

ピモジド 10mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.3g 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、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、15 分後、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 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 10mL を正確に加え、試料溶液とする。別にピモジド標準品を 105℃で 3 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、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 50mL 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 100mL 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法により試験を行い、それぞれの液のピモジドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_T}{W_s} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{13.5}{C}$$

$W_s$  : ピモジド標準品の量 (mg)

$W_T$  : ピモジド細粒の採取量 (g)

$C$  : 1g 中のピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量 (mg)

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

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℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.0g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 17.0g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：ピモジドの保持時間が約 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピモジ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ピモジド標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピモジド」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ピモジド 1mg 錠

溶出試験 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、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、30 分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別にピモジド標準品を 105℃ で 3 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、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 50mL 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 100mL とし、標準溶液とする。  
試料溶液及び標準溶液 20μL 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、それぞれの液のピモジドのピーク面積  $A_T$  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。

ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{4.5}{C}$$

$W_S$  : ピモジド標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量 (mg)

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

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。

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.0g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 17.0g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：ピモジドの保持時間が約 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 20μL につき、上記の条件で操作するとき、ピモジ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 4000 段以上、1.5 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、ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ピモジド標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピモジド」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ピモジド 3mg 錠

溶出試験 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、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、30 分後、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 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 10mL を正確に加え、試料溶液とする。別にピモジド標準品を 105℃で 3 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、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 50mL 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 100mL 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法により試験を行い、それぞれの液のピモジドのピーク面積  $A_T$  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。

ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{13.5}{C}$$

$W_S$  : ピモジド標準品の量 (mg)

$C$  : 1 錠中のピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) の表示量 (mg)

## 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

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℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.0g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 17.0g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：ピモジドの保持時間が約 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 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピモジ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ピモジド標準品 日本薬局方外医薬品規格「ピモジド」に適合するもの。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) 99.0% 以上を含むもの。