

アンピシリン 125mg(力価)・クロキサシリンナトリウム 125mg(力価)錠
Ampicillin 125mg (potency) and Cloxacillin Sodium 125mg (potency) Tablets

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 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。別にアンピシリン標準品及びクロキサシリンナトリウム標準品約28mg(力価)に対応する量をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにクロキサシリンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 450$$

クロキサシリンナトリウム($C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 450$$

W_{Sa} : アンピシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_{Sb} : クロキサシリンナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

C_a : 1錠中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量 [mg(力価)]

C_b : 1錠中のクロキサシリンナトリウム($C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S$)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15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/液体クロマトグラフィー用メタノール/テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液(1 \rightarrow 10)/薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)混液(250 : 250 : 5 : 1)

流量 : アンピシ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 5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アンピシリン、クロキサシリンの順に溶出し、その分離度は4以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンピシリン及びクロキサシリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
アンピシリン	125mg(力価)	30 分	85%以上
クロキサシリンナトリウム	125mg(力価)		80%以上

アンピシリン 125mg(力価)・クロキサシリンナトリウム 125mg
(力価)カプセル

Ampicillin 125mg (potency) and Cloxacillin Sodium 125mg (potency) Capsules

溶出性〈6.10〉本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 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。別にアンピシリン標準品及びクロキサシリンナトリウム標準品約28mg(力価)に対応する量をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにクロキサシリンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 450$$

クロキサシリンナトリウム($C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 450$$

W_{Sa} : アンピシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_{Sb} : クロキサシリンナトリウム標準品の秤取量 [mg(力価)]

C_a : 1カプセル中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量 [mg(力価)]

C_b : 1カプセル中のクロキサシリンナトリウム($C_{19}H_{17}ClN_3NaO_5S$)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15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/液体クロマトグラフィー用メタノール/テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液(1 \rightarrow 10)/薄めたリン酸(1 \rightarrow 10)混液(250 : 250 : 5 : 1)

流量 : アンピシ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5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、アンピシリン、クロキサシリンの順に溶出し、その分離度は4以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンピシリン及びクロキサシリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
アンピシリン	125mg(力価)	30分	80%以上
クロキサシリンナトリウム	125mg(力価)		85%以上

モサプラミン塩酸塩顆粒 Mosapramine Hydrochloride Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いモサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)約 25mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にモサプラミン塩酸塩標準品を $105^\circ C$ で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長 252nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

モサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

W_S : モサプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のモサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

モサプラミン塩酸塩標準品 $C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$: 551.98 (±)-3-クロロ-5-[3-(2-オキソ-1,2,3,5,6,7,8,8a-オクタヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン-3-スピロ-4'-ペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピンジヒドロクロライドで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 本操作は遮光して行う。モサプラミン塩酸塩 30g に水 100mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、アンモニア試液 50mL を加えて更に 5 分間振り混ぜる。ジエチルエーテル 700mL を加えて振り混ぜた後、ジエチルエーテル層を分取する。このジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 30g を加えた後、直ちに吸引ろ過する。ろ液を $30^\circ C$ で減圧留去した後、残留物を軽く粉碎し、デシケーター(減圧、酸化リン(V))で 1 時間乾燥する。この残留物 25g にエタノー

ル(99.5)280mL を加え、80℃の水浴中で加温して溶かした後、熱時吸引ろ過する。ろ液を1時間氷冷した後、更に冷蔵庫内で40時間放置する。析出した結晶をろ取し、デシケーター(減圧、酸化リン(V))で1時間乾燥する。この結晶14gに0.5mol/L塩酸試液120mLを加え、激しく振り混ぜて溶かした後、ろ過する。ろ液を室温で一夜放置し、析出した結晶をろ取し、デシケーター(減圧、酸化リン(V))で5時間乾燥する。

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〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2950cm^{-1} 、 1721cm^{-1} 、 1589cm^{-1} 、 1474cm^{-1} 及び 756cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.15gを移動相10mL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200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。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、試料溶液のモサプラミンに対する保持時間比約0.7の3-クロロ-5-[3-(2-オキソ-2,3,5,6,7,8-ヘキサヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン-3-スピロ-4'-ピペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピン及びモサプラミンに対する保持時間比約0.8の5-[3-(2-オキソ-1,2,3,5,6,7,8,8a-オクタヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン-3-スピロ-4'-ピペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} は、それぞれ標準溶液のモサプラミンのピーク面積 A_s の3/5より大きくなく、試料溶液のモサプラミンに対する保持時間比約4のクロロイミノジベンジルのピーク面積 A_{Tc} の1/6は、 A_s の1/5より大きくなく、試料溶液の上記の物質以外の類縁物質の各々のピーク面積は、それぞれ A_s の1/5より大きくない。また、 A_{Ta} 、 A_{Tb} 、 A_{Tc} の1/6及びその他の類縁物質のピーク面積の合計は、 A_s 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：280nm)

カラム：内径4.6mm、長さ25cmのステンレス管に10 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム7.0gを水1000mLに溶かし、過塩素酸を加え、pH2.5に調整する。この液900mLにアセトニトリル1100mLを加える。

流量：モサプラミンの保持時間が約6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モサプラミンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする．この液 10 μ L から得たモサプラミンのピーク面積が標準溶液のモサプラミンのピーク面積の 7~13%になることを確認する．

システムの性能：本品 0.1g 及びベンゾフェノン 30mg をとり，移動相に溶かし，100mL とする．この液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，モサプラミン，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 4 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，モサプラミン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 <2.4I> 0.5%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

含量 99.0%以上. 定量法 本品を乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，ギ酸 3.0mL に溶かし，無水酢酸 60mL を加え，0.1mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 27.60mg $C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$

モサプラミン塩酸塩錠 Mosapramine Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にモサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)約 11.2 μ g を含む液となるように移動相/水混液(4 : 1)を加えて正確に V 'mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にモサプラミン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 28mg 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、移動相/水混液(4 : 1)を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、移動相/水混液(4 : 1)を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のモサプラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

モサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 36$$

W_S : モサプラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のモサプラミン塩酸塩($C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80%以上
25mg	30 分	80%以上
50mg	30 分	80%以上

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 253nm)

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

カラム温度 : 30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし，1000mL とする．この液 400mL をとり，アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える．

流量：モサプラミンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，モサプラミ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 5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，モサプラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

モサプラミン塩酸塩標準品 $C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$: 551.98 (\pm)-3-クロロ-5-[3-(2-オキシ-1,2,3,5,6,7,8,8a-オクタヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン-3-スピロ-4'-ペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピンジヒドロクロライドで，下記の規格に適合するもの．必要な場合には次に示す方法により精製する．

精製法 本操作は遮光して行う．塩酸モサプラミン 30g に水 100mL を加えて 5 分間振り混ぜた後，アンモニア試液 50mL を加えて更に 5 分間振り混ぜる．ジエチルエーテル 700mL を加えて振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取する．このジエチルエーテル層に無水硫酸ナトリウム 30g を加えた後，直ちに吸引ろ過する．ろ液を 30 $^{\circ}$ C で減圧留去した後，残留物を軽く粉碎し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で 1 時間乾燥する．この残留物 25g にエタノール(99.5)280mL を加え，80 $^{\circ}$ C の水浴中で加温して溶かした後，熱時吸引ろ過する．ろ液を 1 時間氷冷した後，更に冷蔵庫内で 40 時間放置する．析出した結晶をろ取し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で 1 時間乾燥する．この結晶 14g に 0.5mol/L 塩酸試液 120mL を加え，激しく振り混ぜて溶かした後，ろ過する．ろ液を室温で一夜放置し，析出した結晶をろ取し，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で 5 時間乾燥する．

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 <2.25> の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2950 cm^{-1} ，1721 cm^{-1} ，1589 cm^{-1} ，1474 cm^{-1} 及び 756 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.15g を移動相 10mL 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 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のモサプラミンに対する保持時間比約 0.7 の 3-クロロ-5-[3-(2-オキシ-2,3,5,6,7,8-ヘキサヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン

-3-スピロ-4'-ピペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピン及びモサプラミンに対する保持時間比約 0.8 の 5-[3-(2-オキノ-1,2,3,5,6,7,8,8a-オクタヒドロイミダゾ[1,2-a]ピリジン-3-スピロ-4'-ピペリジノ)プロピル]-10,11-ジヒドロ-5H-ジベンズ[b,f]アゼピンのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Tb} は、それぞれ標準溶液のモサプラミンのピーク面積 A_s の 3/5 より大きくなく、試料溶液のモサプラミンに対する保持時間比約 4 のクロロイミノジベンジルのピーク面積 A_{Tc} の 1/6 は、 A_s の 1/5 より大きくなく、試料溶液の上記の物質以外の類縁物質の各々のピーク面積は、それぞれ A_s の 1/5 より大きくない。また、 A_{Ta} 、 A_{Tb} 、 A_{Tc} の 1/6 及びその他の類縁物質のピーク面積の合計は、 A_s 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：280nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 25cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.0g を水 1000mL に溶かし、過塩素酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 900mL にアセトニトリル 1100mL を加える。

流量：モサプラミンの保持時間が約 6 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モサプラミンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 10 μ L から得たモサプラミンのピーク面積が標準溶液のモサプラミンのピーク面積の 7~13% になることを確認する。

システムの性能：本品 0.1g 及びベンゾフェノン 30mg をとり、移動相に溶かし、100mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、モサプラミン、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、モサプラミン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 <2.4I> 0.5% 以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)

含量 99.0% 以上. 定量法 本品を乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、ギ酸 3.0mL に溶かし、無水酢酸 60mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 27.60mg $C_{28}H_{35}ClN_4O \cdot 2HCl$

ペルフェナジンフェンジゾ酸塩散
Perphenazine Fendizoate Powder

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いペルフェナジンフェンジゾ酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$)約 10mg に対応する量を精密に量り、試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu m$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 4mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品を $105^\circ C$ で 3 時間乾燥し、その約 38mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 6mL を正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に 10mL 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ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のペルフェナジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ペルフェナジンフェンジゾ酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 27$$

W_S : ペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g中のペルフェナジンフェンジゾ酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 256nm)

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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : $30^\circ C$ 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし, 1000mLとする。この液400mLをとり, アセトニトリル300mL及び過塩素酸1mLを加える。

流量 : ペルフェナジンの保持時間が約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, ペル

フェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25.76mg/g	60分	70%以上

ペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品 $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$:

1040.61 4-[3-(2-クロロフェノチアジン-10-イル)プロピル]-1-ピペラジンエタノール ジ-2-[(6-ヒドロキシ-(1,1'ビフェニル)-3-イル)カルボニル]ベンゾエイトで、下記の規格に適合するもの。

性状：本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は光により変化する。

融点〈2.60〉約 210 $^{\circ}$ C(分解)

確認試験

- (1)本品のメタノール溶液(1 \rightarrow 100000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により紫外吸収スペクトルを測定するとき、波長 253~257nm 及び 285~291nm に吸収の極大を示す。
- (2)本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1649 cm^{-1} , 1583 cm^{-1} , 1458 cm^{-1} , 1393 cm^{-1} 及び 1129 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 10mg をとり、移動相を加えて溶かした後、20mL とし、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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 7 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のペルフェナジン以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のペルフェナジンのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液のペルフェナジンのピーク面積の2倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 4.6mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.361g を水に溶かし、1000mL とする。
この液に水酸化カリウム 1g を水に溶かし 10mL とした液を加えて、
pH6.5 になるよう調整する。この液 300mL をとり、アセトニトリル
700mL を加える。

流量：ペルフェナジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：フェンジゾ酸のピークの後からペルフェナジンの保
持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に
10mL とする。この液 7 μ L から得たペルフェナジンのピーク面積が
標準溶液のペルフェナジンのピーク面積の 14~26% になることを
確認する。

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸プロピル各 10mg を
とり、移動相を加えて 200mL とする。この液 7 μ L につき、上記の
条件で操作するとき、フェンジゾ酸、パラオキシ安息香酸プロピ
ル、ペルフェナジンの順に溶出し、パラオキシ安息香酸プロピル
及びペルフェナジンの分離度が 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 7 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回
繰り返すとき、ペルフェナジン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 (2.41) 1.0% 以下 (0.5g, 105°C, 3 時間)。

含量 99.0% 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 1.0g を精密に量り、アセ
トン 30mL を加えて溶かし、酢酸(100)30mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で
滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 52.03mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O$

ペントキシベリンクエン酸塩散 Pentoxiverine Citrate Powder

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 約 30mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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、溶出試験第 1 液 4mL を正確に加えて試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液 4mL を正確に加えて標準溶液とする。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ィー 〈2.01〉 により試験を行い、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 135$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液 (600 : 400 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作すると

き、ペントキシベ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、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15分	75%以上

グアイフェネシン末 Powdered Guaifenesin

溶出性 <6.10> 本品のグアイフェネシン($C_{10}H_{14}O_4$)約 0.1g に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にグアイフェネシン標準品を 60°C で 3 時間乾燥し、その約 30mg 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 <2.24> 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。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

グアイフェネシン($C_{10}H_{14}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 360$$

W_S : グアイフェネシン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のグアイフェネシン($C_{10}H_{14}O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	15 分	80%以上

フェニトイン 67mg・フェノバルビタール 33mg 錠
Phenytoin 67mg and Phenobarbital 33mg Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にポリソルベート 80.3g に水 1000 mL を加えた液 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温したポリソルベート 80.3g に水 1000 mL を加えた液 20mL を正確に注意して補う。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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にフェニトイン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$)約 $70\mu\text{g}$ 及びフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)約 $40\mu\text{g}$ を含む液となるようにポリソルベート 80.3g に水 1000 mL を加えた液を加えて正確に $V\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にフェニトイン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(1)とする。また、フェノバルビタール標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)10mL ずつを正確に量り、ポリソルベート 80.3g に水 1000 mL を加えた液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のフェニトインのピーク面積 $A_{\text{Ta}(n)}$ 及び A_{Sa} 並びにフェノバルビタールのピーク面積 $A_{\text{Tb}(n)}$ 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるフェニトイン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 3$)

$$= W_{\text{Sa}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Ta}(n)}}{A_{\text{Sa}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Ta}(i)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_a} \times 360$$

n 回目の溶出液採取時におけるフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)($n=2$)

$$= W_{\text{Sb}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Tb}(n)}}{A_{\text{Sb}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Tb}(i)}}{A_{\text{Sb}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_b} \times 180$$

W_{Sa} : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

C_a : 1錠中のフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の表示量(mg)

C_b : 1錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 258nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 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, 薄めたリン酸(1 \rightarrow 5)を加えて pH3.0 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする. この液 450mL にメタノール 550mL を加える.

流量 : フェニトインの保持時間が約 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 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, フェノバルビタール, フェニトインの順に溶出し, その分離度は 2.0 以上である.

システムの再現性 : 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, フェノバルビタール及びフェニトインのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0% 以下である.

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
フェニトイン	67mg	10 分	70%以下
		120 分	70%以上
フェノバルビタール	33mg	15 分	85%以上

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局).

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).

アンピシリン顆粒

Ampicillin Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)約 500mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にアンピシリン標準品約 50mg(力価)に対応する量を精密に量り、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 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$$

W_S : アンピシリン標準品の秤取量 [mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)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 : 230nm)

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

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二アンモニウム 5.94g を水 850mL に加えて溶かした液に、アセトニトリル 100mL を加える。この液をリン酸で pH5.0 に調整した後、更に水を加えて正確に 1000mL とする。

流量 : アンピシリンの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アンピシ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価) / g	15分	85%以上

アンピシリンカプセル Ampicillin Capsules

溶出性 a <6.10> 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)約 0.28mg(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし，試料溶液とする。別にアンピシリン標準品約 28mg(力価)に対応する量を精密に量り，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 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い，それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 900$$

W_S : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)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：230nm)

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

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94g を水 850mL に加えて溶かした液に，アセトニトリル 100mL を加える。この液をリン酸で pH5.0 に調整した後，更に水を加えて正確に 1000mL とする。

流量：アンピシリンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アンピシ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 4000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg(力価)	90分	70%以上

溶出性 b <6.10> 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)約 0.56mg(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし，試料溶液とする。別にアンピシリン標準品約 50mg(力価)に対応する量を精密に量り，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 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い，それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する
本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 900$$

W_S : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

C : 1 カプセル中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)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：230nm)

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

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 5.94g を水 850mL に加えて溶かした液に，アセトニトリル 100mL を加える。この液をリン酸で pH5.0 に調整した後，更に水を加えて正確に 1000mL とする。

流量：アンピシリンの保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アンピシ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 4000 段以上，1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg(力価)	60分	75%以上

アンピシリンドライシロップ Ampicillin Dry Syrup

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)約 250mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にアンピシリン標準品約 28mg(力価)に対応する量を精密に量り、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 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のアンピシリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

アンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$$

W_S : アンピシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のアンピシリン($C_{16}H_{19}N_3O_4S$)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 : 230nm)

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

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸水素二アンモニウム 6.6g を水 1000mL に溶かし、アセトニトリル 130mL を加える。この液にリン酸を加え、pH6.25 に調整する。

流量 : アンピシリンの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アンピシ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価)/g	15分	85%以上

ミトタンカプセル Mitotane Capsules

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 100mL とした液 900mL を用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL を正確にとり，直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温したポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 100mL とした液 20mL を正確に注意して補う．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 $V\text{mL}$ を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にミトタン ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$) 約 0.56mg を含む液となるようにポリソルベート 80 1g に溶出試験第 2 液を加えて 100mL とした液を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし，試料溶液とする．別にミトタン標準品を 60°C で 3 時間減圧 ($3.3 \sim 6.7\text{kPa}$) 乾燥し，その約 28mg を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 50mL 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ィー <2.01> により試験を行い，それぞれの液のミトタンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

n 回目の溶出液採取時におけるミトタン ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left(\frac{A_T(n)}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_T(i)}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right) \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_S : ミトタン標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のミトタン ($\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{Cl}_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 0.27g をとり，水を加えて溶かし 200mL とし， 0.05mol/L 水酸化カリウム試液を加えて pH5.5 に調整する．この液 200mL にアセトニトリル 800mL を加える．

流量 : ミトタンの保持時間が約 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 10 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ミトタンのピークの理論段数およびシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ミトタンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg	60分	15～45%
	3時間	35～65%
	24時間	75%以上

ミトタン標準品 $C_{14}H_{10}Cl_4$: 320.04 1,1-Dichloro-2-(2-chlorophenyl)-2-(4-chlorophenyl)ethane で，下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶である。

確認試験 本品 50mg をエタノール(95) 100mL に溶かし，試料原液とする。

試料原液 2mL をとりエタノール(95)を加えて 100mL とした液を試料溶液(1)とする。また，試料原液 8mL をとりエタノール(95)を加えて 20mL とした液を試料溶液(2)とする。試料溶液(1)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 228～231nm に吸収の極大を示す。また，試料溶液(2)につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 259～262nm，265～268nm 及び 273～276nm に吸収の極大を示す。259～262nm，265～268nm 及び 273～276nm の極大吸収波長における吸光度を A_1 ， A_2 及び A_3 とするとき， A_1/A_2 は 0.84～0.89， A_3/A_2 は 0.66～0.71 である。

融点 〈2.60〉 75～79 $^{\circ}$ C

類縁物質 本品約 30mg をとりアセトニトリル 50mL を加えて溶かし，試料溶液とする。試料溶液 5 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。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ミトタン以外のピーク面積を求めるとき，ミトタンに対する相対保持時間約 0.9 の 1,1-ジクロロ-2,2-ビス(4-クロロフェニル)エタン(pp'-DDD)のピーク及び相対保持時間約 1.7 の 1,1,1-トリクロロ-2-(2-クロロフェニル)-2-(4-クロロフェニル)エタン(op'-DDT)のピークは，それぞれ 0.5%以下及び 0.1%以下である。また，ミトタン以外のピークの合計面積は 1.0%以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径 4mm，長さ 30cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 0.27g をとり，水を加えて溶かし 200mL とし，0.05mol/L 水酸化カリウム試液を加えて pH5.5 に調整する．この液 200mL にアセトニトリル 800mL を加える．

流量：ミトタンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミトタンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL にアセトニトリルを加えて 10mL とする．

この液 1mL にアセトニトリルを加えて 50mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 50mL とする．この液 5 μ L から得たミトタンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のミトタンのピーク面積の 7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ミトタ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 8000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ミトタン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 <2.41> 0.5%以下(1g，減圧・3.3～6.7kPa，60℃，3 時間)．

含量 99.5%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 40mg を精密に量り，0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5mL 及び水 20mL の混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法 <1.06> によって分解した後，よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させて検液とする．検液を薄めた 0.2mol/L 水酸化ナトリウム試液(1→2)で中和し，硝酸 2mL，ニトロベンゼン 4mL 及び硫酸アンモニウム鉄(III)試液 2mL を加え，0.1mol/L 硝酸銀液 10mL を正確に加え，過量の硝酸銀を 0.05mol/L チオシアン酸カリウム液で滴定 <2.50> する．ただし，滴定の終点は液が赤色になるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.1mol/L 硝酸銀液 1 mL = 2.000mg $C_{14}H_{10}Cl_4$

0.05mol/L チオシアン酸カリウム液

1000 mL 中チオシアン酸カリウム(KSCN : 97.18)4.859g を含む.

調製 チオシアン酸カリウム 5g を水に溶かし, 1000mL とし, 次の標定を行う.

標定 0.1mol/L 硝酸銀液 10mL を正確に量り, 水 20mL, 硝酸 2mL 及び硫酸アンモニウム鉄(III)試液を加え, 振り動かしながら, 調製したチオシアン酸カリウム液で持続する赤褐色を呈するまで滴定し, ファクターを計算する.

注意 : 遮光して保存する.

トコフェロールニコチン酸エステル細粒 Tocopherol Nicotinate Fine Granules

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いトコフェロールニコチン酸エステル ($C_{35}H_{53}NO_3$)約 0.2g に対応する量を精密に量り、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 22mg を精密に量り、エタノール(99.5) 5mL に溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)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 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 900$$

W_S : トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 264nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : メタノール

流量 : トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トコフェロールニコチン酸エステ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 2500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対

標準偏差は1.5%以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
400mg/g	15分	80%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に, クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え, pH 6.8 に調整する.

トコフェロールニコチン酸エステルカプセル Tocopherol Nicotinate Capsules

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500) 900mL を用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)約 0.11mg を含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)を加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロールニコチン酸エステル標準品約 22mg を精密に量り、エタノール(99.5) 10 mL に溶かした後、ラウリル硫酸ナトリウムの pH 6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)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 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行い、それぞれの液のトコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 450$$

W_S : トコフェロールニコチン酸エステル標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のトコフェロールニコチン酸エステル($C_{35}H_{53}NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 264nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : メタノール

流量 : トコフェロールニコチン酸エステルの保持時間が約 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 10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、
トコフェロールニコチン酸エステ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2500段以上、1.5以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰
り返すとき、トコフェロールニコチン酸エステルのピーク面積の相対
標準偏差は1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	15分	70%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液，pH 6.8 0.05mol/L リン酸水素
二ナトリウム試液 1000mL に，クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして
1000mL とした液を加え，pH 6.8 に調整する。