

各都道府県衛生主管部（局）長 殿

厚生省医薬安全局審査管理課長

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 15 号、平成 11 年 3 月 25 日厚生省告示第 50 号、平成 11 年 10 月 18 日厚生省告示第 222 号及び平成 12 年 1 月 12 日厚生省告示第 2 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 5 月 24 日、平成 11 年 6 月 25 日、平成 12 年 1 月 18 日及び平成 12 年 4 月 12 日が再評価申請期限であったところであるが、今般、このうち下記製剤につき、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 のとおりとするので、貴管下関係業者に対し周知徹底方よろしくご配慮願いたい。

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 13 年 1 月 11 日までに行うよう、併せてご指導願いたい。

記

塩酸ニカルジピン（10%散剤、10mg錠、20mg錠）
アラセプリル（12.5mg錠、25mg錠、50mg錠）
塩酸テラゾシン（0.25mg錠、0.5mg錠、1mg錠、2mg錠）
塩酸ピロヘプチン（2%細粒、2mg錠）
塩酸チアプリド（25mg錠、50mg錠）
ミゾリピン（25mg錠、50mg錠）
アンレキサノクス（25mg錠、50mg錠）
塩酸アゼラスチン（0.2%顆粒）
オキサトミド（30mg錠、2%ドライシロップ）
テガフル（50%細粒、200mgカプセル、200mg腸溶カプセル、200mg徐放カプセル）
塩酸デラプリル（7.5mg錠、15mg錠、30mg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。）

塩酸ニカルジピン 100mg/g 散

溶出試験 本品約 0.2g を精密に量り、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液* 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 15 分後、溶出液 20mL 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 4mL を正確に量り、pH 4.0 の酢酸・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。別に塩酸ニカルジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.018g 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、pH4.0 の酢酸・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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 240nm 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。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ニカルジピン (C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6\cdot\text{HCl} : 51599) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{2} \end{aligned}$$

W_S : 塩酸ニカルジピン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ニカルジピン散の秤取量(g)

C : 1 g 中の塩酸ニカルジピン (C₂₆H₂₉N₃O₆·HCl : 51599) の表示量(mg)

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液*、pH4.0 酢酸(100)3.0g を水に溶かして 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を pH4.0 になるまで加える（容量比約 4:1）。

塩酸ニカルジピン標準品 塩酸ニカルジピン（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ニカルジピン (C₂₆H₂₉N₃O₆·HCl : 51599) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ニカルジピン 10mg 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*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 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 8mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・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。別に塩酸ニカルジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.018g 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、pH4.0 の酢酸・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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 240nm 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。

塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{4}$$

W_S : 塩酸ニカルジピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) の表示量 (mg)

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液*, pH4.0 酢酸 (100) 3.0g を水に溶かして 1000mL とした液に酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を pH4.0 になるまで加える (容量比 4:1)

塩酸ニカルジピン標準品 塩酸ニカルジピン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ニカルジピン 20mg 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*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 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 4mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・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。別に塩酸ニカルジピン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.018g 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、pH4.0 の酢酸・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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 240nm 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。

塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{225}{2}$$

W_S : 塩酸ニカルジピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) の表示量 (mg)

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液*, pH4.0 酢酸 (100) 3.0g を水に溶かして 1000mL とした液に酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を pH4.0 になるまで加える (容量比 4:1)

塩酸ニカルジピン標準品 塩酸ニカルジピン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ニカルジピン ($C_{23}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl : 515.99$) 99.0% 以上を含むもの。

アラセプリル 12.5mg 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 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。別にアラセプリル標準品を 105 で 3 時間乾燥し、
その約 0.0125g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かし、更に水を加えて正確に 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につき、吸光
度測定法により試験を行い、波長 230nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 300nm における吸光度 A_{T2} 及
び A_{S2} 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。

アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : アラセプリル標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量 (mg)

アラセプリル標準品 日本薬局方外医薬品規格「アラセプリル」。ただし、乾燥したものを定量するときアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 99.0% 以上を含むもの。

アラセプリル 25mg 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 .別にアラセプリル標準品を 105 で 3 時間乾燥し ,
その約 0.025g を精密に量り ,メタノール 2mL に溶かし ,更に水を加えて正確に 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につき , 吸光度測
定法により試験を行い , 波長 230nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 300nm における吸光度 A_{T2} 及び
 A_{S2} 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 .

アラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : アラセプリル標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のアラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) の表示量 (mg)

アラセプリル標準品 日本薬局方外医薬品規格「アラセプリル」 .ただし , 乾燥したものを定量するときア
ラセプリル ($C_{20}H_{26}N_2O_5S$) 99.0% 以上を含むもの .

アラセプリル 50mg 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 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。別にアラセプリル標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、メタノール 2mL に溶かし、更に水を加えて正確に 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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 230nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 300nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 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。

アラセプリル ($\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : アラセプリル標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のアラセプリル ($\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) の表示量 (mg)

アラセプリル標準品 日本薬局方外医薬品規格「アラセプリル」。ただし、乾燥したものを定量するときアラセプリル ($\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸テラゾシン 0.25mg 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 10mL 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 3mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 50 倍量を精密に量り、0.02mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液を加えて正確に 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 100 μL 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、テラゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

テラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のテラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 250nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 付近の一定温度

移動相: 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液 (20: 4)

流量: テラゾシンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が 2.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸テラゾシン標準品 $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 459.93 (±) - 4 - アミノ - 2 - [4 - (テトラヒドロ - 2 - フロイル) - 1 - ピペラジニル] - 6, 7 - ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン 10g をエタノール (95) 100mL に懸濁し、アンモニア水 (28) 3mL を徐々に加え、1 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に 1 回繰り返す。得られた結晶に 10 倍量のエタノール (95) を加え、結晶 1g に対し塩酸 0.3mL を徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取り、少

量のアセトンで洗った後、40℃、1時間、減圧で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき 波数 1632 cm^{-1} 、 1597 cm^{-1} 、 1248 cm^{-1} 及び 1115 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g をとり、メタノール・クロロホルム混液 (1:1) を加えて溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。この液 0.5mL、0.25mL 及び 0.1mL を正確に量り、それぞれにメタノール・クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 100mL とし、試料溶液に対し、0.5%、0.25% 及び 0.1% の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液 (10:2:1) を展開溶媒として約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも 0.5% 以下であり、その総和は 1.0% 以下である。

乾燥減量 7.0~9.0% (0.5g、減圧、105℃、3時間)

含量 換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$) 99.0% 以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し、その約 0.50g を精密に量り、無水酢酸・酢酸 (100) 混液 (7:3) 100mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 42.39mg $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

塩酸テラゾシン 0.5mg 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 10mL 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 3mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 50 倍量を精密に量り、0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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、テラゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

テラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のテラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 250nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 付近の一定温度

移動相: 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液 (20: 4)

流量: テラゾシンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が 2.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸テラゾシン標準品 $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 459.93 (±) - 4 - アミノ - 2 - [4 - (テトラヒドロ - 2 - フロイル) - 1 - ピペラジニル] - 6, 7 - ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン 10g をエタノール (95) 100mL に懸濁し、アンモニア水 (28) 3mL を徐々に加え、1 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に 1 回繰り返す。得られた結晶に 10 倍量のエタノール (95) を加え、結晶 1g に対し塩酸 0.3mL を徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取り、少

量のアセトンで洗った後，40℃，1時間，減圧で乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1632 cm^{-1} ，1597 cm^{-1} ，1248 cm^{-1} 及び 1115 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.10g をとり，メタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．この液 0.5mL，0.25mL 及び 0.1mL を正確に量り，それぞれにメタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 100mL とし，試料溶液に対し，0.5%，0.25% 及び 0.1% の標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液（10：2：1）を展開溶媒として約 12cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254nm）を照射し，試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき，いずれのスポットも 0.5% 以下であり，その総和は 1.0% 以下である．

乾燥減量 7.0～9.0%（0.5g，減圧，105℃，3時間）

含量 換算した乾燥物に対し，塩酸テラゾシン（ $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ ）99.0%以上．

定量法 本品を乾燥物に換算し，その約 0.50g を精密に量り，無水酢酸・酢酸（100）混液（7：3）100mL を加えて溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 42.39mg $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

塩酸テラゾシン 1mg 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 10mL 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 3mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 50 倍量を精密に量り、0.02 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 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 100 μL 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、テラゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

テラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のテラゾシン ($C_{19}H_{25}N_5O_4$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 250nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 付近の一定温度

移動相: 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液 (20:4)

流量: テラゾシンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリ係数が 2.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸テラゾシン標準品 $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 459.93 (±) - 4 - アミノ - 2 - [4 - (テトラヒドロ - 2 - フロイル) - 1 - ピペラジニル] - 6, 7 - ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン 10g をエタノール (95) 100mL に懸濁し、アンモニア水 (28) 3mL を徐々に加え、1 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に 1 回繰り返す。得られた結晶に 10 倍量のエタノール (95) を加え、結晶 1g に対し塩酸 0.3mL を徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取り、少量のアセトン

で洗った後、40℃、1時間、減圧で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき 波数 1632 cm^{-1} 、 1597 cm^{-1} 、 1248 cm^{-1} 及び 1115 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g をとり、メタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。この液 0.5mL、0.25mL 及び 0.1mL を正確に量り、それぞれにメタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 100mL とし、試料溶液に対し、0.5%、0.25% 及び 0.1% の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液（10：2：1）を展開溶媒として約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも 0.5% 以下であり、その総和は 1.0% 以下である。

乾燥減量 7.0～9.0%（0.5g、減圧、105℃、3時間）

含量 換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン（ $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ ）99.0%以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し、その約 0.50g を精密に量り、無水酢酸・酢酸（100）混液（7：3）100mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 42.39mg $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

塩酸テラゾシン 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 15 分後、溶出液 10mL 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 3mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の 50 倍量を精密に量り、0.02mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、0.02mol/L 塩酸試液を加えて正確に 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 100 μL 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、テラゾシンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

テラゾシン($C_{19}H_{25}N_5O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

W_s : 乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテラゾシン($C_{19}H_{25}N_5O_4$)の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 付近の一定温度

移動相：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液（20：4）

流量：テラゾシンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が 2.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸テラゾシン標準品 $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 459.93 (±) - 4 - アミノ - 2 - [4 - (テトラヒドロ - 2 - フロイル) - 1 - ピペラジニル] - 6, 7 - ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン 10g をエタノール(95)100mL に懸濁し、アンモニア水(28)3mL を徐々に加え、1 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の N, N - ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に 1 回繰り返す。得られた結晶に 10 倍量のエタノール(95)を加え、結晶 1g に対し塩酸 0.3mL を徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取し、少量のアセ

トンで洗った後，40℃，1時間，減圧で乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1632 cm^{-1} ，1597 cm^{-1} ，1248 cm^{-1} 及び 1115 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.10g をとり，メタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．この液 0.5mL，0.25mL 及び 0.1mL を正確に量り，それぞれにメタノール・クロロホルム混液（1：1）を加えて正確に 100mL とし，試料溶液に対し，0.5%，0.25% 及び 0.1% の標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液（10：2：1）を展開溶媒として約 12cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長 254nm）を照射し，試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき，いずれのスポットも 0.5% 以下であり，その総和は 1.0% 以下である．

乾燥減量 7.0～9.0%（0.5g，減圧，105℃，3時間）

含量 換算した乾燥物に対し，塩酸テラゾシン（ $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ ）99.0%以上．

定量法 本品を乾燥物に換算し，その約 0.50g を精密に量り，無水酢酸・酢酸（100）混液（7：3）100mL を加えて溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 42.39mg $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

塩酸ピロヘプチン 20mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.1g 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 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 15mL を除き，次のろ液 2mL を正確に量り，メタノール 2mL を正確に加えて試料溶液とする．別に塩酸ピロヘプチン標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ 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 100mL 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 200mL とする．この液 25mL を正確に量り，水 25mL を正確に加えて標準溶液とする．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，それぞれの液のピロヘプチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

塩酸ピロヘプチン($\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸ピロヘプチン標準品の量 (mg)

C : 1g 中の塩酸ピロヘプチン($\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{HCl}$) の表示量 (mg)

W_T : 試料採取量 (g)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：242nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0g を水 400mL に溶かし，薄めた過塩素酸 (17/2000) 5mL 及びメタノール 600mL を加え，脱気して用いる．

流量：ピロヘプチンの保持時間が約 10 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，ピロヘプチンのピークのシンメトリ係数が 1.5 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，ピロヘプチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である．

塩酸ピロヘプチン標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ピロヘプチン」．ただし，乾燥したものを定量するとき塩酸ピロヘプチン($\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}\cdot\text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの．

塩酸ピロヘプチン 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 15 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 15mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加えて試料溶液とする。
別に塩酸ピロヘプチン標準品を 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 100mL 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 200mL とする。この液 25mL
を正確に量り、水 25mL を正確に加えて標準溶液とする。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、それぞれの液のピロヘプチンのピーク面積 A_T 及び
 A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸ピロヘプチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242nm）

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm 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 14.0g を水 400mL に溶かし、薄めた過塩素酸（17 2000） 5mL 及びメタノ
ール 600mL を加え、脱気して用いる。

流量：ピロヘプチンの保持時間が約 10 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、ピロヘプチンのピークのシンメトリ
ー係数が 1.5 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、ピロヘプチンのピーク面
積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

塩酸ピロヘプチン標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ピロヘプチン」。ただし、乾燥したものを定量す
るとき塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸チアプリド 25mg 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 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 10mL 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 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアプリド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.03g 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 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 100mL 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 235nm 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。

塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸チアプリド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

塩酸チアプリド標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸チアプリド」。ただし、定量するとき、塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸チアプリド 50mg 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 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、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 20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアプリド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.03g 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 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 100mL 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 235nm 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。

塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{180}{C}$$

W_S : 塩酸チアプリド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$) の表示量 (mg)

塩酸チアプリド標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸チアプリド」。ただし、定量するとき、塩酸チアプリド($\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}\cdot\text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

ミゾリピン 25mg 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 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 4mL を正確に量り、水 4mL を正確に加え、試料溶液とする。別にミゾリピン標準品を脱水物に換算し、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 1mL 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 279nm 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。

ミゾリピン ($C_9H_{13}N_3O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : 脱水物に換算したミゾリピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のミゾリピン ($C_9H_{13}N_3O_6$) の表示量(mg)

ミゾリピン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

ミゾリピン 50mg 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 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 2mL を正確に量り、水 6mL を正確に加え、試料溶液とする。別にミゾリピン標準品を脱水物に換算し、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 1mL 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 279nm 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。

ミゾリピン ($C_9H_{13}N_3O_6$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 脱水物に換算したミゾリピン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のミゾリピン ($C_9H_{13}N_3O_6$) の表示量(mg)

ミゾリピン標準品：日本薬局方外医薬品規格を準用する。

アンレキサノクス 25mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に 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 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 2mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に、アンレキサノクス標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 2.0mL に溶かし、試験液を加えて正確に 10mL とする。この液 1mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100mL 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 350nm 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。

アンレキサノクス ($C_{16}H_{14}N_2O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s : アンレキサノクス標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアンレキサノクス ($C_{16}H_{14}N_2O_4$) の表示量(mg)

アンレキサノクス標準品 : 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

アンレキサノクス 50mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に 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 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、試験液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に、アンレキサノクス標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 2.0mL に溶かし、試験液を加えて正確に 10mL とする。この液 1mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100mL 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 350nm 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。

アンレキサノクス ($C_{16}H_{14}N_2O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 100$$

W_s : アンレキサノクス標準品の量(mg)

C : 1 錠中のアンレキサノクス ($C_{16}H_{14}N_2O_4$) の表示量(mg)

アンレキサノクス標準品 : 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

塩酸アゼラスチン 2mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，試験液に pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05 mol/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 30 分後，溶出液 20mL 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸アゼラスチン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) に溶かし，正確に 250mL とする．この液 1mL 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 200mL 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，アゼラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

塩酸アゼラスチン ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) の溶出率 (%)

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

W_T : 本品の秤取量 (mg)

W_S : 塩酸アゼラスチン標準品の量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：285 nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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：40 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸 (100) (1 250) 溶液 (1 500) 混液 (11:9)

流量：アゼラスチンの保持時間が約 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，アゼラスチンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で，理論段数が 2000 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，アゼ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．

塩酸アゼラスチン標準品 $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$: 418.37 (±) -4-(4-クロロベンジル)-2-(ヘキサヒドロ-1-メチル-1*H*-アゼピン-4-イル)-1(2*H*)-フトラジノン塩酸塩で，下記の規格に適合するもの．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2930cm^{-1} ， 1655cm^{-1} ， 1590cm^{-1} 及び 1490cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.05g を移動相 100mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL 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，試料溶液のアゼラスチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積

の $\frac{1}{10}$ より大きくない(0.1%以下)。また、試料溶液のアゼラスチン以外のピークの合計面積は、標準

溶液のアゼラスチンのピーク面積の $\frac{1}{2}$ より大きくない(0.5%以下)。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径約4mm、長さ約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：35 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/過塩素酸混液(660:340:1)

流量：アゼラスチンの保持時間が約10分になるように調整する。

検出感度：標準溶液10 μ Lから得たアゼラスチンのピーク高さが4~10mmになるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後ろからアゼラスチンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量 1.0%以下(1g, 105 , 2時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、ギ酸5mLを加えて溶かした後、無水酢酸70mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 41.84mg C₂₂H₂₄ClN₃O · HCl

オキサトミド 30mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液* 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 4mL を正確に量り、0.5mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし、試料溶液とする。別にオキサトミド標準品を酸化リン()を乾燥剤として、80 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、0.5mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 200mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液* 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 279nm 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。

オキサトミド($C_{27}H_{30}N_4O$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 112.5$$

W_S : オキサトミド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のオキサトミド($C_{27}H_{30}N_4O$)の表示量 (mg)

試薬・試液

オキサトミド標準品 日本薬局方外医薬品規格「オキサトミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサトミド($C_{27}H_{30}N_4O$)99.0%以上を含む。

pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液* 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 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を pH5.5 になるまで加える。

オキサトミド 20mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 1.5g を精密に量り，試験液に pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液*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 60 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 4mL を正確に量り，0.5mol/L 塩酸試液を加えて正確に 5mL とし，試料溶液とする．別にオキサトミド標準品を酸化リン()を乾燥剤として，80 で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.025g を精密に量り，0.5mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 200mL とする．この液 10mL を正確に量り，pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液*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，吸光度測定法により試験を行い，波長 279nm 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 70% 以上のときは適合とする．

オキサトミド($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 112.5$$

W_S : オキサトミド標準品の量(mg)

W_T : オキサトミドドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のオキサトミド($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}$)の表示量 (mg)

試薬・試液

オキサトミド標準品 日本薬局方外医薬品規格「オキサトミド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，オキサトミド($\text{C}_{27}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}$)99.0%以上を含む．

pH5.5 の薄めた McIlvaine の緩衝液* 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 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を pH5.5 になるまで加える．

テガフル 500 mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.4g 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 15mL 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，水を加えて正確に 100mL とし，試験溶液とする．別にテガフル標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，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 100mL とし，標準溶液とする．試験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 271nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 320nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 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．

テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : テガフル標準品の量 (mg)

W_T : フェンタール細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のテガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量 (mg)

テガフル標準品：日本薬局方外医薬品規格を準用する．

テガフル 200mg 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 15mL 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、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品を 105 で 4 時間乾燥し、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 100mL 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 271nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 320nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : テガフル標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のテガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量 (mg)

テガフル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

テガフ - ル 200mg 腸溶カプセル

溶出試験：

〔pH1.2〕本品 1 個をとり、試験液に日局崩壊試験の第 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 60 分後、溶出液 15mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルタ - 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、日局崩壊試験の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にテガフ - ル標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、日局崩壊試験の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、日局崩壊試験の第 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、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 320nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 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。

テガフ - ル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : テガフ - ル標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のテガフ - ル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量 (mg)

〔pH6.8〕本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 の日局試薬・試液のリン酸塩緩衝液(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 15mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルタ - 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 の日局試薬・試液のリン酸塩緩衝液(1 2)を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にテガフ - ル標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、薄めた pH6.8 の日局試薬・試液のリン酸塩緩衝液(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 の日局試薬・試液のリン酸塩緩衝液(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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに 320nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 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。

テガフ - ル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_s : テガフ - ル標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のテガフ - ル ($C_8H_9FN_2O_3$) の表示量 (mg)

テガフ - ル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

テガフル 200mg 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 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、60 分、120 分及び 5 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 20mL を補充する。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、水を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.022g 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につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm における吸光度 A_T 及び A_S 並びに 320nm 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 15 ~ 45%、120 分間の溶出率が 40 ~ 70% 及び 5 時間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

60 分間におけるテガフル ($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_{T60} - A'_{T60}}{A_S - A'_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

120 分間におけるテガフル ($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_{T120} - A'_{T120}}{A_S - A'_S} + \frac{A_{T60} - A'_{T60}}{A_S - A'_S} \times \frac{1}{45} \right) \times \frac{1}{C} \times 900$$

5 時間におけるテガフル ($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left(\frac{A_{T300} - A'_{T300}}{A_S - A'_S} + \frac{(A_{T120} - A'_{T120}) + (A_{T60} - A'_{T60})}{A_S - A'_S} \times \frac{1}{45} \right) \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : テガフル標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のテガフル ($\text{C}_8\text{H}_9\text{FN}_2\text{O}_3$) の表示量(mg)

テガフル標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

塩酸デラプリル 7.5mg 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 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、塩酸デラプリル標準品を酸化リン()を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.015g 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、試験液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 80 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、デラプリルのピーク面積 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。

塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) 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 : 塩酸デラプリル標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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：アセトニトリル / 0.03mol/L リン酸二水素カリウム混液(13:7)

流量：デラプリルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で操作するとき、デラプリルのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デラプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸デラプリル 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 30 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、塩酸デラプリル標準品を酸化リン()を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.03g 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、試験液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 80 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、デラプリルのピーク面積 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。

塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸デラプリル標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm 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：アセトニトリル / 0.03mol/L リン酸二水素カリウム混液(13:7)

流量：デラプリルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で操作するとき、デラプリルのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デラプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸デラプリル 30mg 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 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、塩酸デラプリル標準品を酸化リン()を乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.06g 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、試験液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 80 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、デラプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) 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 : 塩酸デラプリル標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) の表示量(mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：272nm）

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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：アセトニトリル / 0.03mol/L リン酸二水素カリウム混液(13:7)

流量：デラプリルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で操作するとき、デラプリルのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 80 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、デラプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

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	標準製剤製造業者
塩酸ニカルジピン	散剤	100mg/g	ヘルジピン散	E003Y01	山之内製薬(株)
	錠剤	10mg	ヘルジピン錠 10mg	C001R02	
		20mg	ヘルジピン錠	C008N01	
アラセプリル	錠剤	12.5mg	セタブリル錠 12.5mg	9022	大日本製薬(株)
		25mg	セタブリル錠 25mg	02402	
		50mg	セタブリル錠 50mg	91103	
塩酸テラジシン	錠剤	0.25mg	ハイトラシン錠 0.25mg	57801R8	ダイボット(株)
		0.5mg	ハソメット錠 0.5mg	99901	三菱東京製薬(株)
		1mg	ハソメット錠 1mg	99901	
		2mg	ハイトラシン錠 2mg	58762R8	ダイボット(株)
塩酸ピロヘフチン	細粒剤	20mg/g	トリモール細粒	1160	藤沢薬品工業(株)
	錠剤	2mg	トリモール錠	2280	
塩酸チアプリド	錠剤	25mg	グラマリール錠 25mg	1700	藤沢薬品工業(株)
		50mg	グラマリール錠 50mg	2090	
ミゾリピン	錠剤	25mg	ブレティン錠 25	BDA11TL	旭化成工業(株)
		50mg	ブレティン錠 50	BDB11TT	
アルキサクス	錠剤	25mg	ソルファ 25mg 錠	0008	武田薬品工業(株)
		50mg	ソルファ 50mg 錠	0068	
塩酸アセラスチン	顆粒剤	2mg/g	アセプチン顆粒 0.2%	99C83M	エーザイ(株)
オキサミド	錠剤	30mg	セルテクト錠	053AIH	協和醗酵工業(株)
	シロップ用剤	20mg/g	セルテクト ライシロップ	098AIK	
テガフル	細粒剤	500mg/g	フェンタール細粒	11A02	日本ルガノ(株)
	カプセル剤	200mg	フトラフルカプセル	8L94	大鵬薬品工業(株)
	腸溶性カプセル剤	200mg	フトラフル E カプセル	7E82B	
	徐放性カプセル剤	200mg	サンフール S	SFS11TX	旭化成工業(株)
塩酸テラプリル	錠剤	7.5mg	アテカット 7.5mg 錠	0102	武田薬品工業(株)
		15mg	アテカット 15mg 錠	0452	
		30mg	アテカット 30mg 錠	0190	

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
塩酸ニカゾピオン	散剤	100mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37211
	錠剤	10mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	29031
		20mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	29032
アラセプリル	錠剤	12.5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	32011
		25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	32012
		50mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	32013
塩酸テラジシン	錠剤	0.25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	36201
		0.5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	36202
		1mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	36203
		2mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	36204
塩酸ピロヘプチン	細粒剤	20mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37041
	錠剤	2mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37042
塩酸チアプリド	錠剤	25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37072
		50mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37073
ミゾリピン	錠剤	25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37111
		50mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37112
アルキサクス	錠剤	25mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37121
		50mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37122
塩酸アセラスチン	顆粒剤	2mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37141
オキサミド	錠剤	30mg	1.2, 5.5, 6.8, 水	50	37151
	シロップ用剤	20mg/g	1.2, 5.5, 6.8, 水	50	37152
テカフル	細粒剤	500mg/g	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	36033
	カプセル剤	200mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37191
	腸溶性カプセル剤	200mg	1.2, 6.0, 6.8, 水	50	37192
	徐放性カプセル剤	200mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37193
塩酸テラプリル	錠剤	7.5mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37201
		15mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37202
		30mg	1.2, 4.0, 6.8, 水	50	37203

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）

水：日本薬局方精製水

その他：薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整）