

クエン酸ペントキシベリン100mg/g散

溶出試験 本品約 0.3g 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 2mL を正確に量り、崩壊試験の第 1 液 4mL を正確に加えて試料溶液とする。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 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、標準原液とする。この標準原液 2mL を正確に量り、崩壊試験の第 1 液 4mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 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75%以上のときは適合とする。

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 135$$

W_S : クエン酸ペントキシベリン標準品の量 (mg)

W_T : クエン酸ペントキシベリン散の秤取量 (g)

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

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 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：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。

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 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 99.0%以上を含むもの。

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0.45μm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100μL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 ($C_{20}H_{31}NO_2 \cdot C_6H_8O_7$) 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 230nm)

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100μL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100μL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 ($C_{20}H_{31}NO_2 \cdot C_6H_8O_7$) 99.0%以上含む。

クエン酸ペントキシベリン 30mg カプセル

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（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0.033g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50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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法により試験を行い、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。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

クエン酸ペントキシベリン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 : クエン酸ペントキシベリン標準品の量 (mg)

C : 1カプセル中のクエン酸ペントキシベリンの表示量 (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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40°C付近の一定温度

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

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約7分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液30 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3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液30 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。

クエン酸ペントキシベリン標準品 日本薬局方外医薬品規格を準用する.

クエン酸ペントキシベリン 30mg 徐放性カプセル

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 2 時間、4 時間及び 24 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45 \mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、水 4mL を正確に加えて試料溶液とする。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 0.022g 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 $100 \mu\text{L}$ 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 $A_{\text{T}(n)}$ 及び A_{S} を測定する。

本品の 2 時間、4 時間及び 24 時間の溶出率が 20~50%、35~65%及び 70%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クエン酸ペントキシベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_{\text{S}} \times \left[\frac{A_{\text{T}(n)}}{A_{\text{S}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{T}(i)}}{A_{\text{S}}} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 135$$

W_{S} : クエン酸ペントキシベリン標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のクエン酸ペントキシベリン ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

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

カラム温度： 40°C 付近の一定温度

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

流量：ペントキシベリンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 $100 \mu\text{L}$ 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.

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 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 99.0% 以上を含むもの