times (1 / C) \times 1800$$

W_s : タランピシリン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中のタランピシリン塩酸塩 ($C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$) の表示量[mg(力価)]

タランピシリン塩酸塩標準品 タランピシリン塩酸塩 (日局).

ベプリジル塩酸塩水和物 50mg 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 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 10mL を除き、次のろ液 5 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。別にベプリジル塩酸塩水和物標準品約 20 mg 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ベプリジル塩酸塩水和物 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ベプリジル塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

ベプリジル塩酸塩水和物標準品 $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 421.02

(±)-*N*-Benzyl-*N*-[3-isobutoxy-2-(1-pyrrolidinyl)propyl]aniline hydrochloride hydrate で、下記の規格に適合するもの。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベプリジル塩酸塩 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.5% 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、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品のジクロロメタン溶液 (1 → 10) は旋光性がない。

確認試験

- (1) 本品 2~3 mg をジクロロメタン 3 滴に溶かし、2, 4-ジニトロクロロベンゼンのエーテル溶液 (1→100) 3 滴を加え、溶媒を留去するとき、残留物は黄色を呈する。
- (2) 本品 20 mg に 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) を加えて溶かし、1000 mL とした液につき、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 247~249 nm 及び 294 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 1mg をとり、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 2954 cm^{-1} 、1597 cm^{-1} 、1501 cm^{-1} 、1067 cm^{-1} 及び 745 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1→500) は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

吸光度〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (248 nm) : 330~360 [2 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1 → 100), 200 mL]

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (295 nm) : 46~56 [10 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100), 100 mL]

融点〈2.60〉 89 ~ 93 °C

pH〈2.54〉 本品 0.10 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、この液の pH を測定するとき、pH は 5.3~5.7 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) 10 mL に溶かす

とき、液は透明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 0.32 mL をとり、水を加えて 10 mL とする。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500 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 μ 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。直ちにジクロロメタン/メタノール/酢酸 (100) 混液 (50 : 10 : 1) を展開溶媒として約 15 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、試料溶液から得た青紫色の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ジェンドルフ試液を均等に噴霧し、室温で風乾した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→50) を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た赤褐色の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 (0.2% 以下)。

水分〈2.48〉 4.1~4.4% (0.5 g, 容量滴定法)。

強熱残分〈2.44〉 0.1% 以下 (1.0 g)。

定量法 本品約 0.60 g を精密に量り、水 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、ジクロロメタン 30 mL ずつで 3 回抽出する。ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム約 3 g をおいた漏斗でろ過する。全ジクロロメタン抽出液にジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 60 mL を正確に量り、酢酸 (100) 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する〈2.50〉。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。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 = 40.30 mg $C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$

亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 1 g を水に加えて 10 mL とする。

ベプリジル塩酸塩水和物 100mg 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 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にベプリジル塩酸塩水和物標準品約 20 mg 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 248 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。
本品の 45 分の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ベプリジル塩酸塩水和物 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率 (%)
$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2)$$

W_S : ベプリジル塩酸塩水和物標準品の秤取量 (mg)

ベプリジル塩酸塩水和物標準品 $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 421.02

(±)-*N*-Benzyl-*N*-[3-isobutoxy-2-(1-pyrrolidinyl)propyl]aniline hydrochloride hydrate で、下記の規格に適合するもの。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベプリジル塩酸塩 ($\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.5% 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、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。
本品のジクロロメタン溶液 (1 → 10) は旋光性がない。

確認試験

- (1) 本品 2~3 mg をジクロロメタン 3 滴に溶かし、2, 4-ジニトロクロルベンゼンのエーテル溶液 (1→100) 3 滴を加え、溶媒を留去するとき、残留物は黄色を呈する。
- (2) 本品 20 mg に 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) を加えて溶かし、1000 mL とした液につき、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 247~249 nm 及び 294 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 1mg をとり、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 2954 cm^{-1} , 1597 cm^{-1} , 1501 cm^{-1} , 1067 cm^{-1} 及び 745 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1→500) は塩化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

吸光度〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (248 nm) : 330~360 [2 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1 → 100), 200 mL]

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (295 nm) : 46~56 [10 mg, 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100), 100 mL]

融点〈2.60〉 89 ~ 93 °C

pH〈2.54〉 本品 0.10 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、この液の pH を測定するとき、pH は 5.3~5.7 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を 0.1 mol/L 塩酸のエタノール溶液 (1→100) 10 mL に溶かす

とき、液は透明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 0.32 mL をとり、水を加えて 10 mL とする。

(2) 重金属〈1.07〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500 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 μ 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。直ちにジクロロメタン/メタノール/酢酸 (100) 混液 (50 : 10 : 1) を展開溶媒として約 15 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、試料溶液から得た青紫色の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ジェンドルフ試液を均等に噴霧し、室温で風乾した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1→50) を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た赤褐色の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 (0.2% 以下)。

水分〈2.48〉 4.1~4.4% (0.5 g, 容量滴定法)。

強熱残分〈2.44〉 0.1% 以下 (1.0 g)。

定量法 本品約 0.60 g を精密に量り、水 15 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、ジクロロメタン 30 mL ずつで 3 回抽出する。ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム約 3 g をおいた漏斗でろ過する。全ジクロロメタン抽出液にジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 60 mL を正確に量り、酢酸 (100) 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する〈2.50〉。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。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 = 40.30 mg $C_{24}H_{34}N_2O \cdot HCl$

亜硝酸ナトリウム溶液 亜硝酸ナトリウム 1 g を水に加えて 10 mL とする。

ニカルジピン塩酸塩 20mg 徐放性錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にpH3.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液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30分、90分及び24時間後、溶出液20mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加熱したpH3.0のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液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、次のろ液4mLを正確に量り、pH3.0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10mLとし、試料溶液とする。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で2時間乾燥し、その約18mg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、pH3.0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、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉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。

本品の30分、90分及び24時間の溶出率がそれぞれ25~55%、45~70%及び75%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ニカルジピン塩酸塩($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{2}$$

W_S : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のニカルジピン塩酸塩($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$)の表示量(mg)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物5.25gを水に溶かして1000mLとした液に、0.05mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0に調整する。

ニカルジピン塩酸塩 40mg 徐放性錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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 30 分、90 分及び 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 pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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、次のろ液 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 18mg 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、pH3.0 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、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉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。

本品の 30 分、90 分及び 24 時間の溶出率がそれぞれ 25~55%、45~70%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ニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 225$$

W_S : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量(mg)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

ニカルジピン塩酸塩 20mg 徐放性カプセル

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、パドル法（ただしシンカーを用いる）により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分、120 分及び 24 時間後に溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した pH3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 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、次のろ液を試料溶液とする。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で 2 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 50mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH3.0 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、pH3.0 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〈2.24〉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。

本品の 30 分間、120 分間及び 24 時間の溶出率が 15~45%、35~65%及び 60%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ニカルジピン塩酸塩($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率(%)

(n = 1 ~ 3)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 144$$

W_s : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニカルジピン塩酸塩($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$)の表示量(mg)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 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、pH を 3.0 に調整する。

ニカルジピン塩酸塩 40 mg 徐放性カプセル

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い、パドル法（ただし、シンカーを用いる）により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分、120 分及び 24 時間後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した pH 3.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 20 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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。別にニカルジピン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、pH 3.0 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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 3.0 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〈2.24〉により試験を行い、波長 357 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、120 分間及び 24 時間の溶出率が 15~45 %、35~65 % 及び 60 % 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ニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1 \sim 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 144$$

W_S : ニカルジピン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のニカルジピン塩酸塩 ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

ニカルジピン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「ニカルジピン塩酸塩標準品」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 3.0 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000 mL に、クエン酸一水和物 5.25 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え、pH を 3.0 に調整する。