

チアミンジスルフィド錠
Thiamine Disulfide Tablets

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 中にチアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 5mL を正確に量り，薄めた 0.2mol/L 塩酸試液(3→4)2mL を正確に加えて混和し，試料溶液とする。別にチアミンジスルフィド標準品(別途 0.2g につき，容量滴定法，直接滴定により水分(2.48)を測定しておく)約 20mg を精密に量り，1mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り，水を加え，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，1mol/L 塩酸試液 4mL を水で 100mL 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 242nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 400nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{チアミンジスルフィド}(C_{24}H_{34}N_8O_4S_2)\text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ & = W_s \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times (V/V') \times (1/C) \times (252/5) \end{aligned}$$

W_s : 脱水物に換算したチアミンジスルフィド標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のチアミンジスルフィド($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	60 分	70%以上

ニフェジピン徐放カプセル Nifedipine Extended-release Capsules

溶出性 a <6.10> 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温したポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)約 $11\mu\text{g}$ を含む液となるようにポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に $V\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途 105°C で 2 時間乾燥し、その減量 <2.41> を測定しておく)約 28mg を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、ポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 2000mL とした液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)の表示量に対する溶出率(%)($n = 1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 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てんする。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液

(11 : 9)にリン酸を加え、pH 6.1 に調整する。

流量：ニフェジピンの保持時間が約 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 50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピ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 4000 段以上、1.5 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、ニフェジピン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
10mg	30 分	20～50%
	60 分	40～70%
	6 時間	70%以上
20mg	30 分	20～50%
	60 分	35～65%
	6 時間	65%以上

溶出性**b** <6.10> 本操作は光を避けて行う。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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mLを正確にとり、直ちに37 \pm 0.5 $^{\circ}$ Cに加熱した溶出試験第2液20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径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中にニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)約5.6 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV mLとし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途105 $^{\circ}$ Cで2時間乾燥し、その減量 <2.41> を測定しておく)約25mg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 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ィー <2.01>により試験を行い、それぞれの液のニフェジピンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)の表示量に対する溶出率(%)(n = 1, 2, 3)

$$= W_s \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のニフェジピン(C₁₇H₁₈N₂O₆)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5μmの液体クロマトグラフィ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 : メタノール/0.01mol/L リン酸水素二ナトリウム試液混液(11 : 9)にリン酸を加え, pH 6.1 に調整する.

流量 : ニフェジピンの保持時間が約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 50μLにつき, 上記の条件で操作するとき, ニフェジピ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4000段以上, 1.5%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, ニフェジピン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
5mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	4時間	75%以上
10mg	60分	5~35%
	90分	35~65%
	4時間	75%以上
15mg	60分	10~40%
	90分	40~70%
	6時間	70%以上

ブロモクリプチンメシル酸塩錠 Bromocriptine Mesilate Tablets

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 中にブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)約 2.8 μ g を含む液となるように 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 V mL とする。この液 10mL を正確に量り、0.2mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に、ブロモクリプチンメシル酸塩標準品(別途 80°C で 5 時間減圧(0.67kPa 以下)乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)約 16mg を精密に量り、0.2mol/L 塩酸試液に溶かして正確に 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、0.2mol/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、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 20mL とし、標準溶液とする。別に 0.2mol/L 塩酸試液 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 20mL とし、対照溶液とする。試料溶液、標準溶液及び対照溶液につき、蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い、励起の波長 302nm、蛍光の波長 422nm における蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (F_T - F_B) / (F_S - F_B) \times (V/V) \times (1/C) \times 18 \times 0.872$$

W_S : 乾燥物に換算したブロモクリプチンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のブロモクリプチン(C₃₂H₄₀BrN₅O₅)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	規格
2.5mg	15 分	85%以上

*ブロモクリプチンとして

エトポシド軟カプセル Etoposide Soft Capsules

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中にエトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)約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。別にエトポシド標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約28mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mL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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のエトポシドのピーク面積 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。

エトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : 脱水物に換算したエトポシド標準品の秤取量(mg)

C : 1カプセル中のエトポシド(C₂₉H₃₂O₁₃)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25cm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 : 35 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 硫酸ナトリウム十水和物6.44gを薄めた酢酸(100)(1 \rightarrow 100)に溶かし1000mLとした液にアセトニトリル400mLを加える。

流量 : エトポシドの保持時間が約7分になるよう調整する。

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、エトポシド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、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, エトポシド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
25 mg	30 分	85%以上
50 mg	30 分	85%以上
100 mg	30 分	85%以上

エトポシド標準品 エトポシド(日局).

トラゾドン塩酸塩錠 Trazodone Hydrochloride Tablets

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 中にトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)約 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、トラゾドン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28mg 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 50mL 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ィー〈2.01〉により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のトラゾドンのピーク面積 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。

トラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : トラゾドン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

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 : リン酸水素二アンモニウム 2.6g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH6.5 に調整する。この液 300mL をとり、メタノール 700mL を加える。

流量 : トラゾドンの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するときトラゾド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドン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
25mg	30分	85%以上
50mg	30分	85%以上

トラゾドン塩酸塩標準品 $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$: 408.32

2-[3-[4-(*m*-Chlorophenyl)-1-piperazinyl] propyl]-*s*-triazolo [4,3-*a*] pyridin-3(2*H*)-one hydrochloride 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 本品をエタノール(99.5)で再結晶する。

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 1704cm^{-1} , 1641cm^{-1} , 1596cm^{-1} , 1436cm^{-1} 及び 743cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 25mg を水/アセトニトリル混液(3:2)25mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液(3:2)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 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、試料溶液のトラゾドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトラゾドンのピーク面積の 1/2 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：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm 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：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/ジエチルアミン混液(1200:800:1)

流量：トラゾドンの保持時間が約 15 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トラゾドンの保持時間の約 1.5 倍の範囲。

システム適合性

システムの性能：4-アミノ安息香酸イソプロピル及び 4-アミノ安息香酸 *n*-プロピル 5mg ずつをメタノール 100mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ安息香酸イソプロピル、4-アミノ安息香酸 *n*-プロピルの順に溶出し、その

分離度は 1.5 以上である。

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液 (3：2) を加えて正確に 10mL とする。この液 20 μ L から得たトラゾドンのピーク面積が，標準溶液のトラゾドンの面積の 45～55% になることを確認する。

乾燥減量 〈2.41〉 0.5% 以下(1g, 減圧, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)

含量 99.5%以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，無水酢酸 80mL を加え，加温して溶かす。冷後，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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.83mg C₁₉H₂₂ClN₅O·HCl

4-アミノ安息香酸 n-プロピル NH₂C₆H₄COOCH₂CH₂CH₃ 含量 98.0%以上含む。白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 〈2.60〉 72～76 $^{\circ}$ C

定量法 本品約 0.3g を精密に量り，酢酸(100)50mL 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い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 17.92mg C₁₀H₁₃NO₂

スルファジメトキシシ末 Sulfadimethoxine Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いスルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S) 約 50mg に対応する量を精密に量り、試験液に pH7.5 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 100 回転で試験を行う。ただし、試料は試験液に分散するように投入する。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 4mL を正確に量り、1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にスルファジメトキシシ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、1mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 5mL を加えた後、1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 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 267 nm 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。

スルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S)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 : スルファジメトキシシ標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(mg)

C : 1g 中のスルファジメトキシシ(C₁₂H₁₄N₄O₄S)の表示量(g)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1 g/g	180 分	70%以上

スルファジメトキシシ標準品 「スルファジメトキシシ」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.5 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、pH7.5 に調整する。

クロルプロマジン塩酸塩 25mg・プロメタジン塩酸塩 12.5mg・
フェノバルビタール 40mg 錠

Chlorpromazine Hydrochloride 25mg,

Promethazine Hydrochloride 12.5mg and Phenobarbital 40mg Tablets

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 28mg、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 44mg 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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 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：薄めた 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 (1 \rightarrow 2) / 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 μ 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，プロメタジン及びクロルプロマジンの分離度はそれぞれ 6 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，フェノバルビタール，プロメタジン及びクロルプロマジ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。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルプロマジン塩酸塩	25mg	60 分	70%以上
プロメタジン塩酸塩	12.5mg		70%以上
フェノバルビタール	40mg		70%以上

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($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)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)。

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
Chlorpromazine Hydrochloride 12.5mg,
Promethazine Hydrochloride 12.5mg and Phenobarbital 30mg Tablets

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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 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：薄めた 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 (1 \rightarrow 2) / 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 μ 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、プロメタジン及びクロルプロマジンの分離度はそれぞれ 6 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、フェノバルビタール、プロメタジン及びクロルプロマジ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。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルプロマジン塩酸塩	12.5mg	90 分	75%以上
プロメタジン塩酸塩	12.5mg		75%以上
フェノバルビタール	30mg		70%以上

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($C_{17}H_{20}N_2S \cdot HCl$)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錠
Promethazine Hydrochloride Tablets

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中にプロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)約5.6 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mL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、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

プロメタジン塩酸塩(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$

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(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	45分	85%以上
25mg	45分	85%以上

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(C₁₇H₂₀N₂S·HCl)99.0%以上を含むもの。

アリメマジン酒石酸塩散
Alimemazine Tartrate Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約2.5mg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。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にアリメマジン酒石酸塩標準品を $105^\circ C$ で3時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、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251nm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。

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(%)

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

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 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10 mg/g	15分	80%以上

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。

アリメマジン酒石酸塩錠 Alimemazine Tartrate Tablets

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 中にアリメマジン酒石酸塩 $((C_{18}H_{22}N_2S)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約 2.8 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。別にアリメマジン酒石酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、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 251nm 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。

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 (%)

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

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)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
2.5 mg	30 分	75%以上

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。

プラジカンテル錠 Praziquantel Tablets

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1000mLとした液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中にプラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)約0.67mgを含む液となるようにポリソルベート80 20gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にプラジカンテル標準品(別途1gにつき、50°Cで2時間減圧乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)約30mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLとする。この液10mLを正確に量り、ポリソルベート80 20gに水を加えて1000mLとした液を加えて正確に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ィー〈2.01〉により試験を行ない、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

プラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 1800$$

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)

C : 1錠中のプラジカンテル(C₁₉H₂₄N₂O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 263nm)

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 : 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 μ 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 2000 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, 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
600 mg	45 分	70%以上

プラジカンテル標準品 (C₁₉H₂₄N₂O₂): 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-4H-ピラジノ[2, 1-a]イソキノリン-4-オンで, 下記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測定するとき, 波数 2940cm⁻¹, 2860cm⁻¹, 1650cm⁻¹, 1625cm⁻¹, 1450cm⁻¹ 及び 1420cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品約 40mg 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。試料溶液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフィ (2.01) により試験を行う。試料溶液のプラジカンテルのピーク面積 A 及び個々のピーク面積 A_n を自動積分法により測定し, 次式により個々の類縁物質の量を求めるとき, 類縁物質の合計は 0.5% 以下である。

$$\text{個々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_n \times f_n \times 100}{A + \sum (A_n \times f_n)}$$

f_n : 感度補正係数 次の感度補正係数を用いる。

プラジカンテルに対する 相対保持時間	感度補正係数
約 0.62	1.18
約 2.19	0.82
約 2.81	1.13
その他	1.00

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210nm)

カラム：内径 4mm, 長さ 25cm 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：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：溶媒のピークの後からプラジカンテルの保持時間の約 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，水／アセトニトリル混液(11: 9)に溶かし正確に 20mL とする。更にこの液 5mL 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 50mL 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 2mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とする。この液 20 μ L から得たプラジカンテルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たプラジカンテルのピーク面積の 7~13% になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 20 μ 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 5000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，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(1g, 減圧, 50°C, 2 時間)

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下(1g)

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上。100% より，類縁物質の量 (%) 及び強熱残分の量 (%) を差し引いて求める。

ヒドロクロロチアジド錠 Hydrochlorothiazide Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 1 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 中にヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)約 11 μ g を含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確に V' 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 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、メタノール 4mL を加えて溶かし、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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、それぞれの液の波長 272nm 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。

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(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_s : ヒドロクロロチアジド標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30分	80%以上

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).

スルファドキシシン500mg・ピリメタミン25mg錠
Sulfadoxine 500mg and Pyrimethamine 25mg Tablets

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20mL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、溶出試験開始30分後及び60分後に採取した溶出液から得た液それぞれ2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする。別にピリメタミン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mg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、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(1)とする。また、スルファドキシシン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)2mLずつを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液(1)、試料溶液(2)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 $A_{\text{Ta}(1)}$ 及び A_{Sa} 及びピリメタミンのピーク面積 $A_{\text{Tb}(1)}$ 、 $A_{\text{Tb}(2)}$ 及び A_{Sb} を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= W_{\text{Sa}} \times (A_{\text{Ta}(1)} / A_{\text{Sa}}) \times (1 / C_{\text{a}}) \times 1800$$

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(%)

$$= W_{\text{Sb}} \times [(A_{\text{Tb}(1)} / A_{\text{Sb}}) \times 1/45 + (A_{\text{Tb}(2)} / A_{\text{Sb}})] \times (1 / C_{\text{b}}) \times 90$$

W_{Sa} : スルファドキシシン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : ピリメタミン標準品の秤取量(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 : 230nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ15cm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：40℃付近の一定温度

移動相：薄めたトリエチルアミン(1→500)190mL にアセトニトリル 60mL を加え，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 μ 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 μ 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．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファドキシ	500 mg	30 分	70%以上
ピリメタミン	25 mg	60 分	70%以上

スルファドキシ標準品 $C_{12}H_{14}N_4O_4S$: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 3460 cm^{-1} ，3370 cm^{-1} ，1650 cm^{-1} ，1583 cm^{-1} ，1318 cm^{-1} ，1156 cm^{-1} 及び 830 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点〈2.60〉 197～200℃

類縁物質 本品 50mg をアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→100)5.0mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL 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 100mL とする．更にこの液 1mL 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 10mL 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．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(1g, 105°C, 4時間)

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

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=31.03mg C₁₂H₁₄N₄O₄S

ピリメタミン標準品 C₁₂H₁₃ClN₄: 248.71 2,4-ジアミノ-5-(4-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 3460 cm⁻¹, 3310 cm⁻¹, 1626 cm⁻¹, 1574 cm⁻¹, 1437 cm⁻¹ 及び 832 cm⁻¹ 付近に吸収を認める.

融点〈2.60〉 238~242°C

類縁物質 本品 50mg をメタノール 5.0mL 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. 更にこの液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10mL 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 10μL 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 12cm 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(1g, 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 75mL 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い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1mL=24.87mgC₁₂H₁₃ClN₄

TDM 溶液

A, B 液の全量及び C 液の 1.5mL を用時混合する.

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

B液：ヨウ化カリウム 5g を水 100mL に溶かす。

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

4,4'-テトラメチルジアミノジフェニルメタン $C_{17}H_{22}N_2$ 白～帯青白色の光輝ある葉状結晶である。

融点〈2.60〉 90～91℃

フェニトイン・フェノバルビタール・安息香酸ナトリウム
カフェイン錠

Phenytoin, Phenobarbital and Caffeine and Sodium Benzoate
Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にフェニトイン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 27mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、フェニトイン標準原液とする。また、フェノバルビタール標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 18mg を精密に量り、水に溶かして正確に 200mL とし、フェノバルビタール標準原液とする。更に、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 18mg を精密に量り、水に溶かして正確に 200mL とし、カフェイン標準原液とする。フェノバルビタール標準原液及びカフェイン標準原液 10mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液とする。フェニトイン標準原液 5mL を正確に量り、フェノバルビタール・カフェイン混合標準原液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $30\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のカフェインのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 、フェノバルビタールのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} 並びにフェニトインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時における安息香酸ナトリウムカフェインの表示量に対する溶出率($\%$)($n = 2$)

$$= W_{Sa} \times \left\{ \frac{A_{Ta(n)}}{A_{Sa}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Ta(i)}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_a} \times 4500 / 49$$

n 回目の溶出液採取時におけるフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率($\%$)($n = 2$)

$$= W_{Sb} \times \left\{ \frac{A_{Tb(n)}}{A_{Sb}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tb(i)}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_b} \times 45$$

n 回目の溶出液採取時におけるフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 3$)

$$= W_{Sc} \times \left\{ \frac{A_{Tc(n)}}{A_{Sc}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{Tc(i)}}{A_{Sc}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{1}{C_c} \times 90$$

W_{Sa} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

C_a : 1錠中の安息香酸ナトリウムカフェインの表示量(mg)

C_b : 1錠中のフェノバルビタルの表示量(mg)

C_c : 1錠中のフェニトインの表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 245nm)

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 : 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : pH4.3 の 0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 / メタノール混液(29:21)

流量 : フェニトインの保持時間が約 14.2 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, カフェイン, フェノバルビタール及びフェニトインの順に溶出し, 隣り合うピークの分離度は 1.5 以上である。また, それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 1500 段以上, 2.0 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, それぞれ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
フェニトイン	16.667mg	15分	55%以下
		90分	70%以上
	20.833mg	15分	50%以下
		120分	70%以上
	25.0mg	15分	45%以下
		180分	70%以上
フェノバルビタール	8.333mg	45分	85%以上
安息香酸ナトリウムカフェイン	16.667mg	45分	85%以上

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)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).

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局).

0.01mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.3 酢酸ナトリウム三水和物 1.36g を水 970mL に溶かし, 酢酸(100)を加え, pH4.3 に調整した後, 水を加えて 1000mL とする.

ミノサイクリン塩酸塩カプセル Minocycline Hydrochloride Capsules

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中にミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)約22 μ g(力価)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。別にミノサイクリン塩酸塩標準品約22mg(力価)に対応する量を精密に量り、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348nm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。

ミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : ミノサイクリン塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

C : 1カプセル中のミノサイクリン(C₂₃H₂₇N₃O₇)の表示量 [mg(力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg(力価)	15分	70%以上
100mg(力価)	30分	70%以上

マジンドール錠 Mazindol Tablets

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中にマジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)約0.28 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV_mLとし、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50 μ Lずつを正確に量り、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、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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

マジンドール(C₁₆H₁₃ClN₂O)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T + A_{TD} \times 0.88) / A_S \times (V/V) \times (1/C) \times (9/8)$$

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(C₁₆H₁₃ClN₂O)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 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填する。

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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	規格
0.5mg	30分	75%以上

マジンドール標準品 $C_{16}H_{13}ClN_2O$: 284.74

(\pm)-5-(4-クロロフェニル)-2,5-ジヒドロ-3*H*-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。

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 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。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。

0.1mol/L過塩素酸 1mL=28.47mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

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 $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 339.22

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→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。

0.02mol/L 過塩素酸 1mL = 6.784mg $C_{16}H_{15}ClN_2O_2 \cdot HCl$

ベンフォチアミン散
Benfotiamine Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)約 34.58mg 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 10mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 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℃ 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 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 60mL を正確に加えた後、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 243nm 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。

ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)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 : 1g 中のベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
138.3mg/g	15 分	80%以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)99.0 % 以上を含む。

ベンフォチアミン錠

Benfotiamine Tablets

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中にベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)約15 μ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にV' 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5mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液60mLを正確に加えた後、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、0.1mol/L塩酸試液/水(3:2)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243nm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。

ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

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(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
34.58mg	90分	70%以上

ベンフォチアミン標準品 「ベンフォチアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS) 99.0%以上を含む。

フマル酸第一鉄徐放カプセル
Ferrous Fumarate Extended-release Capsules

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に鉄(Fe)として約 $111\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別に硫酸アンモニウム鉄(III)十二水和物約 0.19g を精密に量り、水 20mL に溶かした後、希塩酸 1mL 及び水を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水 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、更に水を加えて正確に 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。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)} - A_B}{A_S - A_B} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)} - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450$$

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)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
100mg	6 時間	10~40%
	10 時間	30~60%
	24 時間	60%以上

* 鉄として

イフェンプロジル酒石酸塩細粒 Ifenprodil Tartrate Fine Granules

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いイフェンプロジル酒石酸塩

$((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 約20mg 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(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り、水に溶かし、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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 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 : 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 μ 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30 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
40mg/g	15分	85%以上

イフェンプロジル酒石酸塩錠 Ifenprodil Tartrate Tablets

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中にイフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ 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。別にイフェンプロジル酒石酸塩標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約25mgを精密に量り、水に溶かし、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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

イフェンプロジル酒石酸塩 $((C_{21}H_{27}NO_2)_2 \cdot C_4H_6O_6)$ の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 36$$

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 : 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 μ 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及びシンメトリー係数は、それ

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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80%以上
20mg	90 分	75%以上