

フロプロピオン 40mg カプセル

溶出性 (6.10) 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法 (ただし、シンカーを用いる) により毎分 100 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 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 1mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 4mL を正確に加えて、試料溶液とする。別にフロプロピオン標準品 (あらかじめ水分 (2.48) を測定しておく) 約 22mg 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 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 284nm 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。

フロプロピオン ($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$$

W_s : 脱水物に換算したフロプロピオン標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のフロプロピオン ($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$) の表示量 (mg)

フロプロピオン標準品 定量用フロプロピオン (日局)。

クロルフェニラミンマレイン酸塩 3 mg/g・サリチルアミド 270 mg/g・アセトアミノフェン 150 mg/g・無水カフェイン 30 mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品 1 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 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、次のろ液を試料溶液(1)とする。試料溶液(1)の 15 容量を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 容量を正確に加えたものを試料溶液(2)とする。

本品の 15 分間の溶出率が以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 16.7 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100 mL とする。この液 15 容量を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 容量を正確に加えたものを標準溶液とする。試料溶液(2)及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
= $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 18$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 225nm)

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

カラム温度: 40°C 付近の一定温度。

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (1→500)
/アセトニトリル混液 (7:3)

流量: クロルフェニ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 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

別に、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 16.7 mg を精密に量り、試

験液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30 mg 及び 105°C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 16.7 mg を精密に量り、試験液約 50 mL に溶かした後、標準原液 20 mL を正確に加え、更に試験液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のサリチルアミド、アセトアミノフェン及び無水カフェインのピーク面積 A_{Ta} 、 A_{Tb} 及び A_{Tc} 並びに A_{Sa} 、 A_{Sb} 及び A_{Sc} を測定する。

本品の 15 分間の溶出率がそれぞれ 80% 以上、80% 以上及び 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 900$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 900$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 180$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

W_{Sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量 (mg)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量 (mg)

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径 3.9mm、長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度。

移動相：水/メタノール/酢酸(100)混液(88 : 11 : 1)

流量：無水カフェインの保持時間が、約 13 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、アセトアミノフェン、サリチルアミド及び無水カフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。また、それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及び無水カフェインのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 (日局).

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上含むもの.

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン標準品 (日局).

無水カフェイン標準品 無水カフェイン (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上含むもの.

クロルフェニラミンマレイン酸塩 3 mg/g・サリチルアミド 270 mg/g・アセトアミノフェン 150 mg/g・無水カフェイン 30 mg/g 顆粒

溶出性 (6.10) 本品約 1 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後及び 45 分後に溶出液 30 mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 °C に加温した水 30 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次の液を試料溶液 (1) 及び試料溶液 (2) とし、試料溶液 (1) 15 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加えた液を試料溶液 (3) とする。

本品の 15 分間及び 45 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 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 とした液 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液 (3) 及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 $A_{T(3)}$ 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。

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

$$= (W_S / W_T) \times (A_{T(3)} / A_S) \times (1 / C) \times 18$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩 ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 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°C 付近の一定温度

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (2→1000) / アセトニトリル (7:3)

流量: クロルフェニ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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

別に、無水カフェイン標準品を 80°C で 4 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30mg 及び 105°C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を精密に量り、水約 50mL に溶かした後、標準原液 20 mL 及び水を加え、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 (1)、試料溶液 (2) 及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{Ta(1)}$ 、 $A_{Ta(2)}$ 及び A_{Sa} 、アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{Tb(1)}$ 、 $A_{Tb(2)}$ 及び A_{Sb} 、並びにカフェインのピーク面積 $A_{Tc(1)}$ 、 $A_{Tc(2)}$ 及び A_{Sc} を測定する。

本品の 45 分間のサリチルアミドの溶出率、アセトアミノフェンの溶出率及び無水カフェインの溶出率がそれぞれ 70%、80% 及び 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times \{(A_{Ta(1)}/A_{Sa}) \times (1/30) + (A_{Ta(2)}/A_{Sa})\} \times (1/C_a) \times 900$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times \{(A_{Tb(1)}/A_{Sb}) \times (1/30) + (A_{Tb(2)}/A_{Sb})\} \times (1/C_b) \times 900$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sc}/W_T) \times \{(A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/30) + (A_{Tc(2)}/A_{Sc})\} \times (1/C_c) \times 180$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

W_{Sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 270 nm)

カラム : 内径 3.9 mm, 長さ 15 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°C 付近の一定温度。

移動相 : 水/メタノール/酢酸 (100) 混液 (88 : 11 : 1)

流量 : カフェインの保持時間が、約 13 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、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。

また、それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインのピーク面積の相対標準偏差は、それぞれ 1.5% 以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロルフェニラミンマレイン酸塩 ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 99.0% 以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド ($\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$) 99.0% 以上含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセトアミノフェン ($\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$) 99.0% 以上含むもの。

無水カフェイン標準品 無水カフェイン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、無水カフェイン ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2$) 99.0% 以上含むもの。

クロルフェニラミンマレイン酸塩 0.5 mg/g・サリチルアミド 45 mg/g・アセトアミノフェン 25 mg/g・無水カフェイン 5 mg/g 顆粒

溶出性〈6.10〉 本品約 2 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後に溶出液 30 mL 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 10 mL を除き、次の液を試料溶液 (1) とし、試料溶液 (1) 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加えた液を試料溶液 (2) とする。

本品の 15 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 300 mL とした液 15 mL を正確にとり、1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液 (2) 及び標準溶液 150 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 $A_{T(2)}$ 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。

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

$$= (W_S/W_T) \times (A_{T(2)}/A_S) \times (1/C) \times 6$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 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 °C 付近の一定温度

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (2→1000) / アセトニトリル (7:3)

流量: クロルフェニ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 150 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 150 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

別に、無水カフェイン標準品を 80 °C で 4 時間乾燥し、その約 17 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30 mg 及び 105 °C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17 mg を精密に量り、水約 50 mL に溶かした後、標準原液 20 mL 及び水を加え、正確に 300 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 (1) 及び標準溶液 30 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{Ta(1)}$ 及び A_{Sa} 、アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{Tb(1)}$ 及び A_{Sb} 、並びにカフェインのピーク面積 $A_{Tc(1)}$ 及び A_{Sc} を測定する

本品の 15 分間のサリチルアミドの溶出率、アセトアミノフェンの溶出率及び無水カフェインの溶出率がそれぞれ 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta(1)}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 300$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb(1)}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 300$$

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 60$$

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

W_{Sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

W_T : クロルフェニラミンマレイン酸塩・サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン顆粒の秤取量 (g)

C_a : 1g 中のサリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_b : 1g 中のアセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量 (mg/g)

C_c : 1g 中の無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量 (mg/g)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 270 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 10 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: 40 °C 付近の一定温度。

移動相: 水/メタノール/酢酸 (100) 混液 (88:11:1)

流量: カフェインの保持時間が、約 13 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 30 μL につき、上記の条件で操作するとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。また、それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 30 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及びカフェインのピーク面積の相対標準偏差は、そ

れぞれ 1.5%以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品規格「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)99.0%以上含むもの。

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上含むもの。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 20mg 腸溶錠 (a)

溶出性 (6.10) [pH1.2] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第1液 900mL を用い、パドル法により毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始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し、初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約 22mg を正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第1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(2.24)により試験を行い、波長 259nm 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5%以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 90 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

[pH6.8] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により毎分75回転で試験を行う。溶出試験を開始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し、初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約 22mg を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第2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(2.24)により試験を行い、波長 259nm 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。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 90 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

アデノシン三リン酸二ナトリウム 20mg 腸溶錠 (b)

溶出性 (6.10) [pH1.2] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第1液 900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始120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、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約 22 mgを精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に 20 mLとする。この液 2 mLを正確に量り、溶出試験第1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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 259 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の120分間における溶出率が5%以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.098$$

W_s : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

[pH6.8] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液 900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始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、次のろ液を試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品(別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約 22 mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に 20 mLとする。この液 2 mLを正確に量り、溶出試験第2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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長 259 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間における溶出率が85%以上のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90 \times 1.098$$

W_s : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 60mg 腸溶錠

溶出性 (6.10) [p H1.2] 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 1 液 900mL を用い、パドル法により毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 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 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液 4mL を正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 (別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 22mg を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 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 (2.24) により試験を行い、波長 259nm 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 5% 以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

[p H6.8] 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 液 900mL を用い、パドル法により毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 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 2mL を正確に量り、溶出試験第 2 液 4mL を正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 (別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 約 22mg を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第 2 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 (2.24) により試験を行い、波長 259nm 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 85% 以上のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 270 \times 1.098$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のアデノシン三リン酸二ナトリウム水和物 ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物標準品 日本薬局方外医薬品規格「アデノシン三リン酸二ナトリウム水和物」。

ロメリジン塩酸塩 5mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にロメリジン塩酸塩標準品約 28mg 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 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、ロメリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 10 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合する。

ロメリジン塩酸塩 ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (18 / 5)$$

W_S : ロメリジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 225 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 50°C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 2.5 に調整する。この液 250mL をとり、メタノール 750 mL を加える。

流量 : ロメリジンの保持時間が約 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ロメリジ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 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

ロメリジン塩酸塩標準品 $\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$: 541.46

1-[Bis(4-fluorophenyl)methyl]-4-(2,3,4-trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride で、下記の規格に適合するもの。

本品は、乾燥したものを定量するとき、ロメリジン塩酸塩 ($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{F}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$: 541.46) を 99.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、無水酢酸又は水に溶けにくい。

融点 : 約 209°C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え、加熱するとき、発生するガスはフッ化物の定性反応〈1.09〉を呈する。

- (2) 本品のメタノール溶液 (1 → 4000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、263 ~ 267 nm 及び 270 ~ 274 nm に極大の吸収を示す。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 → 2000) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.50 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のロメリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメリジンのピーク面積の 7/10 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：265 nm)

カラム：内径 4.0 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50°C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5 g を水に溶かし 1000 mL とした液に、リン酸を加えて pH 2.5 に調整する。この液 250 mL にメタノール 750 mL を加える。

流量：ロメリジンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメリジンの保持時間の約 2 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μ L から得たロメリジンのピークの高さがフルスケールの約 20% になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロメリジ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、0.4 ~ 1.2 である。

システムの再現性：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

- (3) アセトニトリル 本品 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。アセトニトリル 6 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 0.5 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める (50 ppm 以下)。

$$\text{アセトニトリルの量 (ppm)} = W_T \times (Q_T / Q_S) \times 6 \times 0.782$$

Wt : 試料の秤取量 (g)

0.782 : アセトニトリルの密度 (g/mL)

内標準溶液 ドデカンの *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (1→100000).

試験条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 0.5 ~ 0.8 mm, 長さ 30 ~ 60 m のガラス管にガスクロマトグラフィ用エチレングリコールポリマーを膜厚 1.0 μm で被覆する.

カラム温度 : 100°C 付近の一定温度

注入部温度 : 140°C 付近の一定温度

検出器温度 : 220°C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : アセトニトリルの保持時間が約 5 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 3 μL につき, 上記の条件で操作するとき, アセトニトリルと内標準物質の分離度は, 半値幅法で 8.5 以上である. アセトニトリルのピークの理論段数及びテーリング係数は, それぞれ 9100 段以上, 0.9 ~ 2.4 である.

システムの再現性 : 標準溶液 3 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積比の相対標準偏差は 10.0% 以下である.

乾燥減量 <2.41> 1.0% 以下 (1 g, 減圧, 室温, 3 時間).

強熱残分 <2.44> 0.05% 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 無水酢酸 100 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.07 mg $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$

ドデカン $CH_3 (CH_2)_{10} CH_3$ 無色澄明の液体である.

密度 <2.56> (20°C) 0.749 g/mL

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 135mg/g 細粒

溶出性〈6.10〉 本品約 0.1g を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始 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、溶出試験第 1 液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にプロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 15mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第 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、溶出試験第 1 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 249nm 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 70%以上のときは適合とする。

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$

W_S : プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のプロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) の表示量 (mg)

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「プロメタジンメチレンジサリチル酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) 99.0%以上を含むもの。

レボチロキシンナトリウム水和物 0.1mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、溶出液 5mL 以上をとり、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にレボチロキシン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 4 時間減圧乾燥し、その約 27mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のレボチロキシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

レボチロキシンナトリウム ($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/25) \times 1.0283$$

W_S : レボチロキシン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のレボチロキシンナトリウム ($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 223nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 35℃付近の一定温度

移動相: メタノール/水/リン酸混液 (1200: 800: 1)

流量: レボチロキシンの保持時間が約 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 200 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レボチロキシ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、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 200 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、レボチロキシンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である。

レボチロキシン標準品 [USP30]