

○日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

(平成16年9月7日)  
(薬食発第0907002号)

(各都道府県知事あて厚生労働省医薬食品局長通知)

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成13年12月25日医薬発第1411号厚生労働省医薬局長通知により定めたところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を(別添1)としてとりまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

なお、フマル酸ピソプロロール錠標準品及びセファレキシン徐放顆粒溶出試験については、(別添2)のとおり差し替えるので、併せて御留意願いたい。

別添1

フマル酸ケトチフェンカプセル  
Ketotifen Fumarate Capsules

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(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ 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V $\mu$ Lを正確に量り、表示量に従い1mL中にフマル酸ケトチフェン(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS $\cdot$ C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約1.5 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.015gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mL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50 $\mu$ 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、それぞれの液のケトチフェンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フマル酸ケトチフェン(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS $\cdot$ C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

W<sub>S</sub>: フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

C: 1カプセル中のフマル酸ケトチフェン(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS $\cdot$ C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 299nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: 1—ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.5gを水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(700:300:1)1000mLに溶かした液にリン酸を加え、pH3.0に調整する。

流量: ケトチフェンの保持時間が約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50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ケトチフェ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50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ケトチフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1.38mg	30分	80%以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン(日局)。

フマル酸ケトチフェンドライシロップ  
Ketotifen Fumarate Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いフマル酸ケトチフェン(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS $\cdot$ C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)約0.55mg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(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ 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、次のろ液を試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.024g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とする。更にこの液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 $\mu$ 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、それぞれの液のケトチフェンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フマル酸ケトチフェン(C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS $\cdot$ C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 4)$

W<sub>S</sub>: フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

W<sub>T</sub> : フマル酸ケトチフェンドライシロップの秤取量 (g)  
 C : 1g中のフマル酸ケトチフェン (C<sub>19</sub>H<sub>19</sub>NOS · C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 299nm)  
 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 : 40℃付近の一定温度  
 移動相 : 1—ヘプタンスルホン酸ナトリウム0.5gを水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (700 : 300 : 1) 1000mLに溶かした液にリン酸を加え, pH3.0に調整する。  
 流量 : ケトチフェンの保持時間が約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50μLにつき, 上記の条件で操作するとき, ケトチフェ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50μLにつき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, ケトチフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1.38mg/g	15分	85%以上

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン (日局)。

セフテラムピボキシル細粒  
 Cefteram Pivoxil Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフテラムピボキシル約100mg (力価) に対応する量を精密に量り, 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。溶出試験を開始し, 規定時間後, 溶出液20mL以上をとり, 孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き, 次のろ液5mLを正確に量り, 崩壊試験法の第1液を加えて正確に25mLとし, 試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品約22mg (力価) に対応する量を精密に量り, メタノール20mLに溶かした後, 崩壊試験法の第1液を加えて正確に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につき, 崩壊試験法の第1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300nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率 (%) = (W<sub>S</sub>/W<sub>T</sub>) × (A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>) × (1/C) × 450

W<sub>S</sub> : セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品の量 [mg (力価)]

W<sub>T</sub> : セフテラムピボキシル細粒の秤取量 (g)

C : 1g中のセフテラムピボキシルの表示量 [mg (力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg (力価) / g	15分	80%以上

セフテラムピボキシル錠  
 Cefteram Pivoxil Tablets

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75回転で試験を行う。溶出試験を開始し, 規定時間後, 溶出液20mL以上をとり, 孔径0.45μm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V mLを正確に量り, 表示量に従い1mL中にセフテラムピボキシル約22μg (力価) を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし, 試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品約22mg (力価) に対応する量を精密に量り, メタノール20mLに溶かした後, 水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り, 水を加えて正確に100mLとし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき, 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<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

セフテラムピボキシルの表示量に対する溶出率 (%) = W<sub>S</sub> × (A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>) × (V' / V) × (1/C) × 90

W<sub>S</sub> : セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸標準品の量 [mg (力価)]

C : 1錠中のセフテラムピボキシルの表示量 [mg (力価)]

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg (力価)	30分	80%以上

100mg(力価)	30分	75%以上
-----------	-----	-------

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散

Diisopropylamine Dichloroacetate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )約0.02g 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品をシリカゲルを乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約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、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6mLずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれに酢酸(100)6mLを加えた後、40~60 $^{\circ}$ Cの水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1 $\rightarrow$ 2)6mLを加えて振り混ぜ、5分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 2)15mLを加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン6mLを正確に加え、栓をして10秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水6mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長235nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

$W_S$ : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

$W_T$ : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン散の秤取量(g)

$C$ : 1g中のジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	85%以上

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品 「ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン錠

Diisopropylamine Dichloroacetate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )約22 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確に $V'$  mLとし、試料溶液とする。別にジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品をシリカゲルを乾燥剤として3時間減圧乾燥し、その約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、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6mLずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、それぞれ酢酸(100)6mLを加えた後、40~60 $^{\circ}$ Cの水浴中で亜硝酸ナトリウム溶液(1 $\rightarrow$ 2)6mLを加えて振り混ぜ、5分間放置する。水で冷却しながら水酸化カリウム溶液(1 $\rightarrow$ 2)15mLを加えて振り混ぜ、更に数分間冷却した後、発生した気体を吸引除去する。次にシクロヘキサン6mLを正確に加え、栓をして10秒間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。これらの液の上澄液につき、水6mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長235nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 90$

$W_S$ : ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品の量(mg)

$C$ : 1錠中のジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ )の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
20mg	30分	80%以上

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン標準品 「ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン( $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの。

臭化水素酸デキストロメトルファン散

Dextromethorphan Hydrobromide Powder

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )約

0.015g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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品0.2gにつき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約0.017gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、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50μL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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.051$

$W_S$ : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

$W_T$ : 臭化水素酸デキストロメトルファン散の秤取量(g)

$C$ : 1g中の臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 278nm)

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シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25°C付近の一定温度

移動相: リン酸4.90g及びジ-n-ブチルアミン6.46gを水800mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液850mLにメタノール150mLを加える。

流量: デキストロメトルファンの保持時間が約11分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、デキストロメトルファンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	85%以上

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$ )99.0%以上を含むもの。

ジ-n-ブチルアミン ( $C_4H_9$ )<sub>2</sub>NH: 129.24

性状 無色澄明の液体

密度(20°C) 0.756~0.761g/mL

臭化水素酸デキストロメトルファン細粒

Dextromethorphan Hydrobromide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )約0.015g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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品0.2gにつき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約0.017gを精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、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50μL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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.051$

$W_S$ : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

$W_T$ : 臭化水素酸デキストロメトルファン細粒の秤取量(g)

$C$ : 1g中の臭化水素酸デキストロメトルファン( $C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 278nm)

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シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25°C付近の一定温度

移動相：リン酸4.90g及びジ—n—ブチルアミン6.46gを水800mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液850mLにメタノール150mLを加える。

流量：デキストロメトルファン<sub>2</sub>の保持時間が約11分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、デキストロメトルファン<sub>2</sub>のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、デキストロメトルファン<sub>2</sub>のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	80%以上

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化水素酸デキストロメトルファン(C<sub>18</sub>H<sub>25</sub>NO·HBr)99.0%以上を含むもの。

ジ—n—ブチルアミン (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>)<sub>2</sub>NH : 129.24

性状 無色澄明の液体

密度(20°C) 0.756~0.761g/mL

塩酸スルトプリド細粒

Sultopride Hydrochloride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いスルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)約0.2g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。溶出試験を開始し、規定時間後、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5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別に塩酸スルトプリド標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.03g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288nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量に対する溶出率(%) = (W<sub>S</sub>/W<sub>T</sub>) × (A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>) × (1/C) × 720 × 0.907

W<sub>S</sub> : 塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

W<sub>T</sub> : 塩酸スルトプリド細粒の秤取量(g)

C : 1g中のスルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
500mg/g	30分	70%以上

\* スルトプリドとして

塩酸スルトプリド標準品 「塩酸スルトプリド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸スルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S·HCl)99.0%以上を含むもの。

塩酸スルトプリド錠

Sultopride Hydrochloride Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にスルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)約56 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別に塩酸スルトプリド標準品を105°Cで2時間乾燥し、その約0.03g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288nmにおける吸光度A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

スルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量に対する溶出率(%) = W<sub>S</sub> × (A<sub>T</sub>/A<sub>S</sub>) × (V' / V) × (1/C) × 180 × 0.907

W<sub>S</sub> : 塩酸スルトプリド標準品の量(mg)

C : 1錠中のスルトプリド(C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率

50mg	30分	80%以上
100mg	30分	85%以上
200mg	30分	75%以上

\* スルトプリドとして  
塩酸スルトプリド標準品 「塩酸スルトプリド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸スルトプリド( $C_{17}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの。

フルオキシメステロン錠  
Fluoxymesterone Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフルオキシメステロン( $C_{20}H_{29}FO_3$ )約2.2 $\mu$ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にフルオキシメステロン標準品を105°Cで3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、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50 $\mu$ 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、それぞれの液のフルオキシメステロンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フルオキシメステロン( $C_{20}H_{29}FO_3$ )の表示量に対する溶出率(%) =  $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 9$

$W_S$ : フルオキシメステロン標準品の量(mg)

$C$ : 1錠中のフルオキシメステロン( $C_{20}H_{29}FO_3$ )の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 244nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25°C付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液(1:1)

流量: フルオキシメステロンの保持時間が約7分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルオキシメステ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3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルオキシメステロンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格