

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

Chlorpheniramine Maleate 3 mg/g, Salicylamide 270 mg/g, Acetaminophen 150 mg/g and Anhydrous Caffeine 30 mg/g Powders

溶出性〈6.10〉 本品 1g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，パドル法により，毎分 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 25mL 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(1)とする．試料溶液(1)15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，試料溶液(2)とする．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に，クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 17mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．この液 15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(2)及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

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

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径4.6mm，長さ15cmのステンレス管に5 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：1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸(1→1000)溶液
(1→500)／アセトニトリル混液(7：3)

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約8分になるように調整する。

システム適合性

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

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

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

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

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

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

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

W_{Sa} ：サリチルアミド標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} ：アセトアミノフェン標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} ：無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_T ：本品の秤取量(g)

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

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

C_c: 1g 中の無水カフェイン(C₈H₁₀N₄O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 270nm)

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

カラム温度: 40°C付近の一定温度.

移動相: 水/メタノール/酢酸(100)混液(88:11:1)

流量: カフェインの保持時間が約13分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10μLにつき, 上記の条件で操作するとき, アセトアミノフェン, サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し, アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ3以上である.

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

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	3mg/g	15分	75%以上
サリチルアミド	270mg/g		80%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		80%以上
無水カフェイン	30mg/g		85%以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, サリチルアミド(C₇H₇NO₂)99.0%以上含むもの.

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, カフェイン(C₈H₁₀N₄O₂)99.0%以上含むもの.

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

**Chlorpheniramine Maleate 3 mg/g, Salicylamide 270 mg/g,
Acetaminophen 150 mg/g and Anhydrous Caffeine 30 mg/g
Granules**

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，パドル法により，毎分 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 30mL を正確にとり，直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した水 30mL 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，次のろ液を試料溶液とする．溶出試験開始 15 分後及び 45 分後に採取した溶出液から得た試料溶液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．試料溶液(1)15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，試料溶液(3)とする．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に，クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し，その約 17mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．この液 15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(3)及び標準溶液 50 μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\cdot\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\cdot\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。
システム適合性

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

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

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

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

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

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

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

W_{Sa} ：サリチルアミド標準品の秤取量(mg)

W_{sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量(mg)

W_{sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

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

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 270nm)

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

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度.

移動相 : 水/メタノール/酢酸(100)混液(88 : 11 : 1)

流量 : カフェインの保持時間が約 13 分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, アセトアミノフェン, サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し, アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ 3 以上である. また, それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上, 2.0 以下である.

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

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	3mg/g	15 分	80%以上
サリチルアミド	270mg/g	45 分	80%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		80%以上
無水カフェイン	30mg/g		85%以上

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

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)99.0%以上を含むもの。

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

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

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

溶出性〈6.10〉 本品約 2g 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。ただし，試料は試験液に分散するように投入する。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 30mL を正確にとり，孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き，次のろ液を試料溶液(1)とする。試料溶液(1)15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

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

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

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 6$$

W_S : クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 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 : 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸(1 \rightarrow 1000)溶

液(1→500)/アセトニトリル混液(7 : 3)

流量: クロルフェニラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。
システム適合性

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

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

サリチルアミド・アセトアミノフェン・無水カフェイン

別に, 無水カフェイン標準品を 80 $^{\circ}$ Cで 4 時間乾燥し, その約 17mg を
精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100mL とし, 標準原液とする。また,
シリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約
30mg 及び 105 $^{\circ}$ Cで 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を
精密に量り, 水約 50mL に溶かした後, 標準原液 20mL を正確に加え,
更に水を加えて正確に 300mL とし, 標準溶液とする。試料溶液(1)及び
標準溶液 30 μ L ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
(2.01) により試験を行い, それぞれの液のサリチルアミドのピーク面
積 A_{Ta} 及び A_{Sa} , アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} , 並びに
カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

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

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

W_{Sa} : サリチルアミド標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : アセトアミノフェン標準品の秤取量(mg)

W_{Sc} : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

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

C₀: 1g 中の無水カフェイン(C₈H₁₀N₄O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

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

移動相：水/メタノール/酢酸(100)混液(88：11：1)

流量：カフェインの保持時間が約 13 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 30μL につき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，サリチルアミド及びカフェインの順に溶出し，アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ 3 以上である。また，それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上，2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 30 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトアミノフェン，サリチルアミド及びカフェインのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	0.5mg/g	15 分	85%以上
サリチルアミド	45mg/g		80%以上
アセトアミノフェン	25mg/g		80%以上
無水カフェイン	5mg/g		85%以上

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩(C₁₆H₁₉ClN₂·C₄H₄O₄)99.0%以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」。ただし，乾燥したものを定量するとき，サリチルアミド(C₇H₇NO₂)99.0%以上を含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン(日局)。ただし，乾燥し

たものを定量するとき、アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)99.0%以上を含むもの。

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

ロメリジン塩酸塩錠 Lomerizine Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、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 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)約 5.6 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて V mL とし、試料溶液とする。別にロメリジン塩酸塩標準品を室温で 3 時間減圧乾燥し、その約 28mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のロメリジンのピーク面積 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。

ロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
 $=W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$

W_S : ロメリジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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

カラム温度 : 50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 250mL にメタノール 750mL を加える。

流量 : ロメリジンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロメリジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 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、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5 mg	15 分	80%以上

ロメリジン塩酸塩標準品 $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$: 541.46 1-[Bis(4-fluorophenyl)methyl]-4-(2,3,4-trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1)本品のメタノール溶液(1→4000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、263～267nm 及び 270～274nm 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 2320cm^{-1} 及び 1512cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265nm)

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：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 250mL にメタノール 750mL を加える。

流量：ロメリジンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメリジンの保持時間の約 2

倍の範囲.

システム適合性

検出の確認：標準溶液 7mL 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 から得たロメリジンのピーク面積が，標準溶液のロメリジンの面積の 65～75%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ロメリジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，0.4～1.2 である．

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

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

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

W_T ：試料の秤取量(g)

0.782：アセトニトリルの密度(g/mL)

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

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.75mm，長さ 60m のガラス管の内面にガスクロマトグラフィー用エチレングリコールポリマーを膜厚 1.0 μ m で被覆する．

カラム温度：100 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入部温度：140 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

検出器温度：220 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：アセトニトリルの保持時間が約 5 分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 3 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，アセトニトリル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 8.5 以上である。

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

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

含量 99.5%以上. 定量法 本品を乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，無水酢酸 100mL を加えて溶かし，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 = 27.07mg $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$

試薬・試液

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

密度 <2.56> (20 $^{\circ}$ C) 0.749g/mL

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩細粒
Promethazine Methylenedisalicylate Fine Granules

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いプロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)約 13.5mg に対応する量を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、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 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にプロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 15mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、溶出試験第 1 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 249nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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

W_S : プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
135mg/g	90 分	70%以上

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

レボチロキシナトリウム散 Levothyroxine Sodium Powder

溶出性〈6.10〉本品の表示量に従いレボチロキシナトリウム ($C_{15}H_{10}I_4NNaO_4$) 約 0.1mg 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 (ただし、試料は試験液に分散するように投入する) 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 5mL 以上をとり、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にレボチロキシシン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として、60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 27mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のレボチロキシシンのピーク面積 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。

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

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/25) \times 1.028$$

W_S : レボチロキシシン標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

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

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 223nm)

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

カラム温度 : 35°C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/水/リン酸混液 (1200 : 800 : 1)

流量 : レボチロキシシンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 200 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レボチロキシシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、1.5 以下である。

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

以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.1mg/g	60分	70%以上

レボチロキシシン標準品 $C_{15}H_{11}I_4NO_4$: 776.87 O-(4-ヒドロキシ-3,5-ジオー
ドフェニル)-3,5-ジオード-L-チロシンで、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 レボチロキシシン 1g をエタノール (99.5) / 2-アミノエタノール溶
液 (61→500) 混液 (5:2) 25mL に溶解した後、ろ過する。ろ液に 2mol/L
塩酸試液を加えて pH を 4~5 に調整した後、1 時間氷冷し、遠心分離
する。得られた沈殿をエタノール (95) / 水混液 (5:2) 25mL ずつで 3
回洗い、酸化リン(V) を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末である。

確認試験 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (1→10000) につき、紫
外可視吸収度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、
波長 323~327nm に吸収の極大を示す。

類縁物質 本品 0.10g をとり、エタノール (95) / アンモニア水(28)混液
(14:1) 10mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、
薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液 2 μ L を
薄層クロマトグラフィー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 *t*-ブチルアルコール/*t*-アミルアルコール/水/アンモ
ニア水 (28) / 2-ブタノン混液 (59:32:17:15:7) を展開溶媒とし
て約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン 0.3g
を 1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (97:3) 100mL に溶かした液を均等
に噴霧し、100°C で 3 分間加熱するとき、主スポット以外の赤紫色のス
ポットを認めない。

乾燥減量 (2.41) 1.0%以下 (0.5g, 減圧, 酸化リン(V), 60°C, 4 時間)

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 25mg を精密に量り、
水酸化ナトリウム溶液 (1→100) 10mL 及び新たに製した亜硫酸水素
ナトリウム溶液 (1→100) 1mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼
法 (1.06) により検液を調製する。装置の A の上部に少量の水を入れ、
注意して C をとり、水 40mL で C, B 及び A の内壁を洗い込む。この
液に臭素・酢酸試液 1mL を加え、栓 C を施し、1 分間激しく振り混ぜ
る。水 40mL で C, B 及び A の内壁を洗い込み、ギ酸 0.5mL を加え再
び栓 C を施し、1 分間激しく振り混ぜ、水 40mL で C, B 及び A の内

壁を洗い込む。A に窒素を十分に吹き込み、酸素と過量の臭素を追い出し、ヨウ化カリウム 0.5g を加えて溶かし、直ちに希硫酸 3mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置した後、0.02mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する（指示薬：デンプン試液 3mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1mL = 0.6474mg $C_{15}H_{11}I_4NO_4$

ペントキシベリンクエン酸塩錠 Pentoxiverine Citrate 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中にペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)約11 μ g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 $^{\circ}$ 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100 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(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)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 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/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 μ L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
10mg	120 分	80%以上
15mg	45 分	80%以上
30mg	90 分	85%以上

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩(日局).
ただし乾燥したものを定量するとき、ペントキシベリンクエン酸塩
($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)99.0%以上を含むもの。

ジメモルファンリン酸塩散 Dimemorfan Phosphate Powder

溶出性 <6.10> 本品の表示量に従いジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)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 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．別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 22mg を精密に量り，溶出試験第 2 液に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，溶出試験第 2 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 100 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，それぞれの液のジメモルファンのピーク面積 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．

ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

W_S : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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 : トリエチルアミン 10mL に水 950mL を加え，リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後，水を加えて 1000mL とする．この液 700mL にアセトニトリル 300mL を加える．

流量 : ジメモルファンの保持時間が約 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ジメモルファ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 100 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰

り返すとき、ジメモルファ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

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)99.0 %以上を含むもの.

ジメモルファンリン酸塩錠 Dimemorfan Phosphate 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 中にジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)約 11 μ g 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。別にジメモルファンリン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、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 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 100 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、それぞれの液のジメモルファンのピーク面積 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。

ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : ジメモルファンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 268nm)

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 : トリエチルアミン 10mL に水 950mL を加え、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 700mL にアセトニトリル 300mL を加える。

流量 : ジメモルファンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジメモルファ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 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジメモルファ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
10mg	60分	75%以上

ジメモルファンリン酸塩標準品 ジメモルファンリン酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$)99.0%以上を含むもの.

