

○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15年1月31日)

(医薬審発第0131007号)

(各都道府県衛生主管部(局)長あて厚生労働省医薬局審査管理課長通知)

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

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)
フェンジソ酸クロペラスチン(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。)

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0.45μm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 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。

ピロキシカム($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S : 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10mg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、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、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251nm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($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)= $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 45$

W_S : 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($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)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20mg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、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251nm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($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)= $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 45$

W_S : 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($C_{15}H_{13}N_3O_4S$)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。

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50mL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 A_T 及び A_S 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(%)= $W_S \times (A_T/A_S) \times f \times (900/120) \times (1/C) \times 100$

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50mL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 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。

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(%)= $W_S \times (A_T/A_S) \times f \times (900/40) \times (1/C) \times 100$

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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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 $0.5\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL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 A_T 及び A_S 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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times f \times (900 / 120) \times (1 / C) \times 100$

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 $0.5\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加えて正確に50mL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 A_T 及び A_S 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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times f \times (900 / 40) \times (1 / C) \times 100$

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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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 $0.45\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約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、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 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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 1125$

W_S : 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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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 $0.45\mu m$ 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、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 A_T 及び A_S 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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (45 / 8) \times 100$

W_S : 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0.5μm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 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。

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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times f \times (900 / 80) \times (1 / C) \times 100$

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0.5μm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 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。

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(%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times f \times (900 / 80) \times (1 / C) \times 100$

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0.5μm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 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。

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(%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times f \times (900 / 80) \times (1 / C) \times 100$

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0.45μm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 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。

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(%) = $(W_S / W_T) \times f \times (A_T / A_S) \times (1125 / C)$

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

セファレキシシン標準品 日局セファレキシシン標準品

セファレキシシン500mg/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シン約0.25g (力価) に対応する量を精密に量り、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、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシシン標準品約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、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 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。

セファレキシシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量に対する溶出率 (%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (45 / 4) \times (1 / C) \times 100$

W_S : セファレキシシン標準品の量 [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 : 1g中のセファレキシシン ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$) の表示量 [mg (力価)]

セファレキシシン標準品 セファレキシシン標準品 (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 (%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 360$

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50mLとする。この液10mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50mL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う。試料溶液及び標準溶液の波長347nm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 (%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 360$

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。

イブuprofen 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。別にイブuprofen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、水に対照とし、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(%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$

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)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0.5 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、試験液を加えて正確に100mL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(V)〕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50mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、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($C_{15}H_{15}NO_2$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (90/25)$

W_S : 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、1000mLとする。この液にクエン酸一水和物5.3gを水に溶かして1000mL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1g/g末

溶出試験 本品約1g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により試験を行い、波長225nm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($C_6H_{11}NO_6$)の表示量に対する溶出率(%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$

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 : 1g中のグロナミン($C_6H_{11}NO_6$)の表示量(g)

グルクロン酸アミド標準品 $C_6H_{11}NO_6$: 193.15 β -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」100gに水150mL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33mL及びメタノール60mLで洗う。次に析出した結晶にメタノール160mL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30mL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)1mLにナフトレゾルシンカルボン酸バリウム0.01g及び塩酸2.5mL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)2mL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)1mLに塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7→50)1mL及び水酸化ナトリウム試液1mLを加え、水浴中で2分間加熱し、冷後、希塩酸0.5mL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0.10gに水酸化ナトリウム試液5mL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0.1gをとり、水を加えて溶かし、100mL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: 210nm)

カラム: 内径7.8mm、長さ25cmのステンレス管に8mm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0.65mL/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1mLをとり、移動相を加えて正確に100mLとし、試験溶液Aとする。この液5μL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 5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとし、試験溶液Bとする。試験溶液B 5mL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5μL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0.04g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。

0.005mol/L硫酸1mL=1.9315mgC₆H₁₁N₆

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0.45μm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、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20μL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(C₁₆H₁₅ClN₂)の表示量に対する溶出率(%)=(W_S/W_T)×(A_T/A_S)×(1/C)×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(C₁₆H₁₅ClN₂)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5μm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20μL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20μL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(C₁₆H₁₅ClN₂)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0.45μm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20μL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(C₁₆H₁₅ClN₂)の表示量に対する溶出率(%)=W_S×(A_T/A_S)×(1/C)×9

W_S:メダゼパム標準品の量(mg)

C:1錠中のメダゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂)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5μm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／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（%）= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (45 / 2)$

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℃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0.020gを精密に量り、水に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 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（%）= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

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：220nm）

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：ラウリル硫酸ナトリウム1.0gを水350mL及びメタノール650mLに溶かした後、リン酸を加えてpH3.0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。

塩化アンペノニウム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。別に塩化アンペノニウム標準品(別途、「塩化アンペノニウム」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、塩化アンペノニウムのピーク面積 A_T 及び A_S 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。

塩化アンペノニウム($C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$

W_S ：乾燥物に換算した塩化アンペノニウム標準品の量(mg)

C ：1錠中の塩化アンペノニウム($C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$)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：塩化アンペ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、塩化アンペ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、塩化アンペ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。

塩化アンペノニウム標準品 塩化アンペノニウム(日局)。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩化アンペノニウム($C_{28}H_{42}C_{14}N_4O_2$) 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(%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (900 / C)$

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℃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(%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (900/C)$

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℃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(%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (225/C)$

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0.25mg・d-マレイン酸クロルフェニラミン2mg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(v)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200mL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25mLとする。これらの液10mLずつをそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとして標準溶液とする。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(%) = $W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times (9/10)$

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(%) = $W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times (36/5)$

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: 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℃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17.84gを水800mLに溶かし、メタノール1200mLを加え、薄めたリン酸(3→10)でpH3.9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3.5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100 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、ベタメタゾンの順に溶出し、その分離度は10以上である。また、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100 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2.0%以下である。

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

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80mg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0.5 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。別に塩酸ホミノベン標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.018gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 450$

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: 220nm)

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: リン酸二水素カリウム5.4gに水2000mL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3000mL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(%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 900$

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

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0.1g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(%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90 \times 0.565$

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(%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18 \times 0.565$

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10μL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10μL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0.45μm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20μL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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 68.353$

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5μm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20μL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20μL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。

ヒベンズ酸チペピジン110.7mg/g散

溶出試験 本品約0.2g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以上をとり、孔径0.5μm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、水を加えて正確に20mL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(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、その約0.024gを精密に量り、薄めたエタノール(3→4)15mL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20mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液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286nm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(%) = $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

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110.7mg/g散の秤取量(g)

C ：1g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。

ヒベンズ酸チペピジン22.1mg/gドライシロップ

溶出試験 本品約1g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以上をとり、孔径0.5μm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、水を加えて正確に20mL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(V)を乾燥剤として60℃で3時間減圧乾燥し、その約0.024gを精密に量り、薄めたエタノール(3→4)15mL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20mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液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286nm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(%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$

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22.1mg/gドライシロップの秤取量(g)

C: 1g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0.45μm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(%) = $(W_S/W_T) \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1/C) \times 45$

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0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、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(%) = $(W_S/W_T) \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1/C) \times 45$

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。

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

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0.45μm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(%) = $W_S \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1 / C) \times (45 / 2)$

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0.45μm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(%) = $W_S \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1 / C) \times (45 / 2)$

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。

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

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0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、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(%) = $W_S \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1 / C) \times 45$

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0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、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(%) = $W_S \times P \times ((F_T - F_B) / (F_S - F_B)) \times (1 / C) \times 45$

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。

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

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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 72$

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3gに水を加えて溶かし、1000mLとした液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5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム3gに水を加えて溶かし、1000mLとした液を加えて正確に10mL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0.028gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウム3gに水を加えて溶かし、1000mLとした液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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70%以上のときは適合とする。

酢酸コルチゾン($C_{23}H_{30}O_6$)の表示量に対する溶出率(%) = $(A_T / A_S) \times W_S \times (18 / 5)$

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($C_{23}H_{30}O_6$)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(V)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(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 18$

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：トリウ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、トリウ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、トリウ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。

トリウムシノロン標準品 トリウムシノロン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリウムシノロン(C₂₁H₂₇F₀₆)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2mL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20mL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0.028g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1mL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50mL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(C₁₈H₁₅NO₃)の表示量に対する溶出率(%)=W_S×(A_T/A_S)×(1/C)×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(C₁₈H₁₅NO₃)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(C₁₈H₁₅NO₃)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1.42gを水に溶かし、1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物1.05gを水に溶かして1000mL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1mL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20mL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0.028g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1mL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50mL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(C₁₈H₁₅NO₃)の表示量に対する溶出率(%)=W_S×(A_T/A_S)×(1/C)×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(C₁₈H₁₅NO₃)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(C₁₈H₁₅NO₃)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1.42gを水に溶かし、1000mLとする。この液に、クエン酸一水和物1.05gを水に溶かして1000mL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を正確に加えてよく混和し、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。