

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 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 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 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 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 : 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 μ 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 μ 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 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 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 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 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 : 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 μ 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 μ 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 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 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 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 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 : 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 μ 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 μ 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．