

医薬審発第 0131007 号
平成 15 年 1 月 31 日

各都道府県衛生主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬局審査管理課長

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について

平成 9 年 2 月 24 日厚生省告示第 18 号、平成 13 年 1 月 22 日厚生労働省告示第 7 号、平成 13 年 4 月 9 日厚生労働省告示第 184 号、平成 13 年 7 月 16 日厚生労働省告示第 243 号、平成 13 年 10 月 15 日厚生労働省告示第 355 号、平成 14 年 1 月 21 日厚生労働省告示第 7 号及び平成 14 年 4 月 15 日厚生労働省告示第 182 号をもって行われた再評価指定については、それぞれ平成 9 年 12 月 24 日、平成 13 年 4 月 23 日、平成 13 年 7 月 9 日、平成 13 年 10 月 16 日、平成 14 年 1 月 15 日、平成 14 年 4 月 22 日及び平成 14 年 7 月 16 日が再評価申請期限であったところであるが、今般、このうち別紙製剤につき、公的溶出試験（案）を別添 1、標準製剤等を別添 2、標準的な溶出試験条件を別添 3 のとおりとすることとしたので、貴管下関係業者に対し周知徹底方よろしく御配慮願いたい。

なお、今般、公的溶出試験（案）が示されたことに伴い、当該製剤に係る再評価申請者が平成 10 年 9 月 9 日医薬審第 790 号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に伴う溶出試験の設定に係る承認事項一部変更承認申請等の取扱いについて」による溶出試験一変申請を行う場合には、平成 15 年 5 月 2 日までに行うよう、併せて御指導願いたい。

別紙

ニフェジピン (5mg 徐放カプセル、10mg 徐放カプセル、15mg 徐放カプセル)
ピロキシカム (20mg 錠、10mg カプセル、20mg カプセル)
セファレキシン (200mg/g 徐放顆粒、500mg/g 徐放顆粒、250mg 錠、125mg カプセル、
250mg カプセル、100mg/g ドライシロップ、200mg/g ドライシロップ、
250mg/g ドライシロップ、500mg/g ドライシロップ)
硫酸キニジン (100mg 錠 a、100mg 錠 b)
イプリフラボン (400mg/g 細粒)
メフェナム酸 (250mg 錠)
グルクロン酸アミド (1g/g 末)
メダゼパム (10mg/g 細粒、2mg 錠、5mg 錠)
臭化ブチルスコポラミン (10mg 錠)
塩化アンベノニウム (10mg 錠)
スルピリド (100mg/g 細粒、500mg/g 細粒、50mg カプセル)
ベタメタゾン・d-マレイン酸クロルフェニラミン (0.25mg・2mg 錠)
塩酸クロペラスチン (10mg 錠)
塩酸ホミノベン (80mg 錠)
ノスカピン (100mg/g 散、30mg 錠)
フェンジゾ酸クロペラスチン (100mg/g 散、2.5mg 錠)
リン酸ベンプロペリン (20mg 錠)
ヒベンズ酸チペピジン (110.7mg/g 散、22.1mg/g ドライシロップ)
セラペプターゼ (10mg/g 腸溶顆粒、5mg 腸溶錠、10mg 腸溶錠)
臭化プロパンテリン (15mg 錠)
酢酸コルチゾン (25mg 錠)
トリアムシノロン (4mg 錠)
オキサプロジン (100mg 錠、200mg 錠)
プロキシフィリン・塩酸エフェドリン・フェノバルビタール (150mg・20mg・20mg
錠、150mg・20mg・20mg 腸溶錠)
臭化メペンゾラート・フェノバルビタール (7.5mg・15mg 錠)

別添 1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するものの他、日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する。）

ニフェジピン5mg徐放カプセル

溶出試験 本操作は光を避けて行う。シンカーは用いない。本品1個をとり試験液にpH6.8のリン酸塩緩衝溶液（1 2）900mL を用い、溶出試験法第2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 ± 0.5 に加温したpH6.8のリン酸塩緩衝溶液（1 2）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。別にニフェジピン標準品（別途ニフェジピン（日局）と同様の条件で乾燥減量を測定しておく）約 0.025g 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 8mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液（1 2）を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液（1 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 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積 $A_1, A_{1.5}, A_3$ 及び A_S を測定する。

本品の 1 時間、1.5 時間及び 3 時間の溶出率が、それぞれ 15% ~ 45%、40% ~ 70% 及び 75% 以上のときは適合とする。

1時間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（%）

$$= W_S \times \frac{A_1}{A_S} \times \frac{18}{C}$$

1.5時間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（%）

$$= W_S \times \left(\frac{A_1}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{1.5}}{A_S} \right) \times \frac{18}{C}$$

3時間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（%）

$$= W_S \times \left(\frac{A_1}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{1.5}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_3}{A_S} \right) \times \frac{18}{C}$$

W_S : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量（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：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）にリン酸を加えてpH6.1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．

ニフェジピン10mg徐放カプセル

溶出試験 本操作は光を避けて行う。シンカーは用いない。本品1個をとり試験液にpH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1:2) 900mL を用い、溶出試験法第2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 ± 0.5 に加温したpH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1:2) 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、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1:2)を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.025g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 8mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1:2)を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1:2)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 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積 $A_1, A_{1.5}, A_5$ 及び A_S を測定する。

本品の 1 時間、1.5 時間及び 5 時間の溶出率が、それぞれ 20% ~ 50%、45% ~ 75% 及び 75% 以上のときは適合とする。

1時間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(%)

$$= W_S \times \frac{A_1}{A_S} \times \frac{36}{C}$$

1.5時間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(%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_1}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{1.5}}{A_S} \right) \times \frac{36}{C}$$

5時間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(%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_1}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_{1.5}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_5}{A_S} \right) \times \frac{36}{C}$$

W_S : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (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 : 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

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）
にリン酸を加えてpH6.1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。

ニフェジピン15mg徐放カプセル

溶出試験 本操作は光を避けて行う。シンカーは用いない。本品1個をとり試験液にpH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1-2) 900mL を用い、溶出試験法第2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 ± 0.5 に加温したpH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1-2) 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、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1-2)を加えて正確に 15mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品(別途ニフェジピン(日局)と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.025g 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 8mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1-2)を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 25mL を正確に量り、pH6.8のリン酸塩緩衝溶液(1-2)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 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のニフェジピンのピーク面積 $A_{1.5}$ 、 A_2 、 A_6 及び A_S を測定する。

本品の 1.5 時間、2 時間及び 6 時間の溶出率が、それぞれ 20% ~ 50%、40% ~ 70% 及び 70% 以上のときは適合とする。

1.5時間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(%)

$$= W_S \times \frac{A_{1.5}}{A_S} \times \frac{54}{C}$$

2時間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(%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_{1.5}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_2}{A_S} \right) \times \frac{54}{C}$$

6時間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(%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_{1.5}}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_2}{A_S} \times \frac{1}{45} + \frac{A_6}{A_S} \right) \times \frac{54}{C}$$

W_S : 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (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 : 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

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）
にリン酸を加えてpH6.1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。

ピロキシカム 20mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，表示量の 2 倍量を精密に量り，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 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 251nm における吸光度 AT 及び AS を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

ピロキシカム ($C_{15}H_{13}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= WS \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times 45$$

WS：ピロキシカム標準品の量 (mg)

C：1 錠中のピロキシカム ($C_{15}H_{13}N_3O_4S$) の表示量 (mg)

ピロキシカム標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピロキシカム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ピロキシカム ($C_{15}H_{13}N_3O_4S$) 99.0% 以上を含むもの．

ピロキシカム 10 mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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，次のろ液を試料溶液とする．別にピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，表示量の 2 倍量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 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，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，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 60 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

ピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : ピロキシカム標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

ピロキシカム標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピロキシカム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) 99.0% 以上を含むもの．

ピロキシカム 20 mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，表示量の 2 倍量を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 20 mL とする．この液 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，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，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 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

ピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : ピロキシカム標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量 (mg)

ピロキシカム標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピロキシカム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ピロキシカム ($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) 99.0% 以上を含むもの．

セファレキシン 200mg/g 徐放顆粒

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 包をとり，試験液に崩壊試験の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後に溶出液 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 2mL 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．別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 150mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 25～35% のときは適合とする．

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times f \times \frac{900}{120} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s ：常用標準セファレキシンの秤取量（mg）

f ：常用標準セファレキシンの力価 [mg（力価）/mg]

1/120：希釈率

C ：1 包中のセファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示量 [mg（力価）]

〔pH6.8〕本品 1 包をとり，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，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 0.5 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 2mL 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．別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS 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．

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times f \times \frac{900}{40} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_S : 常用標準セファレキシンの秤取量 (mg)

f : 常用標準セファレキシンの力価 [mg (力価) / mg]

1/40 : 希釈率

C : 1 包中のセファレキシンの表示量 [mg (力価)]

標準品 常用標準セファレキシンの力価 ; 日本抗生物質医薬品基準に規定する .

セファレキシン 500mg/g 徐放顆粒

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 包をとり，試験液に崩壊試験の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後に溶出液 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 2mL 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．別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 150mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 25～35% のときは適合とする．

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times f \times \frac{900}{120} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s ：常用標準セファレキシンの秤取量（mg）

f ：常用標準セファレキシンの力価 [mg（力価）/mg]

1/120：希釈率

C ：1 包中のセファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示量 [mg（力価）]

〔pH6.8〕本品 1 包をとり，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，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 0.5 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 2mL 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．別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times f \times \frac{900}{40} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s ：常用標準セファレキシンの秤取量（mg）

f : 常用標準セファレキシンの力価 [mg (力価) /mg]

1/40 : 希釈率

C : 1 包中のセファレキシシ ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量 [mg (力価)]

標準品 常用標準セファレキシシ 日本抗生物質医薬品基準に規定する .

セファレキシン 250 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 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 2 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．別にセファレキシン標準品約 20 mg（力価）に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に 20 mL とする．この液 1 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により試験を行い，波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする．

セファレキシン ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1125$$

W_S : セファレキシン標準品の量 [mg (力価)]

C : 1 錠中のセファレキシン ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量 [mg (力価)]

セファレキシン標準品 セファレキシン標準品 (日局)

セファレキシン 125mg カプセル

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2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0.45 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、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約0.02g(力価)に対応する量を精密に量り、水を溶かし、正確に20mLとする。この液1mL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により試験を行い、波長262nmにおける吸光度AT及びAS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。

セファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= WS \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{8} \times 100$$

WS : セファレキシン標準品の量 [mg (力価)]

C : 1カプセル中のセファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量 [mg (力価)]

セファレキシン標準品 セファレキシン標準品 (日局)

セファレキシン 250mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後に溶出液 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 25mL とした液を試料溶液とする。別に常用標準セファレキシン約 20mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする。この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS 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。

セファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示力価に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times f \times \frac{900}{80} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_S : 常用標準セファレキシンの秤取量 (mg)

f : 常用標準セファレキシンの力価 [mg (力価) /mg]

1/80 : 希釈率

C : 1 カプセル中のセファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量 [mg (力価)]

標準品 常用標準セファレキシン 日本抗生物質医薬品基準に規定する。

セファレキシン 100mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 2.5g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 15 分後に溶出液 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 25mL とした液を試料溶液とする．別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする．この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS 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．

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times f \times \frac{900}{80} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_S ：常用標準セファレキシンの秤取量（mg）

f ：常用標準セファレキシンの力価 [mg（力価）/mg]

W_T ：試料の秤取量（g）

1/80：希釈率

C ：1g 中のセファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示量 [mg（力価）]

標準品 常用標準セファレキシン；日本抗生物質医薬品基準に規定する．

セファレキシン 200mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 1.25g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後に溶出液 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 25mL とした液を試料溶液とする。別に常用標準セファレキシン約 20mg（力価）に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし正確に 20mL とする。この液 1mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 262nm における吸光度 AT 及び AS 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。

セファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示力価に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times f \times \frac{900}{80} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_S ：常用標準セファレキシンの秤取量（mg）

f ：常用標準セファレキシンの力価 [mg（力価）/mg]

W_T ：試料の秤取量（g）

1/80：希釈率

C ：1g 中のセファレキシン（ $C_{16}H_{17}N_3O_4S$ ）の表示量 [mg（力価）]

標準品 常用標準セファレキシン 日本抗生物質医薬品基準に規定する。

セファレキシン 250mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 1.0g[250mg(力価)]を精密に量り,試験液に水 900mL を用い,溶出試験法第 2 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 以上を取り,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 2mL を正確に量り,水を加えて正確に 25mL とし,試料溶液とする。別に常用標準セファレキシン約 20mg(力価)に対応する量を精密に量り,水に溶かし正確に 20mL とする。この液 1mL 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,吸光度測定法により試験を行い,波長 262nm における吸光度 AT 及び AS 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。

セファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示力価に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times f \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1125}{C}$$

W_S : セファレキシン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 試料の秤取量 (g)

f : セファレキシン標準品の力価 [mg(力価)/mg]

1/120 : 希釈率

C : 本品 1g 中のセファレキシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量 [mg(力価)]

セファレキシン標準品 日局セファレキシン標準品

セファレキシン 500 mg/ g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従いセファレキシン約 0.25 g (力価) に対応する量を精密に量り, 試験液に水 900 mL を用い, 溶出試験法第 2 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 2 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。別にセファレキシン標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 20 mL とする。この液 1 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により試験を行い, 波長 262 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 % 以上の時は適合とする。

セファレキシン ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{45}{4} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_S : セファレキシン標準品の量 [mg (力価)]

W_T : セファレキシンドライシロップの秤取量 (g)

C : 1 g 中のセファレキシン ($\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) の表示量 [mg (力価)]

セファレキシン標準品 セファレキシン標準品 (日局)

硫酸キニジン 100mg 錠

溶出試験 a 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，0.1mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え試料溶液とする。別に，硫酸キニジン標準品約 0.025g を精密に量り，試験液を加えて溶かし，正確に 25mL とする。この液 10mL を正確に量り，試験液を加えて溶かし，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 5mL を正確に加え標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，試験液/0.1mol/L 塩酸試液混液（1：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 347nm 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。

硫酸キニジン $\{(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O\}$ の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : 硫酸キニジン標準品の採取量 (mg)

C : 1錠中の硫酸キニジン $\{(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O\}$ の表示量 (mg)

溶出試験 b 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に加え試料溶液とする。別に，硫酸キニジン標準品 約 0.025g を精密に量り，試験液を加えて溶かし正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に加え標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき試験液/0.1 mol/L 塩酸試液混液（1：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の波長 347 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

硫酸キニジン $\{(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O\}$ の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : 硫酸キニジン標準品の採取量 (mg)

C : 1錠中の硫酸キニジン $\{(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O\}$ の表示量 (mg)

硫酸キニジン標準品 硫酸キニジン (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，硫酸キニジン $\{(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4\}$ 99.0% 以上を含むもの。

イプリフラボン 400mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 50）900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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 2mL を正確に量り，薄めたメタノール（1 2）を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にイプリフラボン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g 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，ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 50）2mL 及び薄めたメタノール（1 2）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，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 300nm 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 70% 以上のときは適合とする．

イプリフラボン（ $C_{18}H_{16}O_3$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S ：イプリフラボン標準品の量（mg）

W_T ：イプリフラボン細粒の秤取量（g）

C ：1g 中のイプリフラボン（ $C_{18}H_{16}O_3$ ）の表示量（mg）

イプリフラボン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

メフェナム酸 250mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液（pH8.0）900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 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，試験液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にメフェナム酸標準品をデシケーター〔酸化リン（ ）〕で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 50 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，吸光度測定法により試験を行い，波長 285 nm における吸光度 AT 及び AS を測定する．

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

メフェナム酸（ $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{NO}_2$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{90}{25}$$

WS：脱水物に換算したメフェナム酸標準品の秤取量（mg）

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 pH8.0 無水リン酸水素二ナトリウム 7.1g を水に溶かし，1000 mL とする．この液にクエン酸一水和物 5.3g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて，pH8.0 に調整する．

メフェナム酸標準品 日局「メフェナム酸」

グルクロン酸アミド 1 g/g 末

溶出試験 本品約 1 g を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にグルクロン酸アミド標準品約 0.025g を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 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により試験を行い，波長 225 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．

グロナミン ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : グルクロン酸アミド標準品の量 (mg)

W_T : グロナミンの採取量 (mg)

C : 1 g 中のグロナミン ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$) の表示量 (g)

グルクロン酸アミド標準品 $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$: 193.15 -D-グルコピラヌロンアミド「グロナミン」を次の方法で精製したもので，下記の規格に適合するもの．

精製法 「グロナミン」100 g に水 150 mL を加え，65 ~ 70 で溶かし，0 ~ 5 に冷却し，2 時間放置し，析出した結晶をろ過する．これを 70 %メタノール溶液 33 mL 及びメタノール 60 mL で洗う．次に析出した結晶にメタノール 160 mL を加え，50 ~ 55 で攪拌し，さらに，65 ~ 70 まで昇温して溶解させ，15 分間保持する．その後 30 まで冷却し，析出した結晶をろ過する．得られた結晶をメタノール約 30 mL で洗い，ろ過し，45 で 5 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験

- (1) グルクロン酸誘導体 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL にナフトレゾルシンカルボン酸バリウム 0.01 g 及び塩酸 2.5 mL を加えて 1 分間煮沸し，冷後，ジエチルエーテル/ベンゼン混液 (1 : 1) 2 mL を加えて振り混ぜるとき，上層は濃紫色を呈する．
- (2) アミド基 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (7 : 50) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱し，冷後，希塩酸 0.5 mL 及び塩化第二鉄試液 3 滴を加えるとき，赤褐色を呈する．
- (3) アミノ基 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

類縁物質 本品約0.1 gをとり，水を加えて溶かし，100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液5 μ Lにつき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，主ピーク以外のピーク面積の合計は0.5 %以下である．

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7.8 mm，長さ25 cmのステンレス管に8 mmの液体クロマトグラフ用スルホン化ポリスチレンゲルを充てんする．

カラム温度：50 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（1 1000）

流量：グルクロン酸アミドの保持時間が約8分になるように調整する．（約0.65 mL/min）

面積測定範囲：溶媒ピークの後からグルクロン酸アミドの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能：試料溶液 1 mLをとり，移動相を加えて正確に100 mLとし，試験溶液Aとする．この液5 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，グルクロン酸アミドの理論段数は6000段以上，シンメトリー係数は1.5以下である．

検出の確認：試験溶液A 5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，試験溶液Bとする．試験溶液B 5 mLにつき，上記の条件で操作するとき，グルクロン酸アミドのピーク面積が，試験溶液Aのグルクロン酸アミドのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 倍になることを確認する．

システムの再現性：試料溶液5 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルクロン酸アミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である．

含量 99.0 %以上 定量法 本品約0.04 gを精密に量り，日本薬局方の一般試験法に定める窒素定量法により試験を行う．

0.005 mol/L硫酸1 mL = 1.9315 mg $C_6H_{11}NO_6$

メダゼパム 10mg/g 細粒

溶出試験 本品約 1.0g を精密に量り，試験液に pH4.0 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，ろ液 2mL を正確に量り，pH4.0 液を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別に，メダゼパム標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 1mL を正確に量り pH4.0 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 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，試料溶液及び標準溶液のメダゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : メダゼパム標準品の量 (mg)

W_T : メダゼパム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のメダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ法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 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液 (700 : 300 : 1)

流量：メダゼパムの保持時間が約 6~7 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，メダゼパムのシンメトリー係数が 1.5 以下で理論段数が 4000 段以上のものを用いる．

試験の再現性：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，メダゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

メダゼパム標準品 メダゼパム(日局)，ただし，乾燥したものを定量するとき，メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) 99.0% 以上を含むもの．

メダゼパム 2mg 錠

溶出試験 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，溶出試験法第 2 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 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。別にメダゼパム標準品を減圧，60℃ で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 100mL 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法により試験を行い，それぞれの液のメダゼパムのピーク面積 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。

メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S : メダゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のメダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量 (mg)

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 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液 (700 : 300 : 1)

流量：メダゼパムの保持時間が約 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 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，メダゼパム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 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メダゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

メダゼパム標準品 メダゼパム(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) 99.0% 以上を含むもの。

メダゼパム 5mg 錠

溶出試験 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，溶出試験法第 2 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 0.45 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，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 とし，試料溶液とする．別にメダゼパム標準品を減圧，60 で 4 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，メタノールを加えて溶かし，正確に 100mL 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法により試験を行い，それぞれの液のメダゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : メダゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のメダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の表示量 (mg)

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 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液 (700 : 300 : 1)

流量：メダゼパムの保持時間が約 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 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，メダゼパム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 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メダゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

メダゼパム標準品 メダゼパム(日局).ただし，乾燥したものを定量するとき，メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) 99.0% 以上を含むもの．

臭化ブチルスコポラミン 10 mg 錠

溶出試験 本品1個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第2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 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に臭化ブチルスコポラミン標準品を105 で4時間乾燥し，その約 0.020 g 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 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，ブチルスコポラミンのピーク面積 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．

臭化ブチルスコポラミン ($C_{21}H_{30}BrNO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : 臭化ブチルスコポラミン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の臭化ブチルスコポラミン ($C_{21}H_{30}BrNO_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm ，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を水 350 mL 及びメタノール 650 mL に溶かした後，リン酸を加えて pH 3.0 に調整する．

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ブチルスコポラミ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 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブチルスコポラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

臭化ブチルスコポラミン標準品 臭化ブチルスコポラミン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，臭化ブチルスコポラミン ($C_{21}H_{30}BrNO_4$) 99.0% 以上を含むもの．

塩化アンベノニウム 10mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法 第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 分後，水 15mL 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 5mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に塩化アンベノニウム標準品（別途，「塩化アンベノニウム」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 0.024g を精密に量り，水を加えて溶かし，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 50 μ L ずつを正確にとり，次の試験条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，塩化アンベノニウムのピーク面積 AT 及び AS を自動積分法により測定する．本品の 60 分間の溶出率が 75% 以上のとき適合とする．

塩化アンベノニウム（ $C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s ：乾燥物に換算した塩化アンベノニウム標準品の量（mg）

C ：1 錠中の塩化アンベノニウム（ $C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$ ）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214nm）

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：リン酸二水素ナトリウム（二水和物）15.6g を水に溶かし約 800mL とし，リン酸を加えて pH を 3.5 に調整し，過塩素酸リチウム 4.01g を加えて溶かし，水を加えて 1000mL とする．この液にアセトニトリル 470mL を加えて混和する．

流量：塩化アンベノニウムの保持時間が約 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 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，塩化アンベノニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 4000 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，塩化アンベノニウムのピーク面積の相対標準偏差は，2.0% 以下である．

塩化アンベノニウム標準品 塩化アンベノニウム（日局）．ただし，定量するとき，換算した乾燥物に対し，塩化アンベノニウム（ $C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$ ）99.0% 以上を含む．

スルピリド 100mg/g 細粒

溶出試験 本品約 2g を精密に量り，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2) 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.5 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 5mL 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 20mL とし，試料溶液とする．別にスルピリド標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL 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 20mL 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により試験を行い，波長 291nm 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 80% 以上のときは適合とする．

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{900}{C}$$

W_S : スルピリド標準品の量 (mg)

W_T : スルピリド細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のスルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の表示量 (mg)

スルピリド標準品 「スルピリド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 99.0% 以上を含むもの．

スルピリド 500mg/g細粒

溶出試験 本品約 0.4g を精密に量り，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）900mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.5 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 5mL 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 20mL とし，試料溶液とする．別にスルピリド標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL 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 20mL 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により試験を行い，波長 291nm 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 80% 以上のときは適合とする．

スルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{900}{C}$$

W_S ：スルピリド標準品の量（mg）

W_T ：スルピリド細粒の秤取量（g）

C ：1g 中のスルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）の表示量（mg）

スルピリド標準品 「スルピリド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，スルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）99.0% 以上を含むもの．

スルピリド 50mg カプセル

溶出試験 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）900mL を用い，溶出試験法第 2 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 120 分後，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，次のろ液を試料溶液とする．別にスルピリド標準品を 105 度で 3 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液（1 2）に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL 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 20mL 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により試験を行い，波長 291nm 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 80% 以上のときは適合とする．

スルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{225}{C}$$

W_S ：スルピリド標準品の量（mg）

C ：1 カプセル中のスルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）の表示量（mg）

スルピリド標準品 スルピリド（日局）．ただし，乾燥したものを定量するとき，スルピリド（ $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ ）99.0% 以上を含むもの．

ベタメタゾン 0.25 mg・*d*-マレイン酸クロルフェニラミン 2 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 20 mL 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 15mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にベタメタゾン標準品を酸化リン() を乾燥剤として 4 時間乾燥し，その約 0.025g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 200 mL とする．また，*d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65 で 4 時間乾燥し，その約 0.025g を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とする．これらの液 10 mL ずつをそれぞれ正確に量り，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 として標準溶液とする．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法により試験を行う．試料溶液のベタメタゾン及び *d*-マレイン酸クロルフェニラミンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} 並びに標準溶液のベタメタゾン及び *d*-マレイン酸クロルフェニラミンのピーク面積 A_{Sa} 及び A_{Sb} を求める．

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

ベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times \frac{9}{10}$$

W_{Sa} : ベタメタゾン標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中のベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) の表示量 (mg)

d-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times \frac{36}{5}$$

W_{Sb} : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量 (mg)

C_b : 1 錠中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) 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 mm，長さ 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ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：リン酸二水素ナトリウム・二水和物 22.36 g を水 1000 mL に溶かし，メタノール 2000 mL を加え，30% リン酸溶液で pH 3.9 に調整する．

流量：*d*-マレイン酸クロルフェニラミンの保持時間が約 6.5 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 20 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，*d*-マレイン酸クロルフェニラミンのピークのシンメトリー係数は2.0以下で，理論段数は3000段以上である．

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，*d*-マレイン酸クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

ベタメタゾン標準品 ベタメタゾン（日局）．

d-マレイン酸クロルフェニラミン標準品 *d*-マレイン酸クロルフェニラミン（日局）．

塩酸クロペラスチン10mg錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2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 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。別に塩酸クロペラスチン標準品を105で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mL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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長226nm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。

塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 塩酸クロペラスチン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

塩酸クロペラスチン標準品 塩酸クロペラスチン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの。

塩酸ホミノベン 80 mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第2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 0.5 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ホミノベン標準品を105 で4 時間乾燥し、その約 0.018 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL 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法により試験を行い、それぞれの液のホミノベンのピーク面積 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。

塩酸ホミノベン ($C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : 塩酸ホミノベン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸ホミノベン ($C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径 4.6 mm , 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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：リン酸二水素カリウム 5.4 gに水 2000 mLを加えて溶かし、薄めたリン酸 (1 : 10) を加えてpH3.0に調整し、この液にメタノール 3000 mLを加える。

流量：ホミノベンの保持時間が約 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、ホミノベ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1000 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、ホミノベンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

塩酸ホミノベン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸ホミノベン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ホミノベン ($C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

ノスカピン 100mg/g 散

溶出試験 本品約 0.3g を精密に量り，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，溶出試験法第 2 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 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．別にノスカピン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.03g 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，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により試験を行い，波長 310nm 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 80% 以上のときは適合とする．

ノスカピン ($C_{22}H_{23}NO_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : ノスカピン標準品の量 (mg)

W_T : ノスカピン散の秤取量 (mg)

C : 1g 中のノスカピン ($C_{22}H_{23}NO_7$) の表示量 (mg)

ノスカピン標準品 ノスカピン(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,ノスカピン ($C_{22}H_{23}NO_7$) 99.0% 以上を含むもの．

ノスカピン 30mg錠

溶出試験 本品1個をとり，試験液にpH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）900mLを用い，溶出試験法第2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以上を正確にとり，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．別にノスカピン標準品を105 で4時間乾燥し，その約0.03g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，pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）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，pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長310nm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．

ノスカピン（ $C_{22}H_{23}NO_7$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S ：ノスカピン標準品の量（mg）

C ：1錠中のノスカピン（ $C_{22}H_{23}NO_7$ ）の表示量（mg）

ノスカピン標準品 ノスカピン（日局）．ただし，乾燥した物を定量するとき，ノスカピン（ $C_{22}H_{23}NO_7$ ）99.0%以上を含むもの．

フェンジゾ酸クロペラスチン100mg/g散

溶出試験 本品約 1g を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、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、次のろ液を試料溶液とする。別にフェンジゾ酸クロペラスチン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.02g 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、崩壊試験法の第 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 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法により試験を行い、クロペラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 0.565$$

W_S : フェンジゾ酸クロペラスチン標準品の量 (mg)

W_T : フェンジゾ酸クロペラスチン散の秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：226nm)

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 付近の一定温度

移動相：0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル/過塩素酸混液 (400 : 320 : 1)

流量：クロペラスチンの保持時間が約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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロペラスチ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、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、クロペラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

フェンジゾ酸クロペラスチン標準品 「フェンジゾ酸クロペラスチン」ただし、乾燥したものを定量するとき、フェンジゾ酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$) 99.0% 以上を含むもの。

フェンジゾ酸クロペラスチン2.5mg錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900mLを用い、溶出試験法第2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 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。別にフェンジゾ酸クロペラスチン標準品を105で3時間乾燥し、その約0.025g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4mLを正確に量り、崩壊試験法の第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法により試験を行い、クロペラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の90分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18 \times 0.565$$

W_S : フェンジゾ酸クロペラスチン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 226nm)

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 付近の一定温度

移動相 : 0.1mol/Lリン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル/過塩素酸混液 (400 : 320 : 1)

流量 : クロペラスチンの保持時間が約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 10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロペラスチ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、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、クロペラスチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

フェンジゾ酸クロペラスチン標準品 「フェンジゾ酸クロペラスチン」.ただし、乾燥したものを定量するとき、フェンジゾ酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$) 99.0%以上を含むもの。

リン酸ベンプロペリン 20mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.45 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．別にリン酸ベンプロペリン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.029g 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 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法により試験を行い，ベンプロペリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

ベンプロペリン（ $C_{21}H_{27}NO$ ）の表示量の対する溶出率（%）

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 68.353$$

W_S ：脱水物に換算したリン酸ベンプロペリン標準品の量（mg）

C ：1 錠中のベンプロペリン（ $C_{21}H_{27}NO$ ）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：270nm）

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 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 7.7g を水 800mL に溶かし，酢酸（100）を加えて pH を 3.3 に調整し，更に水を加えて 1000mL とする．この液 250mL にメタノール 750mL を加える．

流量：ベンプロペリンの保持時間が約 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 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ベンプロペ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 4000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：上記の条件で標準溶液 20 μ L につき，試験を 6 回繰り返すとき，ベンプロペリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である．

リン酸ベンプロペリン標準品 局外規「リン酸ベンプロペリン」．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，リン酸ベンプロペリン（ $C_{21}H_{27}NO \cdot H_3PO_4$ ：407.45）99.0% 以上を含むもの．

ヒベズ酸チペピジン 110.7 mg/g 散

溶出試験 本品約 0.2 g を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.5 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 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 20 mL とし，試料溶液とする。別にヒベズ酸チペピジン標準品を酸化リン（ ）を乾燥剤として 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.024 g を精密に量り，薄めたエタノール（3 4）15 mL を加え，時々加温しながら溶かす。冷後，薄めたエタノール（3 4）を加えて正確に 20 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 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL 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により試験を行い，波長 286 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。

ヒベズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S ：ヒベズ酸チペピジン標準品の量（mg）

W_T ：ヒベズ酸チペピジン 110.7 mg/g 散の秤取量（g）

C ：1 g 中のヒベズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）の表示量（mg）

ヒベズ酸チペピジン標準品 ヒベズ酸チペピジン（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒベズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）99.0 % 以上を含むもの。

ヒベンズ酸チペピジン 22.1 mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 1 g を精密に量り，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.5 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 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 20 mL とし，試料溶液とする．別にヒベンズ酸チペピジン標準品を酸化リン（ ）を乾燥剤として 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.024 g を精密に量り，薄めたエタノール（3 4）15 mL を加え，時々加温しながら溶かす．冷後，薄めたエタノール（3 4）を加えて正確に 20 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 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 mL 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により試験を行い，波長 286 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．

ヒベンズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S ：ヒベンズ酸チペピジン標準品の量（mg）

W_T ：ヒベンズ酸チペピジン 22.1 mg/g ドライシロップの秤取量（g）

C ：1 g 中のヒベンズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）の表示量（mg）

ヒベンズ酸チペピジン標準品 ヒベンズ酸チペピジン（日局）．ただし，乾燥したものを定量するとき，ヒベンズ酸チペピジン（ $C_{15}H_{17}NS_2 \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）99.0 % 以上を含むもの．

セラペプターゼ 10mg/g 腸溶顆粒

溶出試験

〔pH1.2〕本品約 1g を精密に量り，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B を測定する．

本品の 60 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

W_T : セラペプターゼ腸溶顆粒の秤取量 (g)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1g 中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

〔pH6.8〕本品約 1g を精密に量り，試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2) 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とする．更に，この液 5mL 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 50mL し，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B 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．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

W_T : セラペプターゼ腸溶顆粒の秤取量 (g)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1g 中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

セラペプターゼ標準品 「セラペプターゼ」.ただし,定量するとき,1mg は 2200 ~ 2600 セラペプターゼ単位を含み,次の規格に適合するもの.

比活性 本品につき,定量法及び次の試験を行うとき,たん白質 1mg 当たり 6000 ~ 6500 セラペプターゼ単位を含む.本品約 0.08g を精密に量り,pH7.0 の 0.01mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし,正確に 100mL とした液につき,紫外可視吸光度測定法により試験を行い,波長 280nm における吸光度 A を測定する.

$$\text{本品 1mg 当たりのたん白質量 (mg)} = \frac{A}{13.0 \times W}$$

W : 本品の秤取量 (g)

0.01mol/L リン酸塩緩衝液, pH7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.79g を水に溶かし,500mL とした液に,リン酸二水素カリウム 0.68g を水に溶かし,500mL とした液を pH7.0 になるまで加える.

セラペプターゼ 5mg 腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B 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．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1 錠中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

〔pH6.8〕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) 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，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，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B 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．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times \frac{45}{2}$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1 錠中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

セラペプターゼ標準品 「セラペプターゼ」.ただし,定量するとき,1mg は 2200 ~ 2600 セラペプターゼ単位を含み,次の規格に適合するもの.

比活性 本品につき,定量法及び次の試験を行うとき,たん白質 1mg 当たり 6000 ~ 6500 セラペプターゼ単位を含む.本品約 0.08g を精密に量り,pH7.0 の 0.01mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし,正確に 100mL とした液につき,紫外可視吸光度測定法により試験を行い,波長 280nm における吸光度 A を測定する.

$$\text{本品 1mg 当たりのたん白質量 (mg)} = \frac{A}{13.0 \times W}$$

W : 本品の秤取量 (g)

0.01mol/L リン酸塩緩衝液, pH7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.79g を水に溶かし,500mL とした液に,リン酸二水素カリウム 0.68g を水に溶かし,500mL とした液を pH7.0 になるまで加える.

セラペプターゼ 10mg 腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B 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．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1 錠中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

〔pH6.8〕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) 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にセラペプターゼ標準品約 0.022g 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，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，標準溶液及び試験液につき，蛍光光度法により試験を行い，励起の波長 278nm，蛍光の波長 330nm における蛍光の強さ F_T ， F_S 及び F_B 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．

セラペプターゼの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times P \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : セラペプターゼ標準品の量 (mg)

P : セラペプターゼ標準品 1mg 中のセラペプターゼ単位

C : 1 錠中のセラペプターゼの表示量 (セラペプターゼ単位)

セラペプターゼ標準品 「セラペプターゼ」．ただし，定量するとき，1mg は2200～2600セラペプターゼ単位を含み，次の規格に適合するもの．

比活性 本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，たん白質1mg当たり6000～6500セラペプターゼ単位を含む．本品約0.08gを精密に量り，pH7.0の0.01mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長280nmにおける吸光度Aを測定する．

$$\text{本品1mg当たりのたん白質量 (mg)} = \frac{A}{13.0 \times W}$$

W：本品の秤取量（g）

0.01mol/L リン酸塩緩衝液，pH7.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.79g を水に溶かし，500mL とした液に，リン酸二水素カリウム 0.68g を水に溶かし，500mL とした液を pH7.0 になるまで加える．

臭化プロパンテリン 15mg 錠

溶出試験 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，溶出試験法第 2 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 10mL 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し，ろ液を試料溶液とする．別に臭化プロパンテリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.02g 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 100mL とする．この液 4mL 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により試験を行い，波長 242nm 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．

臭化プロパンテリン ($C_{23}H_{30}BrNO_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 72$$

W_S : 臭化プロパンテリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の臭化プロパンテリン ($C_{23}H_{30}BrNO_3$) の表示量 (mg)

臭化プロパンテリン標準品 臭化プロパンテリン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，臭化プロパンテリン ($C_{23}H_{30}BrNO_3$: 448.39) 99.0% 以上を含むもの．

酢酸コルチゾン 25mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にラウリル硫酸ナトリウム 3 g に水を加えて溶かし，1000 mL とした液 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 をとり，孔径 1 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，ラウリル硫酸ナトリウム 3 g に水を加えて溶かし，1000 mL とした液を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別に酢酸コルチゾン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 5 mL を正確に量り，ラウリル硫酸ナトリウム 3 g に水を加えて溶かし，1000 mL とした液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

酢酸コルチゾン ($\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times W_s \times \frac{18}{5}$$

W_s : 酢酸コルチゾン標準品の量 (mg)

酢酸コルチゾン標準品 酢酸コルチゾン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，酢酸コルチゾン ($\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$) を 99% 以上含むもの．

トリアムシノロン 4mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にトリアムシノロン標準品を酸化リン()を乾燥剤として 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，L-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 1000) に溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，崩壊試験法の第 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 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法により試験を行い，それぞれの液のトリアムシノロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 120 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

トリアムシノロン ($C_{21}H_{27}FO_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : トリアムシノロン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のトリアムシノロン ($C_{21}H_{27}FO_6$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：242nm)

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 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (3 : 1)

流量：トリアムシノロンの保持時間が約 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，トリアムシノロ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 5000 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，トリアムシノロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

トリアムシノロン標準品 トリアムシノロン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，トリアムシノロン ($C_{21}H_{27}FO_6$) 99.0% 以上を含むもの

オキサプロジン 100mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液 2 mL を正確に量り，pH6.8 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 20 mL とし，試料溶液とする．別にオキサプロジン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028 g 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 1 mL を正確に量り，pH6.8 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，pH6.8 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により試験を行い，波長 285nm 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 80% 以上のときは適合とする．

オキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_S : オキサプロジン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のオキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) の表示量 (mg)

オキサプロジン標準品 オキサプロジン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，オキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) 99.0% 以上を含むもの．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.8 無水リン酸水素二ナトリウム 1.42 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 1.05 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え，pH6.8 に調整する．

オキサプロジン 200mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い，溶出試験法第 2 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 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 10 mL を除き，次のろ液 1 mL を正確に量り，pH6.8 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 20 mL とし，試料溶液とする．別にオキサプロジン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.028 g 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 1 mL を正確に量り，pH6.8 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，pH6.8 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により試験を行い，波長 285nm 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 80% 以上のときは適合とする．

オキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 720$$

W_S : オキサプロジン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のオキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) の表示量 (mg)

オキサプロジン標準品 オキサプロジン (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，オキサプロジン ($C_{18}H_{15}NO_3$) 99.0% 以上を含むもの．

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH6.8 無水リン酸水素二ナトリウム 1.42 g を水に溶かし，1000 mL とする．この液に，クエン酸一水和物 1.05 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加え，pH6.8 に調整する．

プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・フェノバルビタール 20mg錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 10mL 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 3mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，試料溶液とする．別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 150mg，フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 20mg，塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 20mg をそれぞれ精密に量り，試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，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法により試験を行い，試料溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa, ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa, ASb 及び ASc を測定する．

プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 30 分間の溶出率がそれぞれ 85% 以上，75% 以上及び 85% 以上のときは適合とする．

プロキシフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{Ca}$$

フェノバルビタール (C₁₂H₁₂N₂O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{Cb}$$

塩酸エフェドリン (C₁₀H₁₅NO · HCl) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{Cc}$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中のプロキシフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₃) の表示量 (mg)

C_b : 1 錠中のフェノバルビタール (C₁₂H₁₂N₂O₃) の表示量 (mg)

C_c : 1 錠中の塩酸エフェドリン (C₁₀H₁₅NO · HCl) 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 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマト

グラフ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 付近の一定温度

移動相：0.01mol/L オクタンスルホン酸ナトリウムのリン酸緩衝液(pH 2.2)
/メタノール混液(1:1)

流量：塩酸エフェドリンの保持時間が約 10 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール，塩酸エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールと塩酸エフェドリンの分離度は 4 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも 2.0%以下である。

リン酸緩衝液(pH 2.2)/メタノール混液(1:1) リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を適量の水に加えて溶かし，リン酸で pH2.2 に調整後，更に水を加えて 1000mL とする。この液をメタノール 1000mL と混合する。

プロキシフィリン標準品 プロキシフィリン(局外規)。ただし，乾燥したものを定量するとき，プロキシフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_3$) 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)。

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン(日局)。

プロキシフィリン 150mg・塩酸エフェドリン 20mg・フェノバルビタール 20mg
腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900mL を用い、溶出試験法第 2 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 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、リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 150mg、フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 20mg、塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 20mg をそれぞれ精密に量り、試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、リン酸緩衝液 (pH2.2) /メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し、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法により試験を行い、試料溶液のプロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa 、 ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa 、 ASb 及び ASc を測定する。

プロキシフィリン、フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 120 分間の溶出率がそれぞれ 5% 以下のときは適合とする。

プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{Ca}$$

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 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{Cb}$$

塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{Cc}$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

Ca : 1 錠中のプロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量 (mg)

Cb : 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)

Cc : 1 錠中の塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

〔pH6.8〕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) 900mL を用い、溶出試験法第 2 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 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，リン酸緩衝液 (pH2.2)/メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混合し，試料溶液とする．別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 150mg，フェノバルビタール標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 20mg，塩酸エフェドリン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 20mg をそれぞれ精密に量り，試験液を加えて溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，リン酸緩衝液 (pH2.2)/メタノール混液 (1:1) 5mL を正確に加えよく混和し，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法により試験を行い，試料溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ATa ， ATb 及び ATc 並びに標準溶液のプロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積 ASa ， ASb 及び ASc を測定する．

プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンの 45 分間の溶出率がそれぞれ 85% 以上，75% 以上及び 85% 以上のときは適合とする．

プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sa} \times \frac{ATa}{ASa} \times \frac{90}{C_a}$$

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 (%)

$$= W_{Sb} \times \frac{ATb}{ASb} \times \frac{90}{C_b}$$

塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{Sc} \times \frac{ATc}{ASc} \times \frac{90}{C_c}$$

W_{Sa} : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

W_{Sc} : 塩酸エフェドリン標準品の量 (mg)

C_a : 1 錠中のプロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) の表示量 (mg)

C_b : 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)

C_c : 1 錠中の塩酸エフェドリン ($C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 214 nm)

カラム : 内径 4.6 mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ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 付近の一定温度

移動相 : 0.01mol/L オクタンスルホン酸ナトリウムのリン酸緩衝液 (pH 2.2) /メタノール混液 (1:1)

流量 : 塩酸エフェドリンの保持時間が約 10 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，プロキシフィリン，フェノバルビタール，塩酸エフェドリンの順に溶出し，フェノバルビタールと塩酸エフェドリンの分離度は4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，プロキシフィリン，フェノバルビタール及び塩酸エフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は，いずれも2.0%以下である．

リン酸緩衝液 (pH 2.2) / メタノール混液 (1:1) リン酸水素二ナトリウム十二水和物 5.38g を適量の水に加えて溶かし，リン酸で pH2.2 に調整後，更に水を加えて 1000mL とする．この液をメタノール 1000mL と混合する．

プロキシフィリン標準品 プロキシフィリン (局外規)．ただし，乾燥したものを定量するとき，プロキシフィリン ($C_{10}H_{14}N_4O_3$) 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)．

塩酸エフェドリン標準品 塩酸エフェドリン (日局)．

臭化メペンゾラート 7.5 mg・フェノバルビタール 15 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 0.5 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 105 で 4 時間乾燥した臭化メペンゾラート標準品及び 105 で 2 時間乾燥したフェノバルビタール標準品それぞれ約 0.021 g を精密に量り，水に溶かした後，それぞれ正確に 200 mL 及び 100 mL とする．それぞれの液 4 mL ずつを正確に量り，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 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，それぞれの液の臭化メペンゾラートのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにフェノバルビタールのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する．

本品の 15 分間の臭化メペンゾラートの溶出率が 85 % 以上，フェノバルビタールの溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

臭化メペンゾラート ($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{BrNO}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S1} \times \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times \frac{1}{C_1} \times 36$$

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 (%)

$$= W_{S2} \times \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times \frac{1}{C_2} \times 72$$

W_{S1} : 臭化メペンゾラート標準品の量 (mg)

W_{S2} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

C_1 : 1 錠中の臭化メペンゾラート ($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{BrNO}_3$) の表示量 (mg)

C_2 : 1 錠中の 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 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：258 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 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム－水和物 14.0 g を水 1000 mL に溶かし，薄めた過塩素酸 (17 2000) を加えて，pH を 3.0 に調整する．この液 550mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 450 mL を加える．

流量：臭化メペンゾラートの保持時間が約 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 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，フェノバルビタール，臭化メペンゾラートの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，臭化メペンゾラート及びフェノバルビタールのピーク面積の相

対標準偏差はそれぞれ 1 %以下である .

臭化メペンゾラート標準品 臭化メペンゾラート (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 臭化メペンゾラート ($C_{21}H_{26}BrNO_3$) 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).

別添 2
標準製剤等について

有効成分名	剤型	含量	標準製剤	標準ロット	標準製剤提供者
ニフェジピン	徐放性カプセル剤	5mg	イマベリンLカプセル 5mg	A2A1	高田製薬(株)
		10mg	イマベリンLカプセル 10mg	ZXB1	
		15mg	イマベリンLカプセル 15mg	Z8D3	
ビロキシカム	錠剤	20mg	ビアテック錠	01N001	I.I.S.製薬(株)
	カプセル剤	10mg	バキソカプセル 10	GJ4571	富山化学工業(株)
		20mg	バキソカプセル 20	HC7341	
セファレキシ	徐放性顆粒剤	200mg/g	L-ケフレックス小児用顆粒	3003	塩野義製薬(株)
		500mg/g	L-ケフレックス顆粒	3014	
	錠剤	250mg	ラキシ錠	GJ5581	富山化学工業(株)
	カプセル剤	125mg	セセファリンカプセル 125	HG091	武田薬品工業(株)
		250mg	ケフレックスカプセル	3018	塩野義製薬(株)
	シロップ用剤	100mg/g	ケフレックスシロップ用細粒	3010	マルコ製薬(株)
		200mg/g	ケフレックスシロップ用細粒 200	3003	
		250mg/g	セファレキシントライシロップ 250「マルコ」	B320	
		500mg/g	オーレキシントライシロップ 500	2IB	太田製薬(株)
硫酸キノジ	錠剤	100mg	a：硫酸キノジン錠（日研）	55199A	日研化学(株)
			b：硫酸キノジン錠「ホイ」	088OAS	マルク・ホイ(株)
イプリフロ	細粒剤	400mg/g	オリコック細粒	04963	大洋薬品工業(株)
メフェナム酸	錠剤	250mg	ホントール錠 250mg	MA002	三共(株)
グルクロン酸アミド	末剤	1g/g	グロナミン	008082	住化ファイン(株)
メダセラム	細粒剤	10mg/g	ラムネース細粒	PGND02	東邦新薬(株)
	錠剤	2mg	レスミット錠 2	0001	塩野義製薬(株)
		5mg	レスミット錠 5	1003	
臭化ブチルスコラミン	錠剤	10mg	ブスコパン錠	186008	日本ベリンガーインゲルハイム(株)
塩化アンモニウム	錠剤	10mg	マイテラゼ	QE19	(株)アスウェル
スルピリド	細粒剤	100mg/g	トクマチール細粒 10%	1870	藤沢薬品工業(株)
			アピリット細粒 10%	CT080	住友製薬(株)
			ミラトール細粒 10%	11004	日本シエリング(株)
	500mg/g	トクマチール細粒 50%	5970	藤沢薬品工業(株)	
		アピリット細粒 50%	CS324	住友製薬(株)	
		ミラトール細粒 50%	12009	日本シエリング(株)	
カプセル剤	50mg	トクマチールカプセル	0630	藤沢薬品工業(株)	
ヘタメタゾン・d-メレイン酸クロルフェニラミン	錠剤	0.25mg・2mg	セスタミン錠	B006B	シエリング・プラウ(株)

塩酸クロラシチン	錠剤	10mg	フスタゾール糖衣錠	Y947	三菱ウェルファーマ(株)
塩酸ホミハシチン	錠剤	80mg	ルプロタン錠	189016	日本ベリンガーインゲルハイム(株)
ノスカピン	散剤	100mg/g	ナルコチン散「ホイ」	111OKS	メルク・ホイ(株)
	錠剤	30mg	ナルコチン錠 30	T2DD01	小林化工(株)
フェンジゾ酸クロラシチン	散剤	100mg/g	フスタゾール散 10%	Y298	三菱ウェルファーマ(株)
	錠剤	2.5mg	小児用フスタゾール錠	Y597	
リン酸ベンゾピロリン	錠剤	20mg	フラベリック錠	187017	ファイザー製薬(株)
ヒパソス酸チロピジン	散剤	110.7mg/g	アスベリン散	17030	田辺製薬(株)
	シロップ用剤	22.1mg/g	アスベリンドライシロップ	18015	
セラプロターゼ	腸溶性顆粒剤	10mg/g	ターゼン顆粒 1%	0158	武田薬品工業(株)
	腸溶性錠剤	5mg	ターゼン 5mg 錠	0370	
		10mg	ターゼン 10mg 錠	0495	
臭化プロパントリン	錠剤	15mg	プロパントリン	3712	ファルマシア(株)
酢酸コルチゾン	錠剤	25mg	コートン錠	1AB04M	萬有製薬(株)
トリアミノロン	錠剤	4mg	レタコート錠 4mg	317-1	日本ワイスターリー(株)
オキサロジン	錠剤	100mg	アルホ 100	010H1	大正製薬(株)
		200mg	アルホ 200	020H1	
プロキシフィン・塩酸エフェドリン・フェバルピタル	錠剤	150mg・20mg・20mg	アストモリジンM錠	20201	マルホ(株)
	腸溶性錠剤	150mg・20mg・20mg	アストモリジンD錠	12211	
臭化メソソラート・フェバルピタル	錠剤	7.5mg・15mg	トランコロンP錠	0920	藤沢薬品工業(株)

別添 3

標準的な溶出試験条件について

有効成分名	剤型	含量	試験液 (pH)	回転数 (rpm)	整理番号	
ニフェジピン	徐放性カプセル剤	5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	29123	
		10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	29124	
		15mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	29125	
ピロキシカム	錠剤	20mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4116A	
	カプセル剤	10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4116B	
		20mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4116C	
セファレキシム	徐放性顆粒剤	200mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123A	
		500mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123B	
	錠剤	250mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123C	
	カプセル剤	125mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123E	
		250mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123F	
	シロップ用剤	100mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123G	
		200mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123H	
		250mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123I	
		500mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4123J	
硫酸キニジン	錠剤	100mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4130A	
イプリフラボン	細粒剤	400mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水 (2% ラウリル硫酸ナトリウム 添加)	75	4135A	
メフェナム酸	錠剤	250mg	1.2, 6.8, 8.0, 水	50	4221C	
グルクロン酸アミド	末剤	1g/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4319A	
メグゼラム	細粒剤	10mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4417A	
		錠剤	2mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4417B
		5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4417C	
臭化プロピルスコラミン	錠剤	10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4506A	
塩化アンピロニウム	錠剤	10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4701A	
スルピリド	細粒剤	100mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4617A	
		500mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4617B	
	カプセル剤	50mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4617F	
ヘタメゾン・ d-メレイン酸クロルフェニラミン	錠剤	0.25mg・ 2mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4713A	
塩酸クオエラスチン	錠剤	10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4801A	
塩酸ホミパム	錠剤	80mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4802A	
ノスカピン	散剤	100mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4804A	
	錠剤	30mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4804B	
フェンジゾ酸クオエラスチン	散剤	100mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4805A	
	錠剤	2.5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4805B	
リン酸ベンゾピリン	錠剤	20mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4807A	
ヒパソス酸チロピジン	散剤	110.7mg/ g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4808A	
	シロップ用剤	22.1mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4808B	

セラプロターゼ	腸溶性顆粒剤	10mg/g	1.2, 6.0, 6.8, 水	50	4809A
	腸溶性錠剤	5mg	1.2, 6.0, 6.8, 水	50	4809B
		10mg	1.2, 6.0, 6.8, 水	50	4809C
臭化プロパントリン	錠剤	15mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4810A
酢酸コルチゾン	錠剤	25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水 (0.3% ラウリル硫酸ナトリウム 添加)	75	4811A
トリアミノロン	錠剤	4mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	100	4812A
オキサロジン	錠剤	100mg	1.2, 4.0, 6.8**, 水	50	4813A
		200mg	1.2, 4.0, 6.8**, 水	50	4813B
プロキシフィリン・塩酸エドリン・フェバルピタル	錠剤	150mg・ 20mg・ 20mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4816A
	腸溶性錠剤	150mg・ 20mg・ 20mg	1.2, 6.0, 6.8, 水	50	4816B
臭化メソラート・フェバルピタル	錠剤	7.5mg・ 15mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	4817A

装置：日本薬局方一般試験法溶出試験法第2法（パドル法）

試験液 次の試験液 900mL を適当な方法で脱気して用いる。

pH1.2：日本薬局方崩壊試験の第1液

pH4.0：酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液（0.05mol/L）

pH6.8：日本薬局方試薬・試液のリン酸塩緩衝液（1 2）

pH6.8**：pH6.8 に調整した薄めた McIlvaine の緩衝液（0.01mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.005mol/L ケン酸を用いて pH を調整）

水：日本薬局方精製水

以上、試験液及び回転数以外の溶出試験の詳細については、平成 10 年 7 月 15 日医薬審第 595 号厚生省医薬安全局審査管理課長通知「医療用医薬品の品質に係る再評価の実施手順等について」を参照すること。



事務連絡
平成15年8月5日

各都道府県衛生主管部（局） 御中

厚生労働省医薬食品局審査管理課

医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等の訂正について

平成15年1月31日医薬審発第0131001号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験（案）等について」により示された公的溶出試験（案）のうち、ニフェジピン製剤については、検討の結果、一部不相当であることが判明したため、現行案については廃止し今後別途通知することとしましたので、同通知の一部を下記により訂正方ご配慮下さいますようお願い致します。

なお、当該製剤に係る公的溶出試験（案）及び溶出試験一変申請の期限については、再度検討の上、改めて通知することとします。

記

1. 別紙の1行目、「ニフェジピン(5mg 徐放カプセル、10mg 徐放カプセル、15mg 徐放カプセル)」を削除
2. 別添1のうち、ニフェジピン5mg 徐放カプセル、同10mg 徐放カプセル、同15mg 徐放カプセルに係る公的溶出試験（案）を削除
3. 別添2及び別添3の表中、ニフェジピンに係る欄を削除