



薬食審査発第 0831003 号
平成 18 年 8 月 31 日

各都道府県衛生主管部（局）長 殿

厚生労働省医薬食品局審査管理課長



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 15 年厚生労働省告示第 265 号、平成 16 年厚生労働省告示第 12 号、平成 16 年厚生労働省告示第 299 号、平成 16 年厚生労働省告示第 408 号、平成 17 年厚生労働省告示第 64 号、平成 17 年厚生労働省告示第 380 号及び平成 17 年厚生労働省告示第 503 号「再評価を受けるべき医薬品の範囲を指定した件」をもって行われた再評価指定については、それぞれ平成 15 年 10 月 27 日、平成 16 年 4 月 20 日、平成 16 年 10 月 22 日、平成 17 年 2 月 25 日、平成 17 年 6 月 9 日、平成 17 年 11 月 25 日及び平成 18 年 3 月 6 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18年11月30日までに行うよう、併せて御指導願いたい。



別紙

塩酸グラニセトロン (4.46mg/g細粒, 1mg錠, 2mg錠)

デキストラン硫酸ナトリウム (150mg腸溶錠, 300mg腸溶錠)

クエン酸ペントキシベリン (100mg/g細粒)

アスピリン・炭酸マグネシウム・ジヒドロキシアルミニウムアミノアセテート
(330mg・100mg・50mg錠, 81mg・22mg・11mg錠)

アデノシン三リン酸二ナトリウム (100mg/g腸溶顆粒)

インドメタシン (25mg徐放性カプセル, 37.5mg徐放性カプセル)

クロナゼパム (1mg/g細粒, 5mg/g細粒, 0.5mg錠a, 1mg錠a, 2mg錠a)

クロナゼパム (0.5mg錠b, 1mg錠b, 2mg錠b)

塩酸タムスロシン (0.1mgカプセル, 0.2mgカプセル)

ベンズブロマロン (100mg/g細粒)

塩酸ジフェニドール (100mg/g顆粒, 25mg錠)

フルニトラゼパム (1mg錠a, 2mg錠a)

フルニトラゼパム (1mg錠b, 2mg錠b)

塩酸クロカプラミン (100mg/g顆粒)

炭酸リチウム (100mg錠, 200mg錠)

メシル酸ペルゴリド (50μg錠, 250μg錠)

フルタミド (125mg錠)

塩酸オザグレル (100mg錠a, 200mg錠a)

塩酸オザグレル (100mg錠b, 200mg錠b)

マロン酸ボピンドロール (0.5mg錠, 1mg錠)

塩酸サルボグレラート (100mg/g細粒, 50mg錠, 100mg錠)

L-システイン (320mg/g散, 40mg錠, 80mg錠)

クエン酸トレミフェン (40mg錠, 60mg錠)

ソブゾキサソ (400mg/包細粒)

チアミンジスルフィド・塩酸ピリドキシン・シアノコバラミン
(10mg・50mg・0.25mg錠, 10mg・25mg・0.25mgカプセル)

パントテン酸カルシウム・リボフラビン・塩酸ピリドキシン・ニコチン酸アミド
(100mg/g・3mg/g・30mg/g・15mg/g顆粒)

パントテン酸カルシウム・リボフラビン・塩酸ピリドキシン・ニコチン酸アミド

・アスコルビン酸・硝酸チアミン

(30mg/g・3mg/g・5mg/g・30mg/g・200mg/g・3mg/g顆粒)

臭化プロパンテリン・銅クロロフィリンナトリウム・ケイ酸マグネシウム
(3.75mg・7.5mg・160mg錠)

塩酸イトプリド (50mg錠)

フェロジピン (2.5mg錠, 5mg錠)

グリセオフルビン (125mg錠)

L-アスパラギン酸カリウム・L-アスパラギン酸マグネシウム
(75mg・75mg錠)

ブロムペリドール (10mg/g細粒, 1mg錠, 3mg錠, 6mg錠)

コハク酸トコフェロールカルシウム (100mg錠)

ベンチルヒドロクロロチアジド (4mg錠)

塩酸クレンブテロール (20 μ g/g顆粒, 10 μ g錠)

塩酸マブテロール (25 μ g錠, 50 μ g錠)

イブプロフェン (200mg/g顆粒, 100mg錠, 200mg錠)

レボドパ・塩酸ベンセラジド (100mg・28.5mg錠a)

レボドパ・塩酸ベンセラジド (100mg・28.5mg錠b)

レボドパ・塩酸ベンセラジド (100mg・28.5mg錠c)

プラウノトール (80mg/g細粒)

メチルメチオニンスルホニウムクロリド (250mg/g顆粒, 25mg錠)

別添1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するもののほか、日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する。）

塩酸グラニセトロン 4.46mg/g 細粒

溶出試験

本品約0.5g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 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。別に塩酸グラニセトロン標準品約0.025g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100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のグラニセトロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の15分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

塩酸グラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \left(\frac{W_s}{W_T} \right) \times \left(\frac{A_T}{A_s} \right) \times \left(\frac{9}{C} \right)$$

W_s : 塩酸グラニセトロン標準品の量(mg)

W_T : 塩酸グラニセトロン細粒の秤取量(g)

C : 1g中の塩酸グラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 300nm)

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6gに水900mLを加えて溶かした後、リン酸を加えpH2.0に調整し、水を加えて1000mLとする。この液750mLにメタノール240mLを加え、更にテトラヒドロフラン11mLを加える。

流量 : グラニセトロンの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、グラニセトロ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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グラニセトロン[®]のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

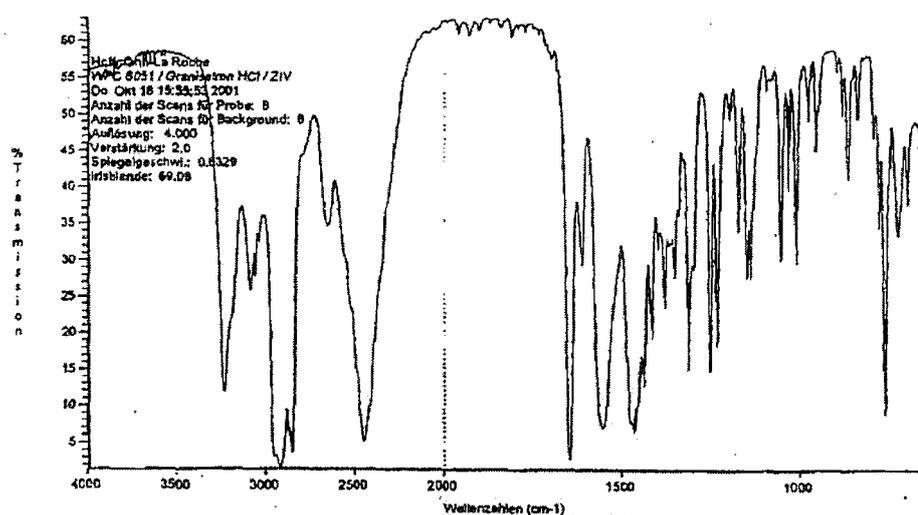
塩酸グラニセトロン標準品 $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$: 348.87 1-メチル-N-(エンド-9-メチル-9-アザビシクロ-[3.3.1]ノン-3-イル)-1H-インダゾール-3-カルボキサミド水素塩で下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸グラニセトロン225gに2-プロパノール3200mLを加えて加熱還流させ、水31mLを加えて約20 $^{\circ}$ Cに冷却し、析出物をうる。減圧下、2-プロパノールとの共沸蒸留により水を除去した後、ろ過し、得られた析出物を2-プロパノールで洗い、約40 $^{\circ}$ Cで乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル*1を比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

*1 参照スペクトル



水分 0.5%以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品約 0.05g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 30mL 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 = 34.887mg $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$

塩酸グラニセトロン 1 mg 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15分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸グラニセトロン標準品約 0.025g 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200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のグラニセトロンのピーク面積 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。

グラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{9}{2} \times \frac{1}{C} \times \frac{312.41}{348.87}$$

W_S : 塩酸グラニセトロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のグラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 300nm)

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: リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6g に水900mL を加えて溶かした後、リン酸を加え pH2.0に調整し、水を加えて1000mL とする。この液750mL にメタノール240mL を加え、更にテトラヒドロフラン11mL を加える。

流量: グラニセトロンの保持時間が約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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、グラニセトロ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50 μ L につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グラニセトロンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

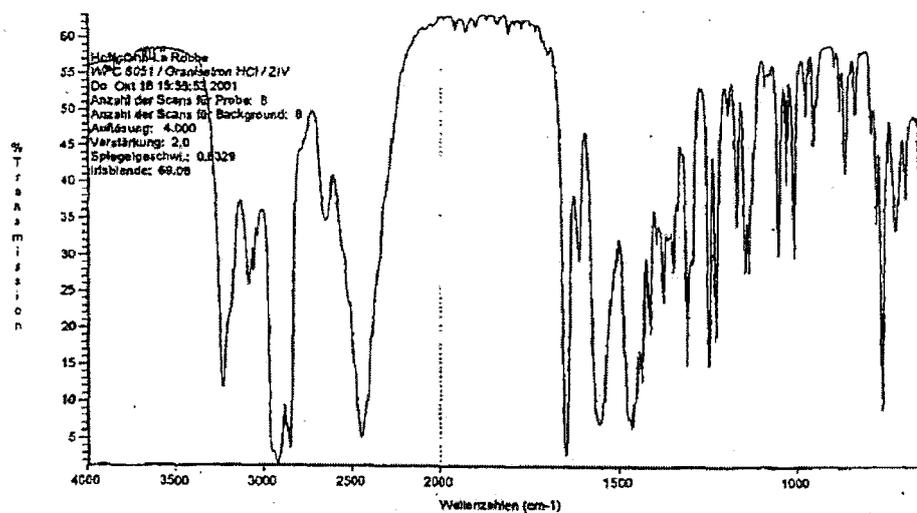
塩酸グラニセトロン標準品 $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$: 348.87 1-メチル-N-(エンド-9-メチル-9-アザビシクロ-[3.3.1]ノン-3-イル)-1H-インダゾール-3-カルボキサミドハイドロクロライドで下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸グラニセトロン225gに2-プロパノール3200mLを加えて加熱還流させ、水31mLを加えて約20°Cに冷却し、析出物をうる。減圧下、2-プロパノールとの共沸蒸留により水を除去した後、ろ過し、得られた析出物を2-プロパノールで洗い、約40°Cで乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル*1を比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

*1 参照スペクトル



水分 0.5%以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定).

含量 99.0%以上. 定量法 本品約 0.05g を精密に量り, 無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 30mL 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 = 34.887mg $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$

塩酸グラニセトロン 2 mg 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15分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mL を除き、次のろ液10mL 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20mL とし、試料溶液とする。別に塩酸グラニセトロン標準品約0.025g 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200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のグラニセトロンのピーク面積 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。

グラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{9}{C} \times \frac{312.41}{348.87}$$

W_s : 塩酸グラニセトロン標準品の量(mg)

C : 1錠中のグラニセトロン($C_{18}H_{24}N_4O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：300nm)

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：リン酸二水素ナトリウム二水和物15.6g に水900mL を加えて溶かした後、リン酸を加え pH2.0に調整し、水を加えて1000mL とする。この液750mL にメタノール240mL を加え、更にテトラヒドロフラン11mL を加える。

流 量：グラニセトロンの保持時間が約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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、グラニセトロ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50 μ L につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グラニセトロンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

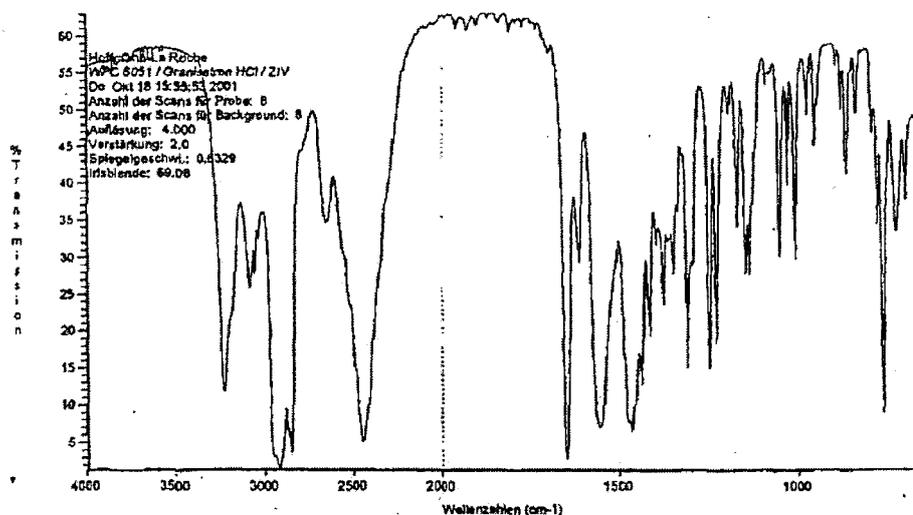
塩酸グラニセトロン標準品 $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$: 348.87 1-メチル-N-(エンド-9-メチル-9-アザビシクロ-[3.3.1]ノン-3-イル)-1H-インダゾール-3-カルボキサミドハイドロクロライドで下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸グラニセトロン 225g に 2-プロパノール 3200mL を加えて加熱還流させ、水 31mL を加えて約 20°C に冷却し、析出物をうる。減圧下、2-プロパノールとの共沸蒸留により水を除去した後、ろ過し、得られた析出物を 2-プロパノールで洗い、約 40°C で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル*1 を比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

* 1 参照スペクトル



水分 0.5%以下 (1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0%以上. 定量法 本品約 0.05g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 30mL 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 = 34.887mg $C_{18}H_{24}N_4O \cdot HCl$

デキストラン硫酸ナトリウム 150mg 腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕 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。溶出試験を開始 120 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 4 mL を正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に 100mL とし試料原液とする。別にデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 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 0.017 g を精密に量り、崩壊試験法の第1液を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 2 mL 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、標準原液とする。試料原液、標準原液及び崩壊試験法の第1液 5 mL ずつを、それぞれ共栓付き試験管に正確に量り、これにエタノール (99.5) 1 mL を正確に加えてよく振り混ぜる。更にトルイジンブルー試液 20mL を正確に加えてよく振り混ぜ、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、崩壊試験法の第1液を対照とし、直ちに紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 635nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5 % 以下のときは適合とする。

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品の量(mg)

C : 1 錠中のデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量(mg)

〔pH6.8〕 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。溶出試験を開始 120 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 4 mL 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 100mL とし試料原液とする。別にデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 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 0.017 g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 2 mL 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 100mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 5 mL ずつを、それぞれ共栓付き試験管に正確に量り、これにエタノール (99.5) 1 mL を正確に加えてよく振り混ぜる。更にトルイジンブルー試液 20mL を正確に加えてよく振り混ぜ、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を対照とし、直ちに紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 635nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品の量(mg)

C : 1錠中のデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量(mg)

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品

日本薬局方外医薬品規格を準用する。

トルイジンブルー試液

トルイジンブルー5mg を水に溶かし,1000mL とする. この液につき水を対照とし,層長 10mm で波長 635nm における吸光度を求めるとき,0.7~0.9 である。

デキストラン硫酸ナトリウム 300mg 腸溶錠

溶出試験

〔pH1.2〕 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。溶出試験を開始 120 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き次のろ液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第1液を加えて正確に 100mL とし試料原液とする。別にデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 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 0.017 gを精密に量り、崩壊試験法の第1液を加えて溶かし、正確に 50mL 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、標準原液とする。試料原液、標準原液及び崩壊試験法の第1液 5mL ずつを、それぞれ共栓付き試験管に正確に量り、これにエタノール (99.5) 1mL を正確に加えてよく振り混ぜる。更にトルイジンブルー試液 20mL を正確に加えてよく振り混ぜ、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、崩壊試験法の第1液を対照とし、直ちに紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 635nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品の量(mg)

C : 1錠中のデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量(mg)

〔pH6.8〕 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。溶出試験を開始 120 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き次のろ液 2mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 100mL とし試料原液とする。別にデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 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 0.017 gを精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 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 100mL とし、標準原液とする。試料原液、標準原液及び薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 5mL ずつを、それぞれ共栓付き試験管に正確に量り、これにエタノール (99.5) 1mL を正確に加えてよく振り混ぜる。更にトルイジンブルー試液 20mL を正確に加えてよく振り混ぜ、試料溶液、標準溶液及び空試験溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液につき、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を対照とし、直ちに紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 635nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品の量(mg)

C : 1錠中のデキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 の表示量(mg)

デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品

日本薬局方外医薬品規格を準用する。

トルイジンブルー試液

トルイジンブルー5mgを水に溶かし、1000mLとする。この液につき水を対照とし、層長10mmで波長635nmにおける吸光度を求めるとき、0.7~0.9である。

クエン酸ペントキシベリン 100mg/g 細粒

溶出試験

本品の約 150mg を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にクエン酸ペントキシベリ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 0.0167g 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 100 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、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。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

クエン酸ペントキシベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_s : クエン酸ペントキシベリン標準品の量 (mg)

W_T : 試料採取量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 230 nm)

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。

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。

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

システムの適合性

システムの性能 : 標準溶液 100 μL につき、上記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 μL につき、上記条件で試験を 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。

クエン酸ペントキシベリン標準品 クエン酸ペントキシベリン (日局)。ただし乾燥したものを定量するときクエン酸ペントキシベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 99.0% 以上含む。

アスピリン・ダイアルミネート（アスピリン 330mg・炭酸マグネシウム 100mg・ジヒドロキシアルミニウムアミノアセテート 50mg）錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL 以上を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 6mL を正確に加え、試料溶液とする。別にアスピリン標準品をデシケーター（シリカゲル）で 5 時間乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 20mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 30mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 15mL を正確に加えて標準溶液とする。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 269 nm 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。

アスピリン ($C_9H_8O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1500$$

W_S : アスピリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のアスピリン ($C_9H_8O_4$) の表示量 (mg)

pH4.0 の 0.5mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸ナトリウム三水和物 68.05 g を量り、水 750mL を加えて溶かし、酢酸 (100) を用いて pH を 4.0 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。

アスピリン・ダイアルミネート (アスピリン 81mg・炭酸マグネシウム 22mg・ジヒドロキシアルミニウムアミノアセテート 11mg) 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 4mL を正確に量り、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液 1mL を加え、15 分間放置する。この液に薄めた塩酸 (9→100) を加えて pH3 以下とし、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で 3 時間乾燥し、その約 23mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 15mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) 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 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により試験を行い、サリチル酸のピーク面積 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。

アスピリン ($C_9H_8O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{180.16}{138.12} \times \frac{1}{C} \times 270$$

W_S : 定量用サリチル酸の量 (mg)

180.16 : アスピリンの分子量

138.12 : サリチル酸の分子量

C : 1 錠中のアスピリン ($C_9H_8O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 296 nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール/酢酸(100)混液 (50 : 50 : 3)

流量 : サリチル酸の保持時間が約 6 分と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、サリチル酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は 6000 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、サリチル酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

アデノシン三リン酸二ナトリウム 100mg/g 腸溶顆粒

溶出試験

[pH1.2] 本品 0.6 g 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 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液 4 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 (別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく) 0.022 g 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。この液 5 mL 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、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 259nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 5% 以下のときは適合とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times 1.098 \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 270$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 0.6 g をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 \rightarrow 2) 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。溶出試験を開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 \rightarrow 2) 4 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 (別途、「アデノシン三リン酸二ナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく) 0.022 g を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 \rightarrow 2) を加えて正確に 100mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 \rightarrow 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 259nm 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。

アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times 1.098 \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 270$$

W_S : 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C: 1 g 中のアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の表示
量(mg)

アデノシン三リン酸二ナトリウム標準品

日本薬局方外医薬品規格を準用する.

1.098

$C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O / C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 = 605.19 / 551.14$

インドメタシン25mg徐放性カプセル剤

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100回転で試験を行う。溶出試験開始5時間及び24時間後、溶出液10mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加熱した薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)10mL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5mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にインドメタシン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約0.028g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、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320nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の5時間及び24時間の溶出率が15～45%及び35～65%のときは適合とする。

n回目の溶出液採取時におけるインドメタシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$) の表示量に対する
溶出率(%)($n=1,2$)

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

W_S : インドメタシン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のインドメタシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$) の表示量 (mg)

インドメタシン標準品 インドメタシン標準品 (日局).

インドメタシン37.5mg徐放性カプセル剤

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100回転で試験を行う。溶出試験開始8時間及び24時間後、溶出液10mLを正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加熱した薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)10mL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5mLを除き、次のろ液3mLを正確に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)1.5mLを正確に加え、試料溶液とする。別にインドメタシン標準品を 105°C で4時間乾燥し、その約0.028g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、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320nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の8時間及び24時間の溶出率が15～45%及び30～60%のときは適合とする。

n回目の溶出液採取時におけるインドメタシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$) の表示量に対する
溶出率(%)($n=1,2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{90} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 135$$

W_S : インドメタシン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のインドメタシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClNO}_4$) の表示量 (mg)

インドメタシン標準品 インドメタシン標準品 (日局).

クロナゼパム1mg/g細粒剤

溶出試験

本品約2g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 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。更にこの液5mL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 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム ($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : クロナゼパム標準品の量 (mg)

W_T : クロナゼパム細粒の秤取量 (g)

C : 1g中のクロナゼパム ($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：310nm）

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：水/メタノール/アセトニトリル混液（4：3：3）

流量：クロナゼパムの保持時間が約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：標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム（日局）。

クロナゼパム 5mg/g 細粒剤

溶出試験

本品約 0.4g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にクロナゼパム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g 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、メタノールを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL 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、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

クロナゼパム ($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : クロナゼパム標準品の量 (mg)

W_T : クロナゼパム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロナゼパム ($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{ClN}_3\text{O}_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：310nm)

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°C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/アセトニトリル混液 (4:3:3)

流量：クロナゼパムの保持時間が約 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：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロナ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 2000 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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム (日局)。

クロナゼパム 0.5 mg 錠 (a)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : クロナゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 310nm)

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 : 水/メタノール/アセトニトリル混液 (4 : 3 : 3)

流量 : クロナゼパムの保持時間が約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 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム (日局)

クロナゼパム 1 mg 錠 (a)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mL を用い、溶出試験法第2法により毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL 以上をとり、孔径0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mL を除き、次のろ液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。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022g を精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mL とする。この液5mL を正確に量り、水を加えて正確に200mL 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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : クロナゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 310nm)

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 : 水/メタノール/アセトニトリル混液 (4 : 3 : 3)

流量 : クロナゼパムの保持時間が約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 : 標準溶液100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム(日局)

クロナゼパム 2mg 錠(a)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液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。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{13}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s :クロナゼパム標準品の秤取量 (mg)

C :1錠中のクロナゼパム($C_{13}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:310nm)

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

カラム温度:25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相:水/メタノール/アセトニトリル混液(4:3:3)

流量:クロナゼパムの保持時間が約 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:標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム(日局)。

クロナゼパム 0.5 mg 錠 (b)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : クロナゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 310nm)

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: 水/メタノール/アセトニトリル混液 (4:3:3)

流量: クロナゼパムの保持時間が約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: 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム ($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$:315.71) (日局)

クロナゼパム 1 mg 錠 (b)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液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。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : クロナゼパム標準品の量(mg)

C : 1錠中のクロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 310nm)

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 : 水/メタノール/アセトニトリル混液 (4 : 3 : 3)

流量 : クロナゼパムの保持時間が約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 : 標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム ($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$:315.71) (日局)

クロナゼパム 2mg錠(b)

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液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。別にクロナゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、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、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に200mL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法により試験を行い、それぞれの液のクロナゼパムのピーク面積 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。

クロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s :クロナゼパム標準品の秤取量 (mg)

C :1錠中のクロナゼパム($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:310nm)

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

カラム温度:25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相:水/メタノール/アセトニトリル混液(4:3:3)

流量:クロナゼパムの保持時間が約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:標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、クロナ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、クロナゼパムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

クロナゼパム標準品 クロナゼパム ($C_{15}H_{10}ClN_3O_3$:315.71) (日局).

塩酸タムスロシン 0.1mg カプセル

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 900 mL 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 120 分、3 時間及び 10 時間後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸タムスロシン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 200 mL とする。更にこの液 3 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 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、タムスロシンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間、3 時間及び 10 時間の溶出率が、20 ~ 50%、30 ~ 60% 及び 75% 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タムスロシン ($\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times \frac{27}{40}$$

W_s : 塩酸タムスロシン標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中の塩酸タムスロシン ($\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相: 過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 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 200 μL につき、上記の条件で操作するとき、タムスロ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 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 200 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

塩酸タムスロシン標準品 $\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$: 444.97 (–)-(R)-5-[2-[[2-(*o*-エトキシフェノキシ)エチル]アミノ]プロピル]-2-メトキシベンゼンスルホンアミド塩酸塩で、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 塩酸タムスロシン 10 g に水 400 mL を加え、加熱溶解した後、必要ならば、ろ過する。この液を 0 ~ 5°C に冷却し、晶出させる。析出した結晶をろ取し、冷水 10 mL で洗う。結晶を室温、減圧、酸化リン(V)下で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

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 3300 cm^{-1} 、1502 cm^{-1} 、1339 cm^{-1} 、1253 cm^{-1} 及び 1161 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$: -17.5 ~ -20.5° (乾燥後, 0.15 g, 水, 加温, 冷後, 20 mL, 100 mm)。

類縁物質 本品 0.050 g を試験条件 1 の移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の 2 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し、次の式により類縁物質の総量を求めるとき、その量は 0.3 % 以下である。

$$\text{類縁物質の総量 (\%)} = 0.2 \times \left(\frac{A_{T1}}{A_{S1}} + \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \right)$$

A_{T1} : 試験条件 1 で得た試料溶液のタムスロシンのピークより前に溶出するピークの合計面積

A_{S1} : 試験条件 1 で得た標準溶液のタムスロシンのピーク面積

A_{T2} : 試験条件 2 で得た試料溶液のタムスロシンのピークより後に溶出するピークの合計面積

A_{S2} : 試験条件 2 で得た標準溶液のタムスロシンのピーク面積

試験条件 1

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：225 nm)

カラム：内径 4 mm 又は 4.6 mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。こ

の液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：タムスロシンの溶出終了までの範囲。ただし、溶媒のピークが検出される場合には、その後からタムスロシンの溶出終了までの範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。

この液 10 μ L から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ~ 2.6% になることを確認する。

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.01 g を移動相 20 mL に溶かす。この液 2 mL を量り、移動相を加えて 20 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、タムスロシン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 12 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、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4% 以下である。

試験条件 2

検出器、カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する。

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 1000 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する。

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μ L から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ~ 2.6% になることを確認する。

システムの性能：試験条件 1 のシステムの性能に適合するものを用いる。

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、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、ギ酸 5 mL に溶かし、酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (3:2) 75 mL を加え、直ちに 0.1 mol/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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.50 mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$

塩酸タムスロシン 0.2mg カプセル

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 900 mL 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 120 分、4 時間及び 10 時間後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 1.5^\circ\text{C}$ に加温した薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 20 mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸タムスロシン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 200 mL とする。更にこの液 3 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 200 mL 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、タムスロシンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間、4 時間及び 10 時間の溶出率が、15 ~ 45%、35 ~ 65% 及び 75% 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タムスロシン ($\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times \frac{27}{40}$$

W_s : 塩酸タムスロシン標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中の塩酸タムスロシン ($\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 225 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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填する。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: 過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 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 200 μL につき、上記の条件で操作するとき、タムスロ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 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 200 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸タムスロシン標準品 $\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}\cdot\text{HCl}$: 444.97 (–)-(R)-5-[2-[[2-(σ -エトキシフェノキシ)エチル]アミノ]プロピル]-2-メトキシベンゼンスルホンアミド塩酸塩で、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 塩酸タムスロシン 10 g に水 400 mL を加え、加熱溶解した後、必要ならば、ろ過する。この液を 0 ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ に冷却し、晶出させる。析出した結晶をろ取り、冷水 10 mL で洗う。結晶を室温、減圧、酸化リン(V)下で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

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 3300 cm^{-1} 、1502 cm^{-1} 、1339 cm^{-1} 、1253 cm^{-1} 及び 1161 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$: –17.5 ~ –20.5 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.15 g, 水, 加温, 冷後, 20 mL, 100 mm)。

類縁物質 本品 0.050 g を試験条件 1 の移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の 2 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し、次の式により類縁物質の総量を求めるとき、その量は 0.3% 以下である。

$$\text{類縁物質の総量 (\%)} = 0.2 \times \left(\frac{A_{T1}}{A_{S1}} + \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \right)$$

A_{T1} : 試験条件 1 で得た試料溶液のタムスロシンのピークより前に溶出するピークの合計面積

A_{S1} : 試験条件 1 で得た標準溶液のタムスロシンのピーク面積

A_{T2} : 試験条件 2 で得た試料溶液のタムスロシンのピークより後に溶出するピークの合計面積

A_{S2} : 試験条件 2 で得た標準溶液のタムスロシンのピーク面積

試験条件 1

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：225 nm)

カラム：内径 4 mm 又は 4.6 mm, 長さ 15 cm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。こ

の液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：タムスロシンの溶出終了までの範囲。ただし、溶媒のピークが検出される場合には、その後からタムスロシンの溶出終了までの範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。

この液 10 μ L から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ~ 2.6% になることを確認する。

システムの性能：本品 5 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.01 g を移動相 20 mL に溶かす。この液 2 mL を量り、移動相を加えて 20 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、タムスロシン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 12 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、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4% 以下である。

試験条件 2

検出器、カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する。

移動相：過塩素酸 4.4 mL 及び水酸化ナトリウム 1.5 g を水 950 mL に溶かす。この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 2.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 1000 mL を加える。

流量：タムスロシンの保持時間が約 2.5 分になるように調整する。

面積測定範囲：タムスロシンのピークの後からタムスロシンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μ L から得たタムスロシンのピーク面積が標準溶液のタムスロシンのピーク面積の 1.4 ~ 2.6% になることを確認する。

システムの性能：試験条件 1 のシステムの性能に適合するものを用いる。

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、タムスロシンのピーク面積の相対標準偏差は 4% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、ギ酸 5 mL に溶かし、酢酸 (100) / 無水酢酸混液 (3 : 2) 75 mL を加え、直ちに 0.1 mol/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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.50 mg $C_{20}H_{28}N_2O_5S \cdot HCl$

ベンズブロマロン 100mg/g 細粒

溶出試験

本品約0.1gを精密にとり、試験液に0.5%ポリソルベート80添加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100回転で試験を行う。溶出試験開始60分後、溶出液20mL以上を取り、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(0.67kPa以下)乾燥し、その約28mgを精密に量り、エタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に20mLとする。この液4mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照として、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長353nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の60分間の溶出率が75%以上の時は適合とする。

$$\text{ベンズブロマロンの溶出率(\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{25} \times 100$$

W_S : ベンズブロマロン標準品の量(mg)

W_T : ベンズブロマロン細粒の採取量 (g)

C : 1g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。

塩酸ジフェニドール100mg/g顆粒

溶出試験

本品約0.25g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 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ジフェニドール標準品をシリカゲルを乾燥剤として5時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かして正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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法により試験を行い、それぞれの液のジフェニドールのピーク面積 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。

塩酸ジフェニドール ($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 塩酸ジフェニドール標準品の量(mg)

W_T : 塩酸ジフェニドール顆粒の秤取量(g)

C : 1 g中の塩酸ジフェニドール($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215nm）

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

カラム温度：40°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1.08gをメタノール600mLに溶かした液に薄めたリン酸（1→1000）400mLを加える。

流量：ジフェニド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10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ジフェニド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10 μ Lにつき、上記の条件で6回繰り返すとき、ジフェニドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸ジフェニドール標準品 塩酸ジフェニドール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ジフェニドール ($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) 99.0%以上を含むもの。

塩酸ジフェニドール25mg錠

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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。別に塩酸ジフェニドール標準品をシリカゲルを乾燥剤として5時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かして正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $10\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のジフェニドールのピーク面積 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。

塩酸ジフェニドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}\cdot\text{HCl}$) の表示量に対する溶出率(%)

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

W_s : 塩酸ジフェニドール標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸ジフェニドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}\cdot\text{HCl}$) の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：215nm）

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填する。

カラム温度： 40°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1.08gをメタノール600mLに溶かした液に薄めたリン酸（1→1000）400mLを加える。

流量：ジフェニド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 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ジフェニド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 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で6回繰り返すとき、ジフェニドールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸ジフェニドール標準品 塩酸ジフェニドール(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ジフェニドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}\cdot\text{HCl}$) 99.0%以上を含むもの。

フルニトラゼパム 1mg 錠 (a)

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 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 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。別にフルニトラゼパム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 252nm)

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: アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1:1)

流量: フルニトラゼパムの保持時間が約 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: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラ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 2000 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、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH 4.0 に調整する。

フルニトラゼパム 2mg 錠 (a)

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 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 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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にフルニトラゼパム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 252nm)

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: アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1:1)

流量: フルニトラゼパムの保持時間が約 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: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラ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 2000 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、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0% 以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH 4.0 に調整する。

フルニトラゼパム 1mg 錠 (b)

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 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 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。別にフルニトラゼパム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 252nm)

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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1:1)

流量: フルニトラゼパムの保持時間が約 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: 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラ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 2000 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、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0% 以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水合物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH 4.0 に調整する。

フルニトラゼパム 2mg 錠 (b)

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 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 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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にフルニトラゼパム標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、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 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 252nm)

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 : アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1 : 1)

流量 : フルニトラゼパムの保持時間が約 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 : 標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラ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 2000 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、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0% 以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH 4.0 に調整する。

塩酸クロカプラミン100mg/g顆粒

溶出試験

本品約 0.5 g を精密に量り、試験液に pH6.0 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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸クロカプラミン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 105°C、減圧 (0.67kPa 以下) 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 50mL とする。この液 5mL を正確に量り pH6.0 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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH6.0 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 251nm 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。

塩酸クロカプラミン ($\text{C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClN}_4\text{O} \cdot 2\text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : 塩酸クロカプラミン標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸クロカプラミン顆粒の秤取量 (g)

C : 1g 中の塩酸クロカプラミン ($\text{C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClN}_4\text{O} \cdot 2\text{HCl}$) の表示量 (mg)

塩酸クロカプラミン標準品 塩酸クロカプラミン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロカプラミン ($\text{C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClN}_4\text{O} \cdot 2\text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

炭酸リチウム 100mg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後及び 180 分後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、希塩酸 5 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に炭酸リチウム標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 0.5 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL 及び 5 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えて正確にそれぞれ 20 mL とする。更にこれらの液 5 mL を正確に量り、希塩酸 5 mL を正確に加え、更に水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_{S1} , A_{S2} , A_{S3} , A_{S4} , A_{S5} を測定する。

本品の 15 分間及び 180 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炭酸リチウム (Li_2CO_3) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

$$= \left[(A_{T(n)} - \text{検量線の縦軸切片}) + \sum_{i=1}^{n-1} (A_{T(i)} - \text{検量線の縦軸切片}) \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{\text{検量線の傾き}} \times \frac{1}{C} \times 2250$$

C : 1 錠中の炭酸リチウム (Li_2CO_3) の表示量 (mg)

検量線の縦軸切片及び傾き : 縦軸に吸光度 A_{S1} , A_{S2} , A_{S3} , A_{S4} , A_{S5} を、横軸にそれぞれの炭酸リチウム濃度 ($\mu\text{g/mL}$) とする検量線を作成し求める。

使用ガス :

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ : リチウム中空陰極ランプ

波長 : 670.8 nm

炭酸リチウム標準品 炭酸リチウム(日局)

炭酸リチウム 200mg 錠

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第2法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後及び 180 分後、溶出液 20 mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、希塩酸 5 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に炭酸リチウム標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 0.5 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL 及び 5 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 20 mL とする。更にこれらの液 5 mL を正確に量り、希塩酸 5 mL を正確に加え、更に水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_{S1} , A_{S2} , A_{S3} , A_{S4} , A_{S5} を測定する。

本品の 30 分間及び 180 分間の溶出率がそれぞれ 50% 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炭酸リチウム (Li_2CO_3) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2$)

$$= \left[(A_{T(n)} - \text{検量線の縦軸切片}) + \sum_{i=1}^{n-1} (A_{T(i)} - \text{検量線の縦軸切片}) \times \frac{1}{45} \right] \times \frac{1}{\text{検量線の傾き}} \times \frac{1}{C} \times 4500$$

C : 1 錠中の炭酸リチウム (Li_2CO_3) の表示量 (mg)

検量線の縦軸切片及び傾き : 縦軸に吸光度 A_{S1} , A_{S2} , A_{S3} , A_{S4} , A_{S5} を、横軸にそれぞれの炭酸リチウム濃度 ($\mu\text{g/mL}$) とする検量線を作成し求める。

使用ガス :

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ : リチウム中空陰極ランプ

波長 : 670.8 nm

炭酸リチウム標準品 炭酸リチウム(日局)

メシル酸ペルゴリド 50 μg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 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。溶出試験を開始し、規定時間後、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。別にペルゴリドメシル酸塩標準品約 18mg を精密に量り、メタノール 10mL を加えて溶解した後、水を加えて正確に 250mL 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 100mL とする。この液 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 100mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 5mL を正確に量り、あらかじめリン酸で pH を 5.0 に調整したトリエチルアミンのアセトニトリル溶液 (1→500) 2mL をそれぞれ正確に加えた後、これらの液 200 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行い、ペルゴリドのピーク面積 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。

$$\begin{aligned} & \text{ペルゴリド (C}_{19}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{S) の表示量に対する溶出率(\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 0.766 \times 0.0036 \end{aligned}$$

W_S : ペルゴリドメシル酸塩標準品の量 (μg)

C : 1 錠中のペルゴリド (C₁₉H₂₆N₂S) の表示量 (μg)

試験条件

検出器：蛍光分光光度計 (キセノンランプ：励起波長 280nm, 蛍光波長 335nm)

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ィー用シアノプロピ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：アセトニトリル/水混液 (21 : 19) 1000mL にトリエチルアミン 2mL を加えリン酸で pH を 5.0 に調整する。

流量 : ペルゴリドの保持時間が約 2 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペルゴリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 5mL を正確に量り、あらかじめリン酸で pH を 5.0 に調整したトリエチルアミンのアセトニトリル溶液 (1→500) 2mL を正確に加えた液 200 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペルゴリドのピーク面積の相対標準偏差は 2% 以下である。

標準品の規格 (案)

C₁₉H₂₆N₂S · CH₄O₃S : 410.60 (–) · 8 β · [(メチルチオ)メチル] · 6 · プロピルエルゴリン
・ メタンスルホン酸塩で、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 ペルゴリドメシル酸塩 100 g にメタノール 1600 mL を加える。かき混ぜながら脱色炭 20 g を加えた後、加熱して 30 分間沸騰させる。この液を沸騰したまゝろ過し、ろ過体は沸騰メタノール 400 mL で洗う。ろ液からメタノール 400～500 mL を蒸発させた後、55～60℃に 30 分間保ち、かき混ぜながら約 40℃になるまで 30 分間に 5℃の割合で徐々に冷却して、ゆっくり結晶を析出させる。液の温度が 40℃になった後、1～4 時間かけて室温に戻し、更にかき混ぜながら 30 分間 0～5℃に放置する。析出したペルゴリドメシル酸塩の結晶を一晩、減圧下に 65～70℃で乾燥する。この操作を 2 回繰り返す。

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 (1)

本品につき、粉末 X 線回折測定法により試験を行うとき、回折角 (2θ) 6° 付近にピークを認めない。

試験条件

線 源 : Cu K-α線
X線管加速電圧 : 50kV, 40mA
検 出 器 : シンチレーション計数管
モノクロメーター : グラファイト
レ ン ジ : 4～35° (2θ)
スキャン速度 : 1° / min
カウント時間 : 3 sec.

確認試験 (2)

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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル (図 1) を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

類縁物質 本品約 15 mg を量り、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。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、試料溶液のペルゴリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のペルゴリドのピーク面積より大きくない (0.5%以下)。

試験条件

検 出 器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 280 nm)
カ ラ ム : 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 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 : 40℃付近の一定温度
移動相 A : 水/モルホリン混液 (199 : 1) にリン酸を加え pH7.0 に調整する。

移動相 B : アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (1:1:1)
移動相の送液: 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勻配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~35	70→0	30→100

流 量 : 毎分 1 mL

面積測定範囲: ペルゴリドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 4mL 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ペルゴリドのシグナル S とノイズ N との比 (S/N 比) は, 10 以上である。なお, シグナル S は検出器出力の平均値を線で結びノイズを含まないクロマトグラムを得て, ベースラインからピークの頂点までのピーク高さ, ノイズ N はピークの前後におけるベースラインの, ピーク半値幅の 20 倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の 1/2 とする。

システムの性能: 試料溶液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ペルゴリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 10000 段以上, 1.5 以下である。

含量 99.0%以上. 定量法 本品約 60 mg を精密に量り, メタノール 50 mL に溶かし, 0.02mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する。(電位差滴定法)

0.02mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 8.212 mg $C_{19}H_{26}N_2S \cdot CH_4O_3S$

1) モルホリン

モルホリン C_4H_9ON 無色~淡黄色の液体で, 特異なにおいがある。

融点 $-4.9^{\circ}C$ 沸点 $76^{\circ}C$

2) 0.02mol/L ナトリウムメトキシド液

1000mL 中ナトリウムメトキシド (CH_3ONa : 54.02) 1.0804g を含む。

調製 日局容量分析用標準液の 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液を希釈して調製し, 次の標定を行う。

標定 日局容量分析用標準液の 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液に記載の方法に準じ, 標定を行い, ファクターを計算する。

0.02 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 2.4424 mg C_6H_5COOH

メシル酸ペルゴリド 250 μ g 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 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、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、これを試料溶液とする。別にメシル酸ペルゴリド標準品約 18mg を精密に量り、メタノール 10mL を加えて溶解した後、水を加えて正確に 250mL 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 100mL とする。この液 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 100mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 5mL を正確に量り、あらかじめリン酸で pH を 5.0 に調整したトリエチルアミンのアセトニトリル溶液 (1→500) 2mL をそれぞれ正確に加えた後、これらの液 200 μ 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い、ペルゴリドのピーク面積 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。

$$\begin{aligned} & \text{ペルゴリド (C}_{19}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{S) の表示量に対する溶出率(\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 0.766 \times 0.018 \end{aligned}$$

W_S : メシル酸ペルゴリド標準品の量 (μ g)

C : 1 錠中のペルゴリド (C₁₉H₂₆N₂S) の表示量 (μ g)

試験条件

検出器 : 蛍光分光光度計 (キセノンランプ : 励起波長 280nm, 蛍光波長 335nm)

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用シアノプロピ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 : アセトニトリル/水混液 (21 : 19) 1000mL にトリエチルアミン 2mL を加えリン酸で pH を 5.0 に調整する。

流量 : ペルゴリドの保持時間が約 2 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、ペルゴリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 1000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 5mL を正確に量り、あらかじめリン酸で pH を 5.0 に調整したトリエチルアミンのアセトニトリル溶液 (1→500) 2mL を正確に加えた液 200 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペルゴリドのピーク面積の相対標準偏差は 2% 以下である。

標準品の規格 (案)

C₁₉H₂₆N₂S · CH₄O₃S : 410.60 (–) · 8 β · [(メチルチオ)メチル] · 6 · プロピルエルゴリン
・ マタンスルホン酸塩で、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 メシル酸ペルゴリド 100 g にメタノール 1600 mL を加える。かき混ぜながら脱色炭 20 g を加えた後、加熱して 30 分間沸騰させる。この液を沸騰したままろ過し、ろ過体は沸騰メタノール 400 mL で洗う。ろ液からメタノール 400～500 mL を蒸発させた後、55～60℃に 30 分間保ち、かき混ぜながら約 40℃になるまで 30 分間に 5℃の割合で徐々に冷却して、ゆっくり結晶を析出させる。液の温度が 40℃になった後、1～4 時間かけて室温に戻し、更にかき混ぜながら 30 分間 0～5℃に放置する。析出したメシル酸ペルゴリドの結晶を一晩、減圧下に 65～70℃で乾燥する。この操作を 2 回繰り返す。

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 (1)

X線回折 本品につき、粉末 X 線回折測定法により試験を行うとき、回折角 (2 θ) 6° 付近にピークを認めない。

試験条件

線 源 : Cu K- α 線
X線管加速電圧 : 50kV, 40mA
検 出 器 : シンチレーション計数管
モノクロメーター : グラファイト
レ ン ジ : 4～35° (2 θ)
スキャン速度 : 1° / min
カウント時間 : 3 sec.

確認試験 (2)

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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル (図 1) を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

類縁物質 本品約 15 mg を量り、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ 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、試料溶液のペルゴリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のペルゴリドのピーク面積より大きくない (0.5%以下)。

試験条件

検 出 器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 280 nm)
カ ラ ム : 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
カラム温度 : 40℃付近の一定温度
移動相 A : 水/モルホリン混液 (199 : 1) にリン酸を加え pH7.0 に調整する。

移動相 B : アセトニトリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液 (1:1:1)

移動相の送液: 移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勻配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~35	70→0	30→100

流 量 : 毎分 1 mL

面積測定範囲: ペルゴリドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 4mL 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ペルゴリドのシグナル S とノイズ N との比 (S/N 比) は, 10 以上である。なお, シグナル S は検出器出力の平均値を線で結びノイズを含まないクロマトグラムを得て, ベースラインからピークの頂点までのピーク高さ, ノイズ N はピークの前後におけるベースラインの, ピーク半値幅の 20 倍の間における出力信号の最大値と最小値の差の振幅の 1/2 とする。

システムの性能: 試料溶液 1mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100mL とする。この液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ペルゴリドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 10000 段以上, 1.5 以下である。

含量 99.0%以上。定量法 本品約 60 mg を精密に量り, メタノール 50 mL に溶かし, 0.02mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する。(電位差滴定法)

0.02mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 8.212 mg $C_{19}H_{26}N_2S \cdot CH_4O_3S$

1) モルホリン

モルホリン C_4H_9ON 無色~淡黄色の液体で, 特異なおいがある。

融点 $-4.9^{\circ}C$ 沸点 $76^{\circ}C$

2) 0.02mol/L ナトリウムメトキシド液

1000mL 中ナトリウムメトキシド (CH_3ONa :54.02) 1.0804g を含む。

調製 日局容量分析用標準液の 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液を希釈して調製し, 次の標定を行う。

標定 日局容量分析用標準液の 0.1mol/L ナトリウムメトキシド液に記載の方法に準じ, 標定を行い, ファクターを計算する。

0.02 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL = 2.4424 mg C_6H_5COOH

フルタミド 125 mg 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に 1w/v% ポリソルベート 80 を添加した水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 180 分後に溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にフルタミド標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間減圧乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、エタノール (99.5) を加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 180 分間の溶出率が 75% 以上であるときは適合とする。

フルタミド ($\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{675}{C}$$

W_S : フルタミド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルタミド ($\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$) の表示量 (mg)

フルタミド標準品 $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3$: 276.21 2-methyl-*N*-[4-nitro-3-(trifluoromethyl)

phenyl]propanamide で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には、次に示す方法で精製する。

精製法 フルタミド 30 g をトルエン 120 mL に約 80 $^{\circ}\text{C}$ に加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を室温で 1 夜放置する。析出した結晶をろ取りし、少量のトルエンで洗い、減圧下、室温で 3 時間乾燥した後、更に減圧下、80 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥する。

性状 本品は淡黄色の結晶である。

確認試験

(1) 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 3360 cm^{-1} 、1716 cm^{-1} 、1612 cm^{-1} 、1345 cm^{-1} 、1318 cm^{-1} 、1244 cm^{-1} 及び 1147 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品 0.02 g を NMR 試料管にとり、NMR 測定用重水素化ジメチルスルホキシド約 0.5 mL に溶かし、基準物質として少量のテトラメチルシランを加える。この液につき、核磁気共鳴スペクトル測定法 (^1H) により試験を行うとき、化学シフト 1.16 ppm、2.67 ppm、8.08 ppm、8.20 ppm、8.32 ppm 及び 10.68 ppm 付近に、それぞれ強度比 6 : 1 : 1 : 1 : 1 : 1 の二重線、多重線、四重線、二重線、二重線及び単一線からなる吸収を認める。

融点 110~114 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 類縁物質 本品 0.040 g をメタノール 50 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。フルタミドのピーク面

積 A 並びに溶媒のピーク及びフルタミドのピーク以外のピークの合計面積 S を自動積分法により測定し、次の式により類縁物質の量を求めるとき、0.3%以下である。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{S}{S+A} \times 100$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25°C付近の一定温度

移動相：メタノール/0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液（7：4）

流量：フルタミドの保持時間が約12分になるように調整する。

面積測定範囲：フルタミドの保持時間の2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mL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2 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たフルタミドのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のフルタミドのピーク面積の7~13%になることを確認する。

システムの性能：フルタミド8 mg及びテストステロン5 mgをメタノール50 mLに溶かす。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルタミド、テストステロンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルタミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(2) マクロゴール400 本品0.040 gをNMR試料管にとり、NMR測定用重水素化ジメチルスルホキシド約0.5 mLを加えて溶かし、基準物質として少量のテトラメチルシランを加える。この液につき、核磁気共鳴スペクトル測定法（ ^1H ）により試験を行う。化学シフト約1.2 ppmのフルタミドのメチル基のシグナル（二重線）の積分値 I_F 及び化学シフト約3.6 ppmのマクロゴール400のメチレン基のシグナルの積分値 I_M を測定し、次の式によりマクロゴール400の量を求めるとき、0.1%以下である。

$$\text{マクロゴール400の量 (\%)} = \frac{I_M}{I_F} \times 23.91$$

乾燥減量 0.2%以下（0.5 g，減圧，酸化リン（V），60°C，3時間）。

テストステロン $\text{C}_{19}\text{H}_{28}\text{O}_2$: 288.42

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 3530 cm^{-1} ，3381 cm^{-1} ，1612 cm^{-1} ，1233 cm^{-1} ，1067 cm^{-1} 及び1056 cm^{-1} 付近に吸収を認める。