

医薬審発第 0228001 号  
平成 14 年 2 月 28 日

各都道府県衛生主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬局審査管理課長

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 12 年 4 月 14 日厚生省告示第 208 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 号及び平成 13 年 7 月 16 日厚生労働省告示第 243 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 12 年 7 月 14 日、平成 13 年 4 月 23 日、平成 13 年 7 月 9 日及び平成 13 年 10 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 14 年 5 月 28 日までに行うよう、併せて御指導願いたい。

## 別紙

塩酸ジルチアゼム (100mg 徐放カプセル、200mg 徐放カプセル)  
アンピロキシカム (13.5mg カプセル、27mg カプセル)  
テノキシカム (10mg 錠、20mg 錠)  
セフィキシム (5%細粒)  
セフジニル (10%細粒)  
ベンズブロマロン (25mg 錠、50mg 錠)  
オキサゾラム (10%散、10%細粒、5mg 錠、10mg 錠、20mg 錠)  
クロキサゾラム (1%散、1mg 錠、2mg 錠)  
フルジアゼパム (0.1%細粒、0.25mg 錠)  
メキサゾラム (0.1%細粒、0.5mg 錠、1mg 錠)  
塩酸メトホルミン (250mg 錠)  
リン酸エストラムスチンナトリウム (156.7mg カプセル)  
塩酸ツロブテロール (1mg 錠、0.1%ドライシロップ)  
塩酸メトキシフェナミン (100mg 錠)  
テオフィリン (50mg 徐放錠)  
硫酸テルブタリン (1%細粒、2mg 錠)  
エトスクシミド (50%散)  
トリメタジオン (66.7%散)  
アミノフィリン (100mg 錠)  
ジプロフィリン (100%末)  
プロキシフィリン (100%末、100mg 錠)  
ベスナリノン (60mg 錠)  
アミノエチルスルホン酸 (98%散)

## 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。）

### 塩酸ジルチアゼム 100mg 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 2 時間、6 時間及び 24 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105 で 2 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、移動相を加えて正確に 50mL とし 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  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、ジルチアゼムのピーク面積  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 2 時間、6 時間及び 24 時間の溶出率が、それぞれ 5 ~ 30%、25 ~ 55% 及び 85% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時における塩酸ジルチアゼム ( $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_S$  : 塩酸ジルチアゼム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中の塩酸ジルチアゼム ( $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に  $5 \mu\text{m}$  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 6.8g を水 1000mL に溶かし、リン酸を用いて pH3.0 に調整する。この液 650mL にアセトニトリル 350mL 及び 1 - ペンタンスルホン酸ナトリウム 1g を加える。

流量：ジルチアゼムの保持時間が約 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：塩酸ジルチアゼム 0.01g 及び *d* - 3 - ヒドロキシ - *cis* - 2, 3 - ジヒドロ - 5 - [2 - (ジメチルアミノ)エチル] - 2 - (*p* - メトキシフェニル) - 1, 5 - ベン

ゾチアゼピン - 4 (5 H) - オン塩酸塩 (以下, 脱アセチル体という) 0.01 g を水に溶かし, 100mL とする. この液 5mL を量り, 移動相を加えて 25mL とする. この液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 脱アセチル体, ジルチアゼムの順に溶出し, その分離度は 4 以上である.

システムの再現性: 標準溶液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

塩酸ジルチアゼム標準品 塩酸ジルチアゼム (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 塩酸ジルチアゼム ( $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの.

## 塩酸ジルチアゼム 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（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 2 時間，6 時間及び 24 時間後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL 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 10mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105 で 2 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，移動相を加えて正確に 50mL とし 標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液  $20 \mu\text{L}$  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，ジルチアゼムのピーク面積  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 2 時間，6 時間及び 24 時間の溶出率が，それぞれ 5 ~ 30%，25 ~ 55% 及び 85% 以上のときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時における塩酸ジルチアゼム ( $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : 塩酸ジルチアゼム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中の塩酸ジルチアゼム ( $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に  $5 \mu\text{m}$  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 6.8g を水 1000mL に溶かし，リン酸を用いて pH3.0 に調整する．この液 650mL にアセトニトリル 350mL 及び 1 - ペンタンスルホン酸ナトリウム 1g を加える．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約 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：塩酸ジルチアゼム 0.01g 及び *d*-3 - ヒドロキシ - *cis* - 2, 3 - ジヒドロ - 5 - [2 - (ジメチルアミノ)エチル] - 2 - (*p* - メトキシフェニル) - 1, 5 - ベンゾチアゼピン - 4 (5*H*) - オン塩酸塩（以下，脱アセチル体という）0.01 g を水に溶かし，100mL とする．この液 5mL を量り，移動相を加えて 25mL とする．この液  $20 \mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼムの順に溶出し，その分離度は 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液  $20 \mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ジ

ルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である .

塩酸ジルチアゼム標準品 塩酸ジルチアゼム(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,塩酸ジルチアゼム ( $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの .

## アンピロキシカム 13.5mg カプセル

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（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 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，次のろ液を試料溶液とする．別にアンピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.03g を精密に量り，アセトニトリル 5mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 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 320nm 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 70% 以上のときは適合とする．

アンピロキシカム ( $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : アンピロキシカム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中のアンピロキシカム ( $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$ ) の表示量 (mg)

アンピロキシカム標準品  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_7\text{S}$  : 447.46 (±) - 4 - [ 1 - (エトキシカルボニルオキシ)エトキシ ] - 2 - メチル - N - 2 - ピリジル - 2H - 1,2 - ベンゾチアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 アンピロキシカムをアセトン / 水混液で 3 回再結晶し，得られた結晶を乾燥する．

性状 白色～帯黄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ペースト法により測定するとき，波数  $3380\text{cm}^{-1}$ ， $1755\text{cm}^{-1}$ ， $1673\text{cm}^{-1}$ ， $1526\text{cm}^{-1}$ ， $1350\text{cm}^{-1}$ ， $1277\text{cm}^{-1}$  及び  $1260\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にデヒドロピロキシカム 0.010g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とする．この液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$  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う．試料溶液及び標準溶液のデヒドロピロキシカムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき， $A_T$  は  $A_S$  より大きくない (0.20% 以下)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径 4mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする．

カラム温度：25 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸（100）（3 500） / メタノール / アセトニトリル混液（5：3：2）

流量：アンピロキシカムの保持時間が約 9 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：本品及びデヒドロピロキシカム 5mg ずつをアセトニトリル 50mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、デヒドロピロキシカム、アンピロキシカムの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

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、デヒドロピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下（1g，105℃，3 時間）

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、酢酸（100）50mL に溶かし、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 = 44.75mg C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>S

デヒドロピロキシカム C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S 6 - メチル - 6H - 7 - オキソ - ピリド [ 1',2' - 3,2 ]  
ピリミド [ 5,4 - C ] 1,2 - ベンゾチアジン 5,5 - ジオキシド

製法 アンピロキシカム標準品より、次の方法で合成する。

アンピロキシカム標準品に 2 - ブタノンを加え、還流した後、冷却し、析出した結晶をろ取する。この結晶を 2 - ブタノンで洗浄した後、乾燥する。

性状 白色～黄褐色の粉末である。

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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。次にアセトニトリル / ジクロロメタン / ぎ酸混液（16：3：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得られたスポットより濃くない。

## アンピロキシカム 27mg カプセル

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（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 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 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．別にアンピロキシカム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.03g を精密に量り，アセトニトリル 5mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 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 320nm 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 70% 以上のときは適合とする．

アンピロキシカム ( $C_{20}H_{21}N_3O_7S$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : アンピロキシカム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中のアンピロキシカム ( $C_{20}H_{21}N_3O_7S$ ) の表示量 (mg)

アンピロキシカム標準品  $C_{20}H_{21}N_3O_7S$  : 447.46 (±) - 4 - [ 1 - (エトキシカルボニルオキシ)エトキシ ] - 2 - メチル - N - 2 - ピリジル - 2H - 1,2 - ベンゾチアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 アンピロキシカムをアセトン / 水混液で 3 回再結晶し，得られた結晶を乾燥する．

性状 白色～帯黄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ペースト法により測定するとき，波数 3380 $cm^{-1}$ ，1755 $cm^{-1}$ ，1673 $cm^{-1}$ ，1526 $cm^{-1}$ ，1350 $cm^{-1}$ ，1277 $cm^{-1}$  及び 1260 $cm^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にデヒドロピロキシカム 0.010g をとり，アセトニトリルに溶かし，正確に 50mL とする．この液 1mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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う．試料溶液及び標準溶液のデヒドロピロキシカムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき， $A_T$  は  $A_S$  より大きくない (0.20% 以下)．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径 4mm，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 付近の一定温度

移動相：薄めた酢酸(100)(3 500) / メタノール / アセトニトリル混液(5:3:2)

流量：アンピロキシカムの保持時間が約9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：本品及びデヒドロピロキシカム 5mg ずつをアセトニトリル 50mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、デヒドロピロキシカム、アンピロキシカムの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

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、デヒドロピロキシカムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 105 , 3 時間)

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.22g を精密に量り、酢酸(100) 50mL に溶かし、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 = 44.75mg C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>S

デヒドロピロキシカム C<sub>15</sub>H<sub>11</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S 6 - メチル - 6H - 7 - オキソ - ピリド [ 1',2' - 3,2 ]  
ピリミド [ 5,4 - C ] 1,2 - ベンゾチアジン 5,5 - ジオキシド

製法 アンピロキシカム標準品より、次の方法で合成する。

アンピロキシカム標準品に 2 - ブタノンを加え、還流した後、冷却し、析出した結晶をろ取する。この結晶を 2 - ブタノンで洗浄した後、乾燥する。

性状 白色～黄褐色の粉末である。

類縁物質 本品 0.020g をアセトニトリル 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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。次にアセトニトリル / ジクロロメタン / ぎ酸混液(16:3:1) を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得られたスポットより濃くない。

## テノキシカム 10mg 錠

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  $\mu\text{m}$  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，次のろ液を試料溶液とする．別にテノキシカム標準品を 105 で 4 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 200mL 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 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 368nm 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．

テノキシカム ( $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : テノキシカム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のテノキシカム ( $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$ ) の表示量 (mg)

テノキシカム標準品  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$  : 337.37 4 - ヒドロキシ 2 - メチル - N - (2 - ピリジル) - 2H - チエノ [2,3 - e] - 1,2 - チアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 本品を水酸化ナトリウム溶液・エタノール (95) 混液で溶かし，脱色ろ過した後，ろ液に塩酸を加えることにより沈殿した結晶をろ取し，105 で 4 時間乾燥する．  
性状 黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験 本品を乾燥し，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  $3090\text{cm}^{-1}$  ,  $1637\text{cm}^{-1}$  ,  $1597\text{cm}^{-1}$  ,  $1556\text{cm}^{-1}$  ,  $1427\text{cm}^{-1}$  ,  $1326\text{cm}^{-1}$  及び  $1149\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をジクロロメタン 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20mL とし，標準溶液 (1) とする．次に標準溶液 (1) 15mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 25mL とし，標準溶液 (2) とする．別に 2 - アミノピリジン 0.025g をとり，ジクロロメタンを加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし，標準溶液 (3) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調整した薄層板に，pH6.0 の 0.2mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し，熱風で 30 分間乾燥した後，105 で 1 時間乾燥する．この薄層板に試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつをスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液 (35 : 15 : 2) 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）を照射するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

乾燥減量 0.5%以下（1g，105℃，4時間）

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，アセトン 60mL 及び酢酸(100)90mL 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 = 33.738mg  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$

## 2 - アミノピリジン

性状 無色～ごくわずかに灰色を帯びた結晶で，特異なにおいがある．

融点 56～60

純度試験 本品 0.050g をジクロロメタン 20.0mL に溶かし試料溶液とする．試料溶液につきテノキシカム標準品の規格及び試験方法の純度試験に従って操作するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

0.2mol/L リン酸塩緩衝液，pH6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.881g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 2.736g に水を加えて溶かし，100mL とする．

## テノキシカム 20mg 錠

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  $\mu$ 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，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) 5mL を正確に加え，試料溶液とする．別にテノキシカム標準品を 105 度で 4 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 200mL 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 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 368nm 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．

テノキシカム ( $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : テノキシカム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のテノキシカム ( $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$ ) の表示量 (mg)

テノキシカム標準品  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$  : 337.37 4 - ヒドロキシ 2 - メチル - N - (2 - ピリジル) - 2H - チエノ [2,3 - e] - 1,2 - チアジン - 3 - カルボキサミド 1,1 - ジオキシドで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 本品を水酸化ナトリウム溶液・エタノール (95) 混液で溶かし，脱色ろ過した後，ろ液に塩酸を加えることにより沈殿した結晶をろ取り，105 度で 4 時間乾燥する．  
性状 黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験 本品を乾燥し，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  $3090\text{cm}^{-1}$  ,  $1637\text{cm}^{-1}$  ,  $1597\text{cm}^{-1}$  ,  $1556\text{cm}^{-1}$  ,  $1427\text{cm}^{-1}$  ,  $1326\text{cm}^{-1}$  及び  $1149\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.050g をジクロロメタン 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 2mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 20mL とし，標準溶液 (1) とする．次に標準溶液 (1) 15mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 25mL とし，標準溶液 (2) とする．別に 2 - アミノピリジン 0.025g をとり，ジクロロメタンを加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，ジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし，標準溶液 (3) とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調整した薄層板に，pH6.0 の 0.2mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し，熱風で 30 分間乾燥した後，105 度で 1 時間乾燥する．この薄層板に試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ L ずつをスポットする．次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液 (35 : 15 : 2) 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）を照射するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

乾燥減量 0.5%以下（1g，105℃，4時間）

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，アセトン 60mL 及び酢酸(100)90mL 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 = 33.738mg  $C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$

## 2 - アミノピリジン

性状 無色～ごくわずかに灰色を帯びた結晶で，特異なにおいがある．

融点 56～60

純度試験 本品 0.050g をジクロロメタン 20.0mL に溶かし試料溶液とする．試料溶液につきテノキシカム標準品の規格及び試験方法の純度試験に従って操作するとき，主スポット以外のスポットは認めない．

0.2mol/L リン酸塩緩衝液，pH6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 0.881g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 2.736g に水を加えて溶かし，100mL とする．

セフィキシム 50mg (力価) /g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従いセフィキシム約 0.1g (力価) に対応する量を精密に量り、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 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。別にセフィキシム標準品約 0.11g (力価) に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) に溶かし、正確に 1000mL 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法により試験を行い、セフィキシムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

セフィキシムの表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$ : セフィキシム標準品の量 [mg (力価)]

$W_T$ : セフィキシム細粒の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のセフィキシムの表示量 [mg (力価)]

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 12.5cm のステンレス管に 4 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: テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液 (10 13) 25mL に水を加えて 1000mL とし、この液に薄めたリン酸 (1 10) を加えて pH を 6.5 に調整する。この液 300mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量: セフィキシムの保持時間が約 10 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、セフィキシ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、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、セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

セフィキシム標準品 セフィキシム標準品 (日局)。

セフジニル 100mg (力価) /g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従いセフジニル約 0.1g (力価) に対応する量を精密に量り、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 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。別にセフジニル標準品約 0.11g (力価) に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1 2)に溶かし、正確に 1000mL 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法により試験を行い、セフジニルのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする。

セフジニルの表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$ : セフジニル標準品の量 [mg (力価)]

$W_T$ : セフジニル細粒の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のセフジニルの表示量 [mg (力価)]

#### 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 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: pH5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000mL に 0.1mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4mL を加える。この液 900mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 60mL 及びメタノール 40mL を加える。

流量: セフジニルの保持時間が約 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、セフジニル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、セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

セフジニル標準品 セフジニル標準品 (日局)。

## ベンズブロマロン 25mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH8.0 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 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  $\mu$ 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，pH8.0 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 25mL とし，試料溶液とする．別にベンズブロマロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 50℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に 20mL とする．この液 2mL を正確に量り，pH8.0 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 100mL とする．更にこの液 5mL を正確に量り，pH8.0 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 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH8.0 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 357nm 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．

ベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : ベンズブロマロン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) の表示量 (mg)

ベンズブロマロン標準品 ベンズブロマロン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) 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，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．

## ベンズブロマロン 50mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に pH8.0 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 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  $\mu$ 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，pH8.0 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 25mL とし，試料溶液とする．別にベンズブロマロン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 50℃ で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.056g を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に 20mL とする．この液 2mL を正確に量り，pH8.0 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 100mL とする．更にこの液 5mL を正確に量り，pH8.0 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 25mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，pH8.0 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 357nm 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．

ベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : ベンズブロマロン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) の表示量 (mg)

ベンズブロマロン標準品 ベンズブロマロン(日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，ベンズブロマロン ( $C_{17}H_{12}Br_2O_3$ ) 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，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．

## オキサゾラム 100mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いオキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 約 0.02g 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。溶出試験開始 15 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 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、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 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  $20 \mu L$  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、オキサゾラム及びその分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ 、並びに  $A_{S1}$  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。

オキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left( \begin{array}{c} A_{T1} + A_{T2} \\ 0.68 \\ A_{S1} + A_{S2} \\ 0.68 \end{array} \right) \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : オキサゾラム標準品の量 (mg)

$W_T$  : オキサゾラム散の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のオキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) の表示量 (mg)

0.68 : 分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のオキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

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 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：オキサゾラムの保持時間が約 3 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  $20 \mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で、理論段数は 1500 以上である。

システムの再現性：標準溶液  $20 \mu L$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間

約 2.2) のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの。

## オキサゾラム 100mg/g 細粒

**溶出試験** 本品の表示量に従いオキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 約 0.02g 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。溶出試験開始 45 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 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、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 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  $20 \mu L$  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、オキサゾラム及びその分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ 、並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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。

オキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left( \begin{array}{c} A_{T1} + A_{T2} \\ 0.68 \\ A_{S1} + A_{S2} \\ 0.68 \end{array} \right) \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : オキサゾラム標準品の量 (mg)

$W_T$  : オキサゾラム細粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のオキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) の表示量 (mg)

0.68 : 分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のオキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

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 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：オキサゾラムの保持時間が約 3 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  $20 \mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で、理論段数は 1500 以上である。

システムの再現性：標準溶液  $20 \mu L$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オ

キサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である。

オキサゾラム標準品 オキサゾラム（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキサゾラム（ $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ）99.0%以上を含むもの。

## オキサゾラム 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 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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 10mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にオキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 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 20  $\mu\text{L}$  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，オキサゾラム及びその分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ ，並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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．

オキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left( \frac{A_{T1} + A_{T2}}{A_{S1} + A_{S2}} \times \frac{0.68}{0.68} \right) \times \frac{1}{C} \times 9$$

$W_S$  : オキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のオキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

0.68 : 分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のオキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする．

カラム温度：40 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：オキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で，理論段数は 1500 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,オキサゾラム( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの.

## オキサゾラム錠 10mg

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 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にオキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 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 20  $\mu\text{L}$  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，オキサゾラム及びその分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ ，並びに  $A_{S1}$  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．

オキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left( \begin{array}{c} A_{T1} + A_{T2} \\ 0.68 \\ A_{S1} + A_{S2} \\ 0.68 \end{array} \right) \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : オキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のオキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

0.68 : 分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のオキサゾラムに対する相対感度比

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする．

カラム温度：40 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：オキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で，理論段数は 1500 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,オキサゾラム( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの.

## オキサゾラム 20mg 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 60 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 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 20  $\mu\text{L}$  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，オキサゾラム及びその分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ ，並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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。

オキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left( \frac{A_{T1} + A_{T2}}{A_{S1} + A_{S2}} \times \frac{0.68}{0.68} \right) \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : オキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のオキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

0.68 : 分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のオキサゾラムに対する相対感度比

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする。

カラム温度：40 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：オキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，オキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で，理論段数は 1500 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，オキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（オキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).ただし,乾燥したものを定量するとき,オキサゾラム( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの.

## クロキサゾラム 10mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いクロキサゾラム ( $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ ) 約 2mg 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。溶出試験開始 45 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、次のろ液を試料溶液とする。別にクロキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.04g を精密に量り、アセトニトリル 50mL に溶かし、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL 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 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、クロキサゾラム及びその分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ 、並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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。

クロキサゾラム ( $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \left( \begin{array}{c} A_{T1} + A_{T2} \\ 0.78 \\ A_{S1} + A_{S2} \\ 0.78 \end{array} \right) \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : クロキサゾラム標準品の量 (mg)

$W_T$  : クロキサゾラム散の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のクロキサゾラム ( $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量 (mg)

0.78 : 分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のクロキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

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 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：クロキサゾラムの保持時間が約 3 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、クロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で、理論段数は 2500 段以上である。

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、クロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積の和の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき,  
クロキサゾラム( $C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの.

## クロキサゾラム 1mg 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 45 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，次のろ液を試料溶液とする。別にクロキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.02g を精密に量り，アセトニトリル 50mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL 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 200mL とし，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，クロキサゾラム及びその分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ ，並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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。

クロキサゾラム ( $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left( \frac{A_{T1} + A_{T2}}{A_{S1} + A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2} \right)$$

$W_s$  : クロキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のクロキサゾラム ( $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

0.78 : 分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のクロキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする。

カラム温度：40 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：クロキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，クロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で，理論段数は 2500 段以上である。

システムの再現性：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積の和の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，

クロキサゾラム (C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含むもの.

## クロキサゾラム 2mg 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 45 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，次のろ液を試料溶液とする。別にクロキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.04g を精密に量り，アセトニトリル 50mL に溶かし，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL 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 200mL とし，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，クロキサゾラム及びその分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積  $A_{T1}$  及び  $A_{T2}$ ，並びに  $A_{S1}$  及び  $A_{S2}$  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。

クロキサゾラム ( $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left( \frac{A_{T1} + A_{T2}}{A_{S1} + A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2} \right)$$

$W_s$  : クロキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のクロキサゾラム ( $\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

0.78 : 分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のクロキサゾラムに対する相対感度比

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする。

カラム温度：40 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：クロキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，クロキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下で，理論段数は 2500 段以上である。

システムの再現性：標準溶液 50  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，クロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（クロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3）のピーク面積の和の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，

クロキサゾラム (C<sub>17</sub>H<sub>14</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 99.0%以上を含むもの.

## フルジアゼパム 1mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従いフルジアゼパム ( $C_{16}H_{12}ClFN_2O$ ) 約 0.25mg 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  $0.45 \mu m$  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。別にフルジアゼパム標準品を 60 で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL 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、フルジア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 85% 以上のときは適合とする。

フルジアゼパム ( $C_{16}H_{12}ClFN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{8}$$

$W_S$ : フルジアゼパム標準品の量 (mg)

$W_T$ : フルジアゼパム細粒の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のフルジアゼパム ( $C_{16}H_{12}ClFN_2O$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 232nm)

カラム: 内径 3.9mm, 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 付近の一定温度

移動相: 水 / アセトニトリル混液 (1:1)

流量: フルジアゼパムの保持時間が約 10 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、フルジア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 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、フルジアゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム (日局)。

## フルジアゼパム 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 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．別にフルジアゼパム標準品を 60 で 3 時間減圧乾燥し，その約 0.02g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 200mL 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 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，フルジア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．

フルジアゼパム ( $C_{16}H_{12}ClFN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{8}$$

$W_S$  : フルジアゼパム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のフルジアゼパム ( $C_{16}H_{12}ClFN_2O$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：232nm）

カラム：内径 3.9mm，長さ 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：水 / アセトニトリル混液（1 : 1）

流量：フルジアゼパムの保持時間が約 10 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，フルジア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 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，フルジアゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

フルジアゼパム標準品 フルジアゼパム（日局）．

## メキサゾラム 1mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従いメキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) 約 1mg 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 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、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、次のろ液を試料溶液とする。別にメキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 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 30  $\mu\text{L}$  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、メキサゾラムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

メキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

$W_S$ : メキサゾラム標準品の量 (mg)

$W_T$ : メキサゾラム細粒の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のメキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量 (mg)

## 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 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てんする。

カラム温度: 40 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: メキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、メキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 500 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 30  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

メキサゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格「メキサゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) 99.0 % 以上を含むもの。

## メキサゾラム 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 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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，次のろ液を試料溶液とする．別にメキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 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 30  $\mu\text{L}$  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，メキサゾラムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする．

メキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

$W_S$  : メキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のメキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 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てんする．

カラム温度：40 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：メキサゾラムの保持時間が約 3 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，メキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で，理論段数は 500 以上である．

システムの再現性：標準溶液 30  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，メキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

メキサゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格「メキサゾラム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メキサゾラム ( $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$ ) 99.0 % 以上を含むもの．

## メキサゾラム 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 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．別にメキサゾラム標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，アセトニトリルに溶かし，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 30 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，メキサゾラムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

メキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

$W_S$  : メキサゾラム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のメキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：240nm）

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：水 / アセトニトリル / トリフルオロ酢酸混液（700 : 300 : 1）

流量：メキサゾラムの保持時間が約 3 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，メキサゾラムのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で，理論段数は 500 以上である．

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，メキサゾラムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

メキサゾラム標準品 日本薬局方外医薬品規格「メキサゾラム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，メキサゾラム ( $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$ ) 99.0 % 以上を含むもの．

## 塩酸メトホルミン 250mg 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 120 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．別に塩酸メトホルミン標準品を 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 100mL 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 233nm 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 85% 以上のときは適合とする．

塩酸メトホルミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : 塩酸メトホルミン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸メトホルミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

塩酸メトホルミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸メトホルミン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸メトホルミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$ ) 99.0% 以上を含むもの．

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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．別に塩酸メトホルミン標準品を 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 100mL 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 233nm 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．

塩酸メトホルミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : 塩酸メトホルミン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸メトホルミン ( $\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

塩酸メトホルミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸メトホルミン」．ただし，乾燥し

たものを定量するとき、塩酸メトホルミン ( $C_4H_{11}N_5 \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの。

## リン酸エストラムスチンナトリウム 156.7mg 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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，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 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にリン酸エストラムスチンナトリウム標準品（別途水分を測定しておく）約 0.035g 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  $\mu\text{L}$  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，リン酸エストラムスチンのピーク面積  $A_T$  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．

リン酸エストラムスチンナトリウム ( $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{NNa}_2\text{O}_6\text{P}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450 \times 1.032$$

$W_S$  : 脱水物に換算したリン酸エストラムスチンナトリウム標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中のリン酸エストラムスチンナトリウム ( $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{NNa}_2\text{O}_6\text{P}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) 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  $\mu\text{m}$  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てんする．

カラム温度：40 付近の一定温度

移動相：メタノール / リン酸塩緩衝液混液（3 : 2）

流量：リン酸エストラムスチンの保持時間が約 12 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  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，リン酸エストラムスチン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 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，リン酸エストラムスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

リン酸エストラムスチンナトリウム標準品  $\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{NNa}_2\text{O}_6\text{P}\cdot\text{H}_2\text{O}$  : 582.36 1,3,5(10) estratriene-3,17 -diol 3- [ bis(2-chloroethyl)carbamate ] 17-disodium phosphate hydrate で，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 リン酸エストラムスチンナトリウム 1.0g に 2-methoxyethanol 10mL を添加し室温で攪拌溶解後，水 3mL を徐々に滴下する．滴下終了後氷冷し，析出した結晶をろ過，少量の 2-methoxyethanol で洗浄し，結晶を 40 で減圧乾燥する．

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 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  $2920\text{ cm}^{-1}$ ， $1713\text{ cm}^{-1}$ ， $1467\text{ cm}^{-1}$ ， $1412\text{ cm}^{-1}$ ， $1231\text{ cm}^{-1}$ ， $1078\text{ cm}^{-1}$  及び  $984\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品  $0.010\text{ g}$  に移動相を加えて溶かし正確に  $10\text{ mL}$  とし，試料溶液とする。この液  $1\text{ mL}$  を正確に量り，水を加えて正確に  $200\text{ mL}$  とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $10\text{ }\mu\text{ L}$  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，試料溶液のリン酸エストラムスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のリン酸エストラムスチンのピーク面積より大きくない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長： $220\text{ nm}$ ）

カラム：内径  $4\text{ mm}$ ，長さ  $15\text{ cm}$  のステンレス管に  $5\text{ }\mu\text{ m}$  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てんする。

カラム温度： $40$  付近の一定温度

移動相：メタノール／リン酸塩緩衝液混液（ $55:45$ ）

流量：リン酸エストラムスチンの保持時間が約  $18$  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リン酸エストラムスチンの保持時間の約  $2$  倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液  $10\text{ mL}$  を正確に量り，移動相を加えて正確に  $50\text{ mL}$  とする。この液  $10\text{ }\mu\text{ L}$  から得たリン酸エストラムスチンのピーク面積が標準溶液のリン酸エストラムスチンのピーク面積の  $10\sim 30\%$  になることを確認する。

システムの性能：本品  $0.01\text{ g}$  を移動相に溶かし，パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液（ $1:4000$ ） $1\text{ mL}$  を加えた後，移動相を加えて  $25\text{ mL}$  とする。この液  $10\text{ }\mu\text{ L}$  につき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸プロピル，リン酸エストラムスチンの順に溶出し，その分離度は  $7$  以上である。

システムの再現性：標準溶液  $10\text{ }\mu\text{ L}$  につき，上記の条件で試験を  $6$  回繰り返すとき，リン酸エストラムスチンのピーク面積の相対標準偏差は  $3.0\%$  以下である。

水分  $3.0\sim 5.0\%$  以下（ $0.2\text{ g}$ ）。

含量  $99.0\%$  以上。 定量法 本品約  $0.5\text{ g}$  を精密に量り，非水滴定用水酢酸  $50\text{ mL}$  を加えて溶かし， $0.1\text{ mol/L}$  過塩素酸で滴定する（電位差滴定）。同様の方法で空試験を行い補正する。

$0.1\text{ mol/L}$  過塩素酸  $1\text{ mL} = 28.218\text{ mg C}_{23}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N Na}_2\text{O}_6\text{P}$

リン酸塩緩衝液， $\text{pH}6.0$   $0.01\text{ mol/L}$  リン酸二水素カリウム溶液に  $0.01\text{ mol/L}$  リン酸水素二ナトリウム溶液を加えて  $\text{pH}6.0$  に調整する。

## 塩酸ツロブテロール 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 30 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸ツロブテロール標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.02g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 1mL 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 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，ツロブテロールのピーク面積  $A_T$  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．

塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : 塩酸ツロブテロール標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：211nm）

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：1 - オクタンスルホン酸ナトリウム 3g を水 900mL に溶かす．この液に薄めたりん酸 (2 300) 5mL を加えた液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える．

流量：ツロブテロールの保持時間が約 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 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，ツロブテロール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 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ツロブテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

塩酸ツロブテロール標準品 塩酸ツロブテロール (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの．

## 塩酸ツロブテロール 1mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) 約 1mg 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 10mL 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 3mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸ツロブテロール標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し，その約 0.02g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 1mL 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  $100 \mu L$  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，ツロブテロールのピーク面積  $A_T$  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．

塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : 塩酸ツロブテロール標準品の量 (mg)

$W_T$  : 塩酸ツロブテロールドライシロップの秤取量 (g)

$C$  : 1g 中の塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：211nm)

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 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 3g を水 900mL に溶かす．この液に薄めたリン酸 (2 300) 5mL を加えた液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える．

流量：ツロブテロールの保持時間が約 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  $100 \mu L$  につき，上記の条件で操作するとき，ツロブテロール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  $100 \mu L$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ツロブテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

塩酸ツロブテロール標準品 塩酸ツロブテロール (日局)．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ツロブテロール ( $C_{12}H_{18}ClNO \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの．

## 塩酸メトキシフェナミン 100 mg 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 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別に塩酸メトキシフェナミン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 24 時間減圧乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL 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 278nm 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．

塩酸メトキシフェナミン ( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : 塩酸メトキシフェナミン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の塩酸メトキシフェナミン ( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

塩酸メトキシフェナミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸メトキシフェナミン」.ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸メトキシフェナミン ( $C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$ ) 99.0 % 以上を含むもの．

## テオフィリン 50mg 徐放錠

溶出試験 a 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 2 時間，4 時間及び 8 時間後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) 20mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径  $0.8 \mu\text{m}$  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 2mL 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．別にテオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.05g 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 1mL 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，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 271nm における吸光度  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 2 時間，4 時間及び 8 時間の溶出率が，それぞれ 15 ~ 45%，35 ~ 65% 及び 70% 以上のときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時におけるテオフィリン ( $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
( $n = 1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_S$  : テオフィリン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のテオフィリン ( $\text{C}_7\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

溶出試験 b 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 1 時間，3 時間及び 12 時間後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) 20mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径  $0.8 \mu\text{m}$  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，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) を加えて正確に 25mL とし，試料溶液とする．別にテオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.05g 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 1mL 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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 2) 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 271nm における吸光度  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 1 時間，3 時間及び 12 時間の溶出率が，それぞれ 15 ~ 45%，35 ~ 65% 及び 80% 以上のときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時におけるテオフィリン ( $C_7H_8N_4O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
(  $n = 1, 2, 3$  )

$$= W_s \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_s$  : テオフィリン標準品の量 (mg)

$C$  : 1錠中のテオフィリン ( $C_7H_8N_4O_2$ ) の表示量 (mg)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## 硫酸テルブタリン 10mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従い硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  約 4mg 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  $\mu m$  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．別に硫酸テルブタリン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.044g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 4mL 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 100  $\mu L$  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，テルブタリンのピーク面積  $A_T$  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．

硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

$W_S$  : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量 (mg)

$W_T$  : 硫酸テルブタリン細粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中の硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  の表示量 (mg)

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

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シ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 - オクタンスルホン酸ナトリウム溶液 (1 : 75) / メタノール / テトラヒドロフラン混液 (75 : 14 : 11)

流量：テルブタリンの保持時間が約 4 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  $\mu L$  につき，上記の条件で操作するとき，テルブタ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 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100  $\mu L$  につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，テルブタリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン（日局）．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  99.0% 以上を含むもの．

## 硫酸テルブタリン 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 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．別に硫酸テルブタリン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.044g 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 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 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，テルブタリンのピーク面積  $A_T$  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．

硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : 脱水物に換算した硫酸テルブタリン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中の硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

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用オクタヒ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 - オクタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 : 75） / メタノール / テトラヒドロフラン混液（75 : 14 : 11）

流量：テルブタリンの保持時間が約 4 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 μL につき，上記の条件で操作するとき，テルブタ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 2000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：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，テルブタリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

硫酸テルブタリン標準品 硫酸テルブタリン（日局）．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，硫酸テルブタリン  $[(C_{12}H_{19}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4]$  99.0% 以上を含むもの．

## エトスクシミド 500mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いエトスクシミド ( $C_7H_{11}NO_2$ ) 約 0.25g 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  $\mu m$  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。別にエトスクシミド標準品 (別途エトスクシミド (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu L$  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、エトスクシミドのピーク面積  $A_T$  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。

エトスクシミド ( $C_7H_{11}NO_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$ : 脱水物に換算したエトスクシミド標準品の量 (mg)

$W_T$ : エトスクシミド散の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のエトスクシミド ( $C_7H_{11}NO_2$ ) 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: 40 付近の一定温度

移動相: pH2.5 の 0.05mol/L リン酸塩緩衝液 / アセトニトリル混液 (4:1)

流量: エトスクシミドの保持時間が約 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 10  $\mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、エトスクシミドのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

システムの再現性: 標準溶液 10  $\mu L$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エトスクシミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

エトスクシミド標準品 エトスクシミド (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、エトスクシミド ( $C_7H_{11}NO_2$ ) 99.0% 以上を含むもの。

0.05mol/L リン酸塩緩衝液, pH2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80g を水 900mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 2.5 とした後、水を加えて 1000mL とする。

## トリメタジオン 667mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いトリメタジオン ( $C_6H_9NO_3$ ) 約 0.33g 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  $\mu m$  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。別にトリメタジオン標準品をシリカゲルを乾燥剤として 6 時間乾燥し、その約 0.037g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu L$  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、トリメタジオンのピーク面積  $A_T$  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。

トリメタジオン ( $C_6H_9NO_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$ : トリメタジオン標準品の量 (g)

$W_T$ : トリメタジオン散の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のトリメタジオン ( $C_6H_9NO_3$ ) の表示量 (g)

### 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  $\mu m$  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 付近の一定温度

移動相: pH3.0 の 0.01mol/L リン酸塩緩衝液\* / メタノール混液 (2 : 1)

流量: トリメタジオンの保持時間が約 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 20  $\mu L$  につき、上記の条件で操作するとき、トリメタジオ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 20  $\mu L$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トリメタジオンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

トリメタジオン標準品 トリメタジオン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリメタジオン ( $C_6H_9NO_3$ ) 99.0% 以上を含むもの。

0.01 mol/L リン酸塩緩衝液 pH3.0\* リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58g を水 900mL に溶かし、リン酸を加えて pH3.0 に調整し、水を加えて 1000mL とする。

## アミノフィリン 100mg 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 5 分及び 30 分後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに  $37 \pm 0.5$  に加温した水 20mL 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 10mL を除き，次のろ液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．別にテオフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.08g 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 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 271nm における吸光度  $A_{T(n)}$  及び  $A_S$  を測定する．

本品の 5 分間及び 30 分間の溶出率が，それぞれ 40% 以下及び 85% 以上のときは適合とする．

$n$  回目の溶出液採取時におけるアミノフィリン ( $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) の表示量に対する溶出率 (%) ( $n = 1, 2$ )

$$= W_S \times \left( \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right) \times \frac{1}{C} \times \frac{9000}{78.94}$$

$W_S$  : テオフィリン標準品の量 (g)

$C$  : 1 錠中のアミノフィリン ( $\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_8\text{O}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) の表示量 (g)

テオフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する．

## ジプロフィリン 1g/g 末

溶出試験 本品の表示量に従いジプロフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_4$ ) 約 0.1g 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  $\mu$ 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 2.5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にジプロフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL 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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 273nm 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。

ジプロフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

$W_S$  : ジプロフィリン標準品の量 (mg)

$W_T$  : ジプロフィリン末の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のジプロフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_4$ ) の表示量 (mg)

ジプロフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する。

## プロキシフィリン 1g/g 末

溶出試験 本品の表示量に従いプロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) 約 0.1g 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  $\mu\text{m}$  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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にプロキシフィリン標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.02g を精密に量り、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、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 274nm 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。

プロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_S$ : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

$W_T$ : プロキシフィリン末の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のプロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) の表示量 (mg)

プロキシフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格「プロキシフィリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## プロキシフィリン 100mg 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  $\mu$ 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 20mL とし，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 0.02g 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，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 274nm 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．

プロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_S$  : プロキシフィリン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のプロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) の表示量 (mg)

プロキシフィリン標準品 日本薬局方外医薬品規格「プロキシフィリン」．ただし，乾燥したものを定量するとき，プロキシフィリン ( $C_{10}H_{14}N_4O_3$ ) 99.0% 以上を含むもの．

## ベスナリノン 60mg 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 15 分後，溶出液 10mL 以上をとり，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 2mL を除き，次のろ液 2mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする。別にベスナリノン標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.06g を精密に量り，崩壊試験法の第 1 液に溶かし，正確に 200mL とする。この液 20mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 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 253nm 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。

ベスナリノン ( $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$ : ベスナリノン標準品の量 (mg)

$C$ : 1 錠中のベスナリノン ( $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$ ) の表示量 (mg)

ベスナリノン標準品  $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$ : 395.45 3,4 - ジヒドロ - 6 - [4 - (3,4 - ジメトキシベンゾイル) - 1 - ピペラジニル] - 2 (1*H*) - キノリノンで，下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない。

本品は酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶けやすく，ジメチルスルホキシドにやや溶けにくく，メタノール，エタノール (95) 又は無水酢酸に極めて溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

### 確認試験

- (1) 本品 0.1g をクロロホルム 10mL に溶かす。この液 10  $\mu\text{L}$  をろ紙にスポットし，噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき，スポットはだいたい色を呈する。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 : 125000) につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 269 ~ 273nm に吸収の極大を示し，波長 235 ~ 239nm に吸収の極小を示す。
- (3) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法 臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数  $1664\text{cm}^{-1}$ ， $1638\text{cm}^{-1}$ ， $1513\text{cm}^{-1}$ ， $1257\text{cm}^{-1}$ ， $1227\text{cm}^{-1}$  及び  $1024\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

融点 238 ~ 240

### 純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0g をクロロホルム 10mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

- (2) 塩化物 本品 1.0g に水 50mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25mL をとり、希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、塩化物試験法により試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.40mL を加える (0.028% 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0g をとり、重金属試験法第 4 法により試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (10ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.06g をジメチルスルホキシド 10mL に溶かし、メタノールを加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10  $\mu$ 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う。試料溶液の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はそれぞれ 0.1% 以下である。また、それらの合計は 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：254nm)

カラム：内径 6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の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：室温

移動相：リン酸 1.21g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.64g を水 3000mL に溶かし、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 2190mL をとり、アセトニトリル 810mL を加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からベスナリノンの保持時間の約 3 倍の範囲。

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。

この液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20mL とする。この液 10  $\mu$ L から得たベスナリノンのピーク高さが 5mm 以上になり、その面積を計算するように自動積分計を調整する。

システムの性能：ベスナリノン 0.06g、ニコチン酸メチル 0.10g 及びベラトルム酸 0.06g をジメチルスルホキシド 10mL に溶かし、メタノールを加えて 100mL とする。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作をするとき、ニコチン酸メチル、ベラトルム酸、ベスナリノンの順に溶出し、ニコチン酸メチルとベラトルム酸の分離度及びベラトルム酸とベスナリノンの分離度がそれぞれ 4 以上で、ベスナリノンの理論段数が 5500 以上のものを用いる。

- (5) 残存溶媒 (エタノール) 本品約 0.2g を精密に量り、内標準溶液 2mL を正確に加え、ベンジルアルコールに溶かして 10mL とし、試料溶液とする。別にエタノール (99.5) 1mL を正確に量り、ベンジルアルコールを加えて正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、ベンジルアルコールを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 2mL を正確に加え、ベンジルアルコールを加えて 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1  $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求め、エタノールの量を算出するとき、0.1% 以下

である。

$$\text{エタノールの量 (\%)} = \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{50}{W} \times 0.789$$

ただし、 $W$ ：本品の秤取量 (mg)

0.789：20 におけるエタノールの比重

内標準溶液：1-プロパノールのベンジルアルコール溶液 (1 2000)

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3~4mm，長さ 2m のガラス管に 149~177  $\mu\text{m}$  のガスクロマトグラフ用多孔性ポーラスポリマービーズ (スチレンジビニルベンゼンコポリマー) を充てんする。

カラム温度：120 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 3 分になるように調整する。

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 1  $\mu\text{L}$  から得たエタノールのピーク高さが 10mm 以上になるように調整する。

システムの性能：標準溶液 1  $\mu\text{L}$  につき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，それらが分離するものを用いる。

乾燥減量 0.2%以下 (1g，105 ，3 時間)。

強熱残分 0.10%以下 (1g)

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し，その約 0.5g を精密に量り，酢酸 (100) 30mL 及び無水酢酸 70mL 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=39.545mg $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_4$

ニコチン酸メチル  $\text{C}_7\text{H}_7\text{NO}_2$  白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 39~43

純度試験 本品 0.020g をメタノール 100mL に溶かし，試料溶液とする。この液 10  $\mu\text{L}$  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う。試料溶液の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ニコチン酸メチルの量を求めるとき，98.0%以上であり，かつ，ベスナリノンのピークを妨害するピークを認めない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径 6 mm，長さ 15cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の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：室温

移動相：リン酸 1.21g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.64g を水 3000mL に溶かし，

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。ろ液 2190mL をとり、アセトニトリル 810mL を加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からニコチン酸メチルの保持時間の 2 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 10  $\mu\text{L}$  から得たニコチン酸メチルのピーク高さがフルスケールの約 80% 以上になるよう調整する。

システムの性能：ベスナリノン 0.06g、ニコチン酸メチル 0.10g 及びベラトルム酸 0.06g をジメチルスルホキシド 10mL に溶かし、メタノールを加えて 100mL とする。この液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作をするとき、ニコチン酸メチル、ベラトルム酸、ベスナリノンの順に溶出し、ニコチン酸メチルとベラトルム酸の分離度及びベラトルム酸とベスナリノンの分離度がそれぞれ 4 以上で、ベスナリノンの理論段数が 5500 以上のものを用いる。

ベラトルム酸  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$  白色～微黄赤色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 178～182

純度試験 本品 0.012g をメタノール 100mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10  $\mu\text{L}$  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う。試料溶液の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ベラトルム酸の量を求めるとき、98.0% 以上である。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径 6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の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：室温

移動相：リン酸 1.21g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.64g を水 3000mL に溶かし、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。ろ液 2190mL をとり、アセトニトリル 810mL を加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からベラトルム酸の保持時間の 2 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 10  $\mu\text{L}$  から得たベラトルム酸のピーク高さがフルスケールの約 80% 以上になるよう調整する。

システムの性能：ベスナリノン 0.06g、ニコチン酸メチル 0.10g 及びベラトルム酸 0.06g をジメチルスルホキシド 10mL に溶かし、メタノールを加えて 100mL とする。この液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作をするとき、ニコチン酸メチル、ベラトルム酸、ベスナリノンの順に溶出し、ニコチン酸メチルとベラトルム酸の分離度及びベラトルム酸とベスナリノンの分離度がそれぞれ 4 以上で、ベスナリノンの理論段数が 5500 以上のものを用いる。

## アミノエチルスルホン酸 980mg/g 散

溶出試験 本品の表示量に従いアミノエチルスルホン酸 ( $C_2H_7NO_3S$ ) 約 1g 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  $\mu m$  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。別にアミノエチルスルホン酸標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.055g 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2mL ずつを正確に量り、それぞれにニンヒドリン・塩化スズ( ) 試液 4mL を正確に加え、振り混ぜた後、水浴中で 20 分間加熱し、直ちに 2 分間激しく振り混ぜる。冷後、それぞれに水 / 1 - プロパノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 25mL とする。これらの液につき、水 2mL 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 570nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。ただし、吸光度は 1 時間以内に測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アミノエチルスルホン酸 ( $C_2H_7NO_3S$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

$W_S$ : アミノエチルスルホン酸標準品の量 (mg)

$W_T$ : アミノエチルスルホン酸散の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のアミノエチルスルホン酸 ( $C_2H_7NO_3S$ ) の表示量 (mg)

アミノエチルスルホン酸標準品  $C_2H_7NO_3S$  : 125.15 2 - アミノエタンスルホン酸で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は無色又は白色の結晶、若しくは白色の結晶性の粉末でにおいはない。

### 確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 20) 5mL に希塩酸 5 滴及び亜硝酸ナトリウム試液 5 滴を加えるとき、泡立ち、発生するガスは無色である。
- (2) 本品 0.5g に水酸化ナトリウム試液 7.5mL を加え、徐々に加熱して蒸発乾固し、更に 500 で 2 時間強熱して分解し、残留物に水 5mL を加え振り混ぜた後、ろ過し、ペンタシアノニトロシル鉄( ) 酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (3) 本品及び薄層クロマトグラフ用アミノエチルスルホン酸 0.1g ずつをとり、それぞれを水 20mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、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 2  $\mu L$  ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール (95) / 水混液 (63 : 37) を展開溶媒として、約 10cm 展開した後、薄層板を風乾す

る。これにニンヒドリン溶液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し，それらのRf値は等しい。

乾燥減量 0.20%以下（1g，105℃，2時間）

強熱残分 0.10%以下（1g）

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し，その約0.2gを精密に量り，水50mLを加えて溶かし，ホルムアルデヒド液5mLを加え，0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液3滴）。同様の方法で空試験を行い，補正する。  
0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1mL = 12.515mg C<sub>2</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>3</sub>S

薄層クロマトグラフ用アミノエチルスルホン酸 アミノエチルスルホン酸標準品の規格に適合するもの。ただし，確認試験（3）を準用し，試験を行うとき，Rf値約0.6の主スポット以外のスポットを認めないもの。

ニンヒドリン溶液 ニンヒドリン0.3gを1-ブタノールに溶かし，100mLとする。

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     |
|-----------------|----------|---------|-----------------|---------|--------------|
| 塩酸ジルチアゼム        | 徐放性カプセル剤 | 100mg   | ヘルベッサ R100      | OZ070   | 田辺製薬(株)      |
|                 |          | 200mg   | ヘルベッサ R200      | 15002   |              |
| アンピロキシカム        | カプセル剤    | 13.5mg  | フルカムカプセル 13.5mg | 106601A | ファイザ-製薬(株)   |
|                 |          | 27mg    | フルカムカプセル 27mg   | 006703A |              |
| テノキシカム          | 錠剤       | 10mg    | フィルコシル錠 10      | K001061 | 日本ロシ(株)      |
|                 |          | 20mg    | フィルコシル錠 20      | K0010Z1 |              |
| セフィキシム          | 細粒剤      | 50mg/g  | セフスパン細粒 50mg    | 3120    | 藤沢薬品工業(株)    |
| セフトニル           | 細粒剤      | 100mg/g | セフトン細粒小児用       | 7640    | 藤沢薬品工業(株)    |
| ペンズプロマロン        | 錠剤       | 25mg    | グリノム 25mg       | JZE062  | 鳥居薬品(株)      |
|                 |          | 50mg    | グリノム            | HZJ027  |              |
| オキサゾラム          | 散剤       | 100mg/g | セナール散 10%       | LM091   | 三共(株)        |
|                 | 細粒剤      | 100mg/g | ヘルサル細粒          | 1D26H7  | (株)エイ        |
|                 | 錠剤       | 5mg     | セナール錠 5         | LY004   | 三共(株)        |
|                 |          | 10mg    | セナール錠 10        | LX018   |              |
|                 |          | 20mg    | ヘルサル 20         | 1D17D3  |              |
| オキサゾラム          | 散剤       | 10mg/g  | セパゾン散 1%        | LW102   | 三共(株)        |
|                 |          | 1mg     | セパゾン錠 1         | LP008   |              |
|                 |          | 2mg     | セパゾン錠 2         | MA195   |              |
| フルシチジン          | 細粒剤      | 1mg/g   | エリスパン細粒         | PT083   | 住友製薬(株)      |
|                 | 錠剤       | 0.25mg  | エリスパン錠 0.25     | SK835   |              |
| メキサゾラム          | 細粒剤      | 1mg/g   | メックス細粒          | LL060   | 三共(株)        |
|                 | 錠剤       | 0.5mg   | メックス錠 0.5mg     | LX114   |              |
|                 |          | 1mg     | メックス錠 1mg       | LN053   |              |
| 塩酸メチルミン         | 錠剤       | 250mg   | メルビン錠           | SC092   | 住友製薬(株)      |
|                 |          |         | グリコラン錠          | 1419DI  | 日本新薬(株)      |
| リン酸エストラムスチナトリウム | カプセル剤    | 156.7mg | エストラサイトカプセル     | 514GI   | 日本新薬(株)      |
| 塩酸ツロプテロール       | 錠剤       | 1mg     | ホクナリン錠          | 0M11    | 北陸製薬(株)      |
|                 |          |         | ヘラチン錠           | BL01    | 三菱ウエルファーマ(株) |
|                 | シロップ用剤   | 1mg/g   | ホクナリントライシロップ    | 1E21    | 北陸製薬(株)      |
|                 |          |         | ヘラチントライシロップ     | BK04    | 三菱ウエルファーマ(株) |
| 塩酸メキシフェナミン      | 錠剤       | 100mg   | フェタミン錠「トワ」      | K04001  | 東和薬品(株)      |
| テオフィリン          | 徐放性錠剤    | 50mg    | テオロン錠 50mg      | OZA20M  | I-サー(株)      |
|                 |          |         | テオドール錠 50       | BN1     | 三菱ウエルファーマ(株) |
| 硫酸テルブタリン        | 細粒剤      | 10mg/g  | ブリーカニル細粒        | 4850    | 藤沢薬品工業(株)    |
|                 | 錠剤       | 2mg     | ブリーカニル錠         | 02200   | アストラセネカ(株)   |

|             |    |         |          |         |            |
|-------------|----|---------|----------|---------|------------|
| イトスキシド      | 散剤 | 500mg/g | エピレオチマル散 | 14A41M  | エーザイ(株)    |
| トリメタジオン     | 散剤 | 667mg/g | ミノアレピチン散 | 2111    | 大日本製薬(株)   |
| アミノフィリン     | 錠剤 | 100mg   | ネオフィリン錠  | 14A84S  | サノール(株)    |
| ジプロロフィリン    | 末剤 | 1g/g    | ネオフィリンM末 | 16B35M  | エーザイ(株)    |
| プロキシフィリン    | 末剤 | 1g/g    | モノフィリン   | CN2202  | 日本医薬品工業(株) |
|             | 錠剤 | 100mg   | モノフィリン錠  | AT0501  |            |
| ヘスナリン       | 錠剤 | 60mg    | アキンZ錠60  | 1C89ZA1 | 大塚製薬(株)    |
| アミノエチルスルホン酸 | 散剤 | 980mg/g | タリン散「大正」 | 020H1   | 大正製薬(株)    |

## 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  |
|-----------------|----------|---------|------------------|----------|-------|
| 塩酸ソルチアゼム        | 徐放性カプセル剤 | 100mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 38201 |
|                 |          | 200mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 38202 |
| アピロキシカム         | カプセル剤    | 13.5mg  | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4104A |
|                 |          | 27mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4104B |
| テノキシカム          | 錠剤       | 10mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4113A |
|                 |          | 20mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4113B |
| セフィキシム          | 細粒剤      | 50mg/g  | 1.2, 6.8, 7.5, 水 | 50       | 4124A |
| セフジニル           | 細粒剤      | 100mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4125A |
| ペンシプロロン         | 錠剤       | 25mg    | 1.2, 6.8, 8.0, 水 | 75       | 4128A |
|                 |          | 50mg    | 1.2, 6.8, 8.0, 水 | 75       | 4128B |
| オキサザラム          | 散剤       | 100mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4203A |
|                 | 細粒剤      | 100mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4203B |
|                 | 錠剤       | 5mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4203C |
|                 |          | 10mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4203D |
|                 |          | 20mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4203E |
| オキサザラム          | 散剤       | 10mg/g  | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4204A |
|                 | 錠剤       | 1mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4204B |
|                 |          | 2mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4204C |
| カルシウム           | 細粒剤      | 1mg/g   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4210A |
|                 | 錠剤       | 0.25mg  | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4210B |
| メキサラム           | 細粒剤      | 1mg/g   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4216A |
|                 | 錠剤       | 0.5mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4216B |
|                 |          | 1mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4216C |
| 塩酸メホルミン         | 錠剤       | 250mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4228A |
| リン酸エストラムスチナトリウム | カプセル剤    | 156.7mg | 1.2, 5.0, 6.8, 水 | 50       | 4229A |
| 塩酸ソプロテロール       | 錠剤       | 1mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4301A |
|                 | シロップ用剤   | 1mg/g   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4301B |
| 塩酸メキシフェナミン      | 錠剤       | 100mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4304A |
| テオフィリン          | 徐放性錠剤    | 50mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4305A |
| 硫酸テルブタリン        | 細粒剤      | 10mg/g  | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4308A |
|                 | 錠剤       | 2mg     | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4308B |
| エトスクシミド         | 散剤       | 500mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4316A |
| トリメタゾロン         | 散剤       | 667mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4321A |
| アミノフィリン         | 錠剤       | 100mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4324A |
| ジプロピリン          | 末剤       | 1g/g    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50       | 4327A |

|             |    |         |                  |    |       |
|-------------|----|---------|------------------|----|-------|
| プロピシリン      | 末剤 | 1g/g    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50 | 4329A |
|             | 錠剤 | 100mg   | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50 | 4329B |
| ヘスナリン       | 錠剤 | 60mg    | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50 | 4330A |
| アミノエチルスルホン酸 | 散剤 | 980mg/g | 1.2, 4.0, 6.8, 水 | 50 | 4332A |

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）

以上、試験液及び回転数以外の溶出試験の詳細については、平成10年7月15日医薬審第595号厚生省医薬安全局審査管理課長通知「医療用医薬品の品質に係る再評価の実施手順等について」を参照すること。