

別紙

ピンドロール 5mg 徐放カプセル

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。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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。別にピンドロール標準品を 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 10mL に溶かし、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、ピンドロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 25~40% のときは適合とする。

ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

A_S : ピンドロール標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 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 4mm、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：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 (900:100:1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量：ピンドロールの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピンドロールのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 3000 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピンドロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

[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。溶出試験開始 15 分、3 時間及び 24 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37±0.5°C に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.5 μm 以下のメ

ンプ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。別にピンドロール標準品を 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 10mL に溶かし、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 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 50 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、ピンドロールのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_s を測定する。

本品の 15 分間、3 時間及び 24 時間の溶出率が、それぞれ 15~45%、40~70% 及び 80% 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ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%) (n=1, 2, 3)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{20}{900} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : ピンドロール標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 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 4mm、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：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 (900 : 100 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量：ピンドロールの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピンドロールのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 3000 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピンドロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ピンドロール標準品 ピンドロール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 99.0% 以上を含むもの。

ピンドロール 15mg 徐放カプセル

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。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 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。別にピンドロール標準品を 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 10mL に溶かし、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL 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、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、ピンドロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 25~40% のときは適合とする。

ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : ピンドロール標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 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 4mm、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：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 (900 : 100 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量：ピンドロールの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピンドロールのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 3000 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピンドロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

[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。溶出試験開始 15 分、3 時間及び 24 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37±0.5°C に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.5 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。別にピンドロール標準品を 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 10mL に溶かし、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) を加えて正確に 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 50 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、ピンドロールのピーク面積 $A_{T(n)}$ 及び A_s を測定する。

本品の 15 分間、3 時間及び 24 時間の溶出率が、それぞれ 15~45%、40~70% 及び 80% 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ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%) (n=1, 2, 3)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{20}{900} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : ピンドロール標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 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 4mm、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：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 (900 : 100 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量：ピンドロールの保持時間が約 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピンドロールのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 3000 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピンドロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ピンドロール標準品 ピンドロール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 99.0% 以上を含むもの。