

○日本薬局方外医薬品規格第三部の一部改正について

(平成18年8月11日)
(薬食発第0811005号)

(各都道府県知事あて厚生労働省医薬食品局長通知)

日本薬局方外医薬品規格第三部については、平成13年12月25日付け医薬発第1411号厚生労働省医薬局長通知により定めたところであるが、今般、その一部を改正し、追加収載を行う溶出試験を別添の通り取りまとめたので、貴管下関係業者に対し周知方御配慮願いたい。

別添

タンニン酸ジフェンヒドラミン散
Diphenhydramine Tannate Powder

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いジフェンヒドラミン(C₁₇H₂₁N₀)約30mgに対応する量を精密に量り、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0.45μm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。別にジフェンヒドラミン塩酸塩標準品を105℃で3時間乾燥し、その約19mgを精密に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に100mLとする。この液5mL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25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20μL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、それぞれの液のジフェンヒドラミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ジフェンヒドラミン(C₁₇H₂₁N₀)の表示量に対する溶出率(%) = (W_S/W_T) × (A_T/A_S) × (1/C) × 180 × 0.875

W_S: ジフェンヒドラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T: 本品の秤取量(g)

C: 1g中のジフェンヒドラミンの表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 220nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm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: pH3.0の0.05mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液900mLにトリメチルアミン(30)3mL及びアセトニトリル600mLを加える。

流量: ジフェンヒド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20μLにつき、上記条件で操作するとき、ジフェンヒドラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液20μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ジフェンヒドラミ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
30mg/g	45分	75%以上

*ジフェンヒドラミンとして

ジフェンヒドラミン塩酸塩標準品 ジフェンヒドラミン塩酸塩(日局)。ただし、乾燥したものを定量したとき、ジフェンヒドラミン塩酸塩(C₁₇H₂₁N₀·HCl)99.0%以上を含むもの。

トリメチルアミン(30)(CH₃)₃N 無色澄明な液である。水又はエタノール(95)と混和する。

比重 〈2.56〉 [画像1 \(1KB\)](#)

: 0.67

含量 29.0~31.0%。定量法 本品約1.5gを、0.5mol/L硫酸25mLを正確に入れたフラスコに精密に量り、過量の硫酸を1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬: メチルレッド試液2滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5mol/L硫酸1mL = 59.11mgC₃H₉N

メキタジン錠

Mequitazine Tablets

溶出性〈6.10〉 本操作は遮光下で行う。本品1個をとり、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0.5μm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中にメキタジン(C₂₀H₂₇N₂S)約3.3μgを含む液と

なるように溶出試験第2液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にメキタジン標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60°Cで3時間減圧乾燥し、その約15mgを精密に量り、メタノール50mLに溶かした後、溶出試験第2液を加えて正確に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200mL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2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253nm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。

メキタジン(C₂₀H₂₂N₂S)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (45 / 2)$

W_S: メキタジン標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のメキタジン(C₂₀H₂₂N₂S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3mg	45分	70%以上

メトロニダゾール錠

Metronidazole 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0.45μm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中にメトロニダゾール(C₆H₉N₃O₃)約11μg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。別にメトロニダゾール標準品をシリカゲルを乾燥剤として24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につき、紫外可視吸光度測定法〈2. 24〉により試験を行い、波長320nm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。

メトロニダゾール(C₆H₉N₃O₃)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: メトロニダゾール標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のメトロニダゾール(C₆H₉N₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
250mg	90分	70%以上

セチプチリンマレイン酸塩錠

Setiptiline Maleate 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0.45μm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中にセチプチリンマレイン酸塩(C₁₉H₁₉N・C₄H₄O₄)約1.1μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする。この液5mLを正確に量り、メタノール/pH7.5の0.15mol/Lリン酸アンモニウム緩衝液混液(1:1)10mLを正確に加え、試料溶液とする。別にセチプチリンマレイン酸塩標準品を105°Cで1時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、移動相に溶かし、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50mLとする。更にこの液4mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、メタノール/pH7.5の0.15mol/Lリン酸アンモニウム緩衝液混液(1:1)10mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μL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、それぞれの液のセチプチリンのピーク面積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。

セチプチリンマレイン酸塩(C₁₉H₁₉N・C₄H₄O₄)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (18 / 5)$

W_S: セチプチリンマレイン酸塩標準品の秤取量(mg)

C: 1錠中のセチプチリンマレイン酸塩(C₁₉H₁₉N・C₄H₄O₄)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 262nm)

カラム: 内径4.6mm, 長さ15cmのステンレス管に5μm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: メタノール300mLにリン酸水素二アンモニウム溶液(33→100000)にリン酸二水素アンモニウム溶液(29→100000)を加えてpH7.5に調整した液100mLを加える。

流量: セチプチリンの保持時間が約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、セチプチ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、セチプチリンのピーク面積の相対標準偏差は2%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15分	80%以上

セチプチリンマレイン酸塩標準品 $C_{19}H_{19}N \cdot C_4H_4O_4$: 377.43 2, 3, 4, 9, —Tetrahydro—2—methyl—1H—dibenzo [3, 4 : 6, 7] cyclohepta [1, 2—c] pyridine maleate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 セチプチリンマレイン酸塩2gにエタノール(99.5)20mLを加え、加温して溶かし、熱ろ過する。ろ液を冷却し、析出した結晶をろ取し、氷冷したエタノール(99.5)少量で洗う。得られた結晶を風乾した後、60 $^{\circ}$ Cで3時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液(1 \rightarrow 40000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長261～263nmに吸収の極大を示す。

吸光度(2.24) [画像2 \(2KB\)](#)

(262nm) : 330～340(乾燥後, 25mg, メタノール, 2000mL)。

融点(2.60) 155～158 $^{\circ}$ C

類縁物質 本品0.10gをメタノール5mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50mLとする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に1—プロパノール/水/酢酸(100)混液(4 : 1 : 1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 : 254nm)を照射するとき、試料溶液から得たセチプチリン(R_f 値約0.45)及びマレイン酸(R_f 値約0.60)のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たセチプチリンのスポットより濃くない。

乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 1時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸(100)40mLに溶かし、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 = 37.74mg $C_{19}H_{19}N \cdot C_4H_4O_4$

リン酸アンモニウム緩衝液, 0.15mol/L, pH7.5 リン酸水素ニアンモニウム19.8gを水に溶かして1000mLとした液に、リン酸二水素アンモニウム17.3gを水に溶かして1000mLとした液を加え、pH7.5に調整する。

リスペリドン細粒

Risperidone Fine Granules

溶出性(6.10) 本品の表示量に従いリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約3mgに対応する量を精密に量り、試験液に水900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液3mLを正確に量り、薄めた塩酸(1 \rightarrow 137)3mLを正確に加え、試料溶液とする。別にリスペリドン標準品を80 $^{\circ}$ Cで4時間減圧乾燥し、その約17mg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、水を加えて正確に100mLとする。この液3mLを正確に量り、薄めた塩酸(1 \rightarrow 137)3mLを正確に加え、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、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積 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。

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)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 : リスペリドン標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g中のリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 237nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル混液(13 : 7)1000mLにトリフルオロ酢酸1mLを加え、アンモニ

ア水(28)を加えてpH2.9±0.1とした後、水／アンモニア水(28)混液(1:1)を加えてpH3.0±0.1に調整する。

流量：リスペリドンの保持時間が約3分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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3500段以上、2.5以下である。

システムの再現性：標準溶液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リスペリド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/g	30分	75%以上

リスペリドン標準品 $C_{23}H_{27}FN_4O_2$: 410.48 3 {2-[4-(6-フルオロ-1, 2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル}-6, 7, 8, 9-テトラヒドロ-2-メチル-4H-ピリド [1, 2- α]ピリミジン-4-オンで、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 リスペリドン10gに水50mLを加え、10分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器(G3)を用いてろ過し、残留物を60°Cで3時間減圧乾燥する。得られた乾燥物にエタノール(95)20mLを加え、水浴中で還流しながら完全に溶けるまで更にエタノール(95)を徐々に加える。この液を約5分間還流させ、室温で一夜放置した後、氷冷しながら、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する。残留物を冷エタノール(95)で3回洗浄した後、60°Cで8時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品の2-プロパノール溶液(1→40000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長233～239nm, 277～281nm及び283～287nmに吸収の極大を示す。

類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL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、試料溶液のリスペリドン以外のピーク面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1.5倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm、長さ10cmのステンレス管に3μm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°C付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム溶液(1→200)

移動相B：メタノール

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勾配制御する。

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0～2	70	30
2～17	70→30	30→70
17～22	30	70

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約1.6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとする。この液10μLから得たリスペリドンのピーク面積が、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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10000段以上、2.0以下である。

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、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, 80°C, 4時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、2-ブタノン／酢酸(100)混液(7:1)70mLに溶かし、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 = 20.52mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$
リスペリドン錠

Risperidone 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0.45μm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中にリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)約0.56μgを含む液となるように薄めた塩酸(1→137)を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にリスペリドン標準品80°Cで4時間減圧乾燥し、約22mg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、水を加えて正確に200mLとする。この液3mLを正確に量り、薄めた塩酸(1→137)3mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μL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、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積 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。

リスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times (9 / 4)$

W_S : リスペリドン標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のリスペリドン($C_{23}H_{27}FN_4O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 237nm)

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

カラム温度: 25°C付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液(13:7)1000mLにトリフルオロ酢酸1mLを加え、アンモニア水(28)を加えてpH2.9±0.1とした後、水/アンモニア水(28)混液(1:1)を加えてpH3.0±0.1に調整する。

流量: リスペリドンの保持時間が約3分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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3500段以上、2.5以下である。

システムの再現性: 標準溶液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リスペリド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
1mg	30分	75%以上
2mg	30分	80%以上
3mg	30分	75%以上

リスペリドン標準品 $C_{23}H_{27}FN_4O_2$: 410.48 3 {2-[4-(6-フルオロ-1,2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル}-6,7,8,9-テトラヒドロ-2-メチル-4H-ピリド [1,2- α]ピリミジン-4-オンで、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 リスペリドン10gに水50mLを加え、10分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器(G3)を用いてろ過し、残留物を60°Cで3時間減圧乾燥する。得られた乾燥物にエタノール(95)20mLを加え、水浴中で還流しながら完全に溶けるまで更にエタノール(95)を徐々に加える。この液を約5分間還流させ、室温で一夜放置した後、氷冷しながら、ガラスろ過器(G3)を用いてろ過する。残留物を冷エタノール(95)で3回洗浄した後、60°Cで8時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品の2-プロパノール溶液(1→40000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長233~239nm, 277~281nm及び283~287nmに吸収の極大を示す。

類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL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、試料溶液のリスペリドン以外のピーク面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の1.5倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260nm)

カラム：内径4.6mm, 長さ10cmのステンレス管に3 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℃付近の一定温度

移動相A：酢酸アンモニウム溶液(1→200)

移動相B：メタノール

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勾配制御する。

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0~2	70	30
2~17	70→30	30→70
17~22	30	70

流量：毎分1.5mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約1.6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとする。この液10 μ Lから得たリスペリドンのピーク面積が、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の7~13%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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10000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、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g, 減圧, 80℃, 4時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.15gを精密に量り、2-ブタノン/酢酸(100)混液(7:1)70mLに溶かし、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=20.52mgC₂₃H₂₇FN₄O₂
レピリナスト錠

Repirinast Tablets

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にラウリル硫酸ナトリウムのpH6.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)900mLを用い、パドル法により、毎分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中にレピリナスト(C₂₀H₂₁NO₅)約0.17mgを含む液となるようにラウリル硫酸ナトリウムのpH6.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)を加えて正確にV' mLとする。この液2mLを正確に量り、アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(800:200:1)を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にレピリナスト標準品を105℃で4時間乾燥し、その約17mgを精密に量り、アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(800:200:1)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、ラウリル硫酸ナトリウムのpH6.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)5mLを正確に加えた後、アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(800:200:1)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、ラウリル硫酸ナトリウムのpH6.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(1→500)5mLを正確に量り、アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(800:200:1)を加えて正確に50mLとした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長289nm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。

レピリナスト(C₂₀H₂₁NO₅)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 900$

W_S：レピリナスト標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のレピリナスト(C₂₀H₂₁NO₅)の表示量(mg)

溶出規格