

塩酸アンブロキソール 15mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 約 15mg 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 $0.5 \mu m$ 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、 $0.02mol/L$ 塩酸試液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキソール標準品を $105^{\circ}C$ で 4 時間乾燥し、その約 $0.033 g$ 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、 $0.02mol/L$ 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 $50 \mu L$ 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、塩酸アンブロキソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸アンブロキソール標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸アンブロキソール細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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： $0.005mol/L$ 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 / アセトニトリル混液 (7:3)

流量：塩酸アンブロキソールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 $50 \mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキソールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、塩酸アンブロキソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキソール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 99.0% 以上を含むもの。

$0.005mol/L$ 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸 (100) 3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする。

塩酸アンブロキソール 30mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 約 15mg 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 $0.5 \mu m$ 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、 $0.02mol/L$ 塩酸試液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキソール標準品を $105^{\circ}C$ で 4 時間乾燥し、その約 $0.033 g$ 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、 $0.02mol/L$ 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 $50 \mu L$ 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、塩酸アンブロキソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸アンブロキソール標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸アンブロキソール細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 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： $0.005mol/L$ 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 / アセトニトリル混液 (7:3)

流量：塩酸アンブロキソールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 $50 \mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキソールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、塩酸アンブロキソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキソール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl \cdot HCl$) 99.0% 以上含むもの。

$0.005mol/L$ 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸 (100) 3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする。

塩酸アンブロキシソール 15mg 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 20 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、0.02mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキシソール標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.033g 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。この液 5mL を正確に量り、0.02mol/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 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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 20 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸アンブロキシソール($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : 塩酸アンブロキシソール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレスカラム管に 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填する。

カラム温度：40°C 付近の一定温度。

移動相：0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液・アセトニトリル混液 (7:3)。

流量：塩酸アンブロキシソールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキシソールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキシソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキシソール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸アンブロキシソール($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$)99.0% 以上含むもの。

0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸(100)3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする。

塩酸アンブロキシソール 45mg 徐放カプセル

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（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90分、120分及び300分後、溶出液10mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水10mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5 \mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液5mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、 0.02mol/L 塩酸試液2mLを正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキシソール標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約 0.050g 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とする。この液2mLを正確に量り、 0.02mol/L 塩酸試液2mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50 \mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、塩酸アンブロキシソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の90分間、120分間及び300分間の溶出率が、それぞれ20～50%、30～60%及び80%以上のときは適合とする。

90分間における塩酸アンブロキシソール($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{Br}_2\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 90$$

120分間における塩酸アンブロキシソール($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{Br}_2\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left(\frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{120}}{A_s} \right) \times \frac{1}{C} \times 90$$

300分間における塩酸アンブロキシソール($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{Br}_2\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left(\frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{120}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{300}}{A_s} \right) \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : 塩酸アンブロキシソール標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中の塩酸アンブロキシソール($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{Br}_2\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$)の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレスカラム管に $5 \mu\text{m}$ 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填する。

カラム温度： 40°C 付近の一定温度。

移動相： 0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液・アセトニトリル混液（7：3）。

流量：塩酸アンブロキシソールの保持時間が約6分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 $50 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキシソールのピークのシンメトリー係数が2.0以下で、理論段数が3000以上のものを用いる。

試験の再現性：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，塩酸アンブロキシソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキシソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキシソール」。ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸アンブロキシソール($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$)99.0%以上含むもの。

0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸(100)3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする。

塩酸アンブロキシソール 15mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 約 15mg 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 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 5mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキシソール標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.033g 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、0.02mol/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 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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : 塩酸アンブロキシソール標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸アンブロキシソールドライシロップの秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：245nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレスカラム管に 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：40°C 付近の一定温度

移動相：0.005mol / L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液・アセトニトリル混液 (7:3)

流量：塩酸アンブロキシソールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキシソールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキシソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキシソール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 99.0% 以上含むもの。

0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸 (100) 3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする。

塩酸アンブロキシソール 30mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 約 15mg 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 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 5mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸アンブロキシソール標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.033g 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、0.02mol/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 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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : 塩酸アンブロキシソール標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸アンブロキシソールドライシロップの秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 245nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレスカラム管に 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: 40°C 付近の一定温度

移動相: 0.005mol / L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液・アセトニトリル混液 (7:3)

流量: 塩酸アンブロキシソールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、塩酸アンブロキシソールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 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、塩酸アンブロキシソールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸アンブロキシソール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸アンブロキシソール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸アンブロキシソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 99.0% 以上含むもの。

0.005mol/L 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム試液 1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0g に酢酸 (100) 3.0g 及び水を加えて正確に 1000mL とする.