

塩酸マブテロール 50  $\mu$ g 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。溶出試験を開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別に塩酸マブテロール標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。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 0.2mL 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、それぞれの液のマブテロールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸マブテロール ( $C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{50}$$

$W_s$ : 塩酸マブテロール標準品の量 (mg)

$C$ : 1 錠中の塩酸マブテロール ( $C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 244nm)

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

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール (3:2) に過塩素酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量: マブテロールの保持時間が約 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 0.2mL につき、上記の条件で操作するとき、マブテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 0.2mL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マブテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸マブテロール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸マブテロール」。ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、塩酸マブテロール ( $C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$ ) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 塩酸マブテロールを 2-プロパノールを用いて 3 回再結晶を行った後、石油エ

ーテルで洗浄し, 得られた結晶を酸化リン (V) を乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥する.

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (245 nm) : 369~373 (乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500mL).

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (306 nm) : 109~113 ((乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500mL).

## イブプロフェン 200 mg/g 顆粒

### 溶出試験

本品約 1g を精密に量り、試験液に pH5.5 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。溶出試験を開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、pH5.5 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 10mL とし、試料溶液とする。別にイブプロフェン標準品を酸化リン(V) を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥し、その約 0.055g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 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 50  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積  $A_T$  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。

イブプロフェン ( $C_{13}H_{18}O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : イブプロフェン標準品の量 (mg)

$W_T$  : イブプロフェン顆粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のイブプロフェン ( $C_{13}H_{18}O_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 264nm)

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

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル / pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液 (3 : 2)

流量 : イブプロフェンの保持時間が約 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 50  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 : 標準溶液 50  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン (日局) . ただし、次に示す方法によ

り精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ( $C_{13}H_{18}O_2$ ) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7:3) を用いて3回再結晶を行い、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として4時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する。

融点 75~76°C.

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4時間) .

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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、pH5.5 に調整する。

## イブプロフェン 100 mg 錠

### 溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にイブプロフェン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥し、その約 0.055g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 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 50  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

イブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_s$  : イブプロフェン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のイブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 264nm)

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

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル / pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液 (3 : 2)

流量 : イブプロフェンの保持時間が約 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 50  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 : 標準溶液 50  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン (日局) . ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) を用いて 3 回再結晶を行い，得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する。

融点 75~76°C.

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間) .

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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, pH5.5 に調整する.

## イブプロフェン 200 mg 錠

### 溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に pH5.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 45 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径  $0.45\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、pH5.5 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 10mL とし、試料溶液とする。別にイブプロフェン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 4 時間減圧 ( $0.67\text{kPa}$  以下) 乾燥し、その約 0.055g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、pH5.5 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  $50\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のイブプロフェンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

イブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 360$$

$W_s$  : イブプロフェン標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のイブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 264nm)

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

カラム温度 :  $40^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル / pH2.6 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液 (3 : 2)

流量 : イブプロフェンの保持時間が約 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  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェ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 : 標準溶液  $50\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イブプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

イブプロフェン標準品 イブプロフェン (日局) . ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、イブプロフェン ( $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{O}_2$ ) 99.0%

以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 イブプロフェンをエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) を用いて 3 回再結晶を行い、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 4 時間減圧 (0.67kPa 以下) 乾燥する。

融点 75~76°C.

乾燥減量 0.10%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 酸化リン(V), 4 時間) .

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH5.5 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, pH5.5 に調整する。



レボドパ 100mg・塩酸ベンセラジド 28.5mg 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 $\mu$ 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 6mL を正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 80) を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 20mL とする。また、塩酸ベンセラジド標準品 (あらかじめ日局「塩酸ベンセラジド」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.016g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 50mL とする。それぞれの液 6mL ずつを正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) を加え正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のレボドパのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにベンセラジドのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  を測定する。

30 分における本品中のレボドパの溶出率が 80 % 以上、塩酸ベンセラジドの溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

レボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{9}{2} \times \frac{1}{C_a} \times 100$$

$W_{sa}$  : レボドパ標準品の量(mg)

$C_a$  : 1錠中のレボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量(mg)

塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{9}{5} \times \frac{1}{C_b} \times 100$$

$W_{sb}$  : 脱水物に換算した塩酸ベンセラジド標準品の量(mg)

$C_b$  : 1錠中の塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254nm)

カラム : 内径 6.0mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ 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 とした液に、リン酸 11.53g を水に溶かして 1000mL とした液を加えて pH を 2.8 に調整する。

流量 : ベンセラジドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ベンセラジド，レボドパの順に溶出し，その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レボドパのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

レボドパ標準品 レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ :197.19) (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ ) 99.0%以上を含むもの。

塩酸ベンセラジド標準品 塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ :293.70) (日局)。ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの。

レボドパ 100mg・塩酸ベンセラジド 28.5mg 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 $\mu$ 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 6mL を正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 80) を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 20mL とする。また、塩酸ベンセラジド標準品 (あらかじめ日局「塩酸ベンセラジド」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.016g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 50mL とする。それぞれの液 6mL ずつを正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のレボドパのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにベンセラジドのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  を測定する。

30 分における本品中のレボドパの溶出率が 80% 以上、塩酸ベンセラジドの溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

レボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{9}{2} \times \frac{1}{C_a} \times 100$$

$W_{sa}$  : レボドパ標準品の量(mg)

$C_a$  : 1錠中のレボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量(mg)

塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{9}{5} \times \frac{1}{C_b} \times 100$$

$W_{sb}$  : 脱水物に換算した塩酸ベンセラジド標準品の量(mg)

$C_b$  : 1錠中の塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254nm)

カラム : 内径6.0mm, 長さ15cm のステンレス管に5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ 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 とした液に、リン酸11.53g を水に溶かして1000mL とした液を加えて pH を 2.8 に調整する。

流量 : ベンセラジドの保持時間が約5分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ベンセラジド，レボドパの順に溶出し，その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レボドパのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

レボドパ標準品 レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ :197.19) (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ ) 99.0%以上を含むもの。

塩酸ベンセラジド標準品 塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ :293.70) (日局)。ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの。

レボドパ 100mg・塩酸ベンセラジド 28.5mg 錠 (c)

#### 溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 6mL を正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 80) を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にレボドパ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 20mL とする。また、塩酸ベンセラジド標準品 (あらかじめ日局「塩酸ベンセラジド」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.016g を精密に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) に溶かし、正確に 50mL とする。それぞれの液 6mL ずつを正確に量り、リン酸の試験液溶液 (1 $\rightarrow$ 200) を加え正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のレボドパのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにベンセラジドのピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  を測定する。

30 分における本品中のレボドパの溶出率が 80 % 以上、塩酸ベンセラジドの溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

レボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{9}{2} \times \frac{1}{C_a} \times 100$$

$W_{sa}$  : レボドパ標準品の量(mg)

$C_a$  : 1錠中のレボドパ( $C_9H_{11}NO_4$ )の表示量(mg)

塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{9}{5} \times \frac{1}{C_b} \times 100$$

$W_{sb}$  : 脱水物に換算した塩酸ベンセラジド標準品の量(mg)

$C_b$  : 1錠中の塩酸ベンセラジド( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254nm)

カラム : 内径 6.0mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 $^{\circ}$ 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 とした液に、リン酸 11.53g を水に溶かして 1000mL とした液を加えて pH を 2.8 に調整する。

流量 : ベンセラジドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，ベンセラジド，レボドパの順に溶出し，その分離度は3以上である。

システムの再現性：標準溶液50 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，レボドパのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

**レボドパ標準品** レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ :197.19) (日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，レボドパ ( $C_9H_{11}NO_4$ ) 99.0%以上を含むもの。

**塩酸ベンセラジド標準品** 塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ :293.70) (日局)。ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，塩酸ベンセラジド ( $C_{10}H_{15}N_3O_5 \cdot HCl$ ) 99.0%以上を含むもの。

プラウノトール 80mg/g 細粒

#### 溶出試験

本品約 1.0 g を精密に量り、試験液にポリソルベート 80 0.8 g に水を加えて 1000mL とした液 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 45 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。

別に、プラウノイ抽出精製油標準品<sup>1)</sup> 約 0.03 g を精密に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。

この液 8 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のプラウノトールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。本品の 45 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

プラウノトール ( $C_{20}H_{34}O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 288$$

ただし、 $W_S$  : プラウノイ抽出精製油の量 (mg)

$W_T$  : ケルナック細粒の秤取量 (g)

$C$  : 1g 中のプラウノトール ( $C_{20}H_{34}O_2$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 220nm)

カラム : 内径 4 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する (Waters 社製,  $\mu$ -Bondapak C18)

カラム温度 : 40°C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/水混液 (4:1)

流量 : プラウノト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 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プラウノト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 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰返すとき、プラウノトールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

#### 1) プラウノイ抽出精製油標準品

局外規「プラウノイ抽出精製油」、ただし、定量するときプラウノトール ( $C_{20}H_{34}O_2$ )

88.0%以上を含むもの。

本品を「ブラウノール細粒」の溶出試験（液体クロマトグラフ法）に用いる場合は、標準品の秤取量に含量（%）を乗ずる。



メチルメチオニンスルホニウムクロリド 250mg/g 顆粒

#### 溶出試験

本品 0.1 g を精密に量り、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始 15 分後、溶出液 20 mL 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し、初めのろ液 10 mL を除き、試料溶液とする。別に、メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品を、シリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$  L につき、下記の試験条件で液体クロマトグラフ法により試験を行ない、それぞれの液のメチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積  $A_T$  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。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド ( $C_6H_{14}ClNO_2S$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品の量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 本品 1 g 中メチルメチオニンスルホニウムクロリドの表示量 (mg)

#### 分析条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：368 nm、蛍光波長：455 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に平均粒子径 10  $\mu$  m の液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピ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

反応コイル：内径 0.5 mm 長さ 1.5 m の管

化学反応槽温度：40  $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6 g に水を加え 1000 mL にする。

反応液：ホウ酸 25.0 g を水 950 mL に溶かし、水酸化カリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 2) を加え、pH10.5 に調整する。この液 1000 mL に 2-メルカプトエタノール 2 mL 及びポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル 1 g を溶かし、o-フタルアルデヒド 0.8 g を溶解しエタノール(99.5) 10 mL を加える。

移動相流量：メチルメチオニンスルホニウムクロリドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

反応試薬流量：毎分約 0.3 mL

#### システム適合性

システムの性能：標準溶液 10  $\mu$  L につき、上記条件で操作するとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピークのシンメトリー係数及び理論段数は、それぞれ 2.0 以下、2000 段以上である。

システム再現性：標準溶液 10  $\mu$  L につき、上記条件で試験を 6 回繰り返すとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品。

日本薬局方外医薬品規格「メチルメチオニンスルホニウムクロリド」。ただし、乾燥したものを定量したとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリド ( $C_6H_{14}ClNO_2S$ ) 99.0% 以上含むもの。

液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル。

液体クロマトグラフ用に製造したもの。

## メチルメチオニンスルホニウムクロリド 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 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始 60 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL として試料溶液とする。別に、メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品を、シリカゲルを乾燥剤として 3 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL として標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のメチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド ( $\text{C}_8\text{H}_{14}\text{ClNO}_2\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品の量 (mg)

$C$  : 本品 1 錠中のメチルメチオニンスルホニウムクロリドの表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 蛍光光度計 (励起波長: 340 nm, 蛍光波長: 455 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に平均粒子径 10  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 40  $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

反応コイル: 内径 0.5 mm 長さ 1.5 m の管

化学反応槽温度: 40  $^{\circ}\text{C}$  付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 51.0 g に水を加えて 2500 mL とする。

反応液: ホウ酸 25.0 g を水 950 mL に溶かし、水酸化カリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 2) を加え、pH10.5 に調整する。この液 1000 mL に 2-メルカプトエタノール 2 mL 及びポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル 1 g を溶かし、*o*-フタルアルデヒド 0.8 g を溶解しエタノール(99.5) 10 mL を加える。

移動相流量: メチルメチオニンスルホニウムクロリドの保持時間が約 7 分になるように調整する。

反応試薬流量: 移動相流量と等しくする。

### システム適合性

システムの性能: 標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記条件で操作するとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピークのシンメトリー係数及び理論段数は、それぞれ 2.0 以下、2000 段以上である。

システム再現性: 標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記条件で試験を 6 回繰り返すとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリドのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

メチルメチオニンスルホニウムクロリド標準品。

日本薬局方外医薬品規格「メチルメチオニンスルホニウムクロリド」。ただし、乾燥したものを定量したとき、メチルメチオニンスルホニウムクロリド ( $C_6H_{14}ClNO_2S$ ) 99.0% 以上含むもの。

液体クロマトグラフ用ベンゼンスルホニルプロピルシリル化シリカゲル。  
液体クロマトグラフ用に製造したもの。