

レボドパ・カルビドパ 100mg・10mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900 mL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20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を試験溶液とする。別にレボドパ標準品を105 で3時間乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、レボドパ溶液とする。また、カルビドパ標準品(別途、100 で6時間、減圧・0.67 kPa以下で乾燥し、その乾燥減量を測定しておく)約0.024 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に200 mLとし、カルビドパ溶液とする。レボドパ溶液25 mL及びカルビドパ溶液10 mLそれぞれを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液20 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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにカルビドパのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の15分間のレボドパ及びカルビドパの溶出率が80%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(%)

$$= \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times W_{S1} \times \frac{9}{2}$$

W_{S1} : レボドパ標準品の量(mg)

無水カルビドパ($C_{10}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times W_{S2} \times \frac{9}{2}$$

W_{S2} : 乾燥物に換算したカルビドパ標準品の量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cm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: 30 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物12.4 gを水950 mLに溶かす。この液に1-デカンスルホン酸ナトリウム溶液(3 12500)1.3 mLを加え、リン酸でpH2.8に調整し、水を加えて1000 mLとする。

流量: レボドパの保持時間が約4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、レボドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は6以上で、レボドパのピークの理論板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。

試験の再現性: 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、レボドパのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

レボドパ標準品: レボドパ(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。カルビドパ標準品: カルビドパ標準品(日局)。

レボドパ・カルビドパ 250mg・25mg 錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水900 mL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20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に10 mLとし、試験液とする。別にレボドパ標準品を105 で3時間乾燥し、その約0.022 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、レボドパ溶液とする。また、カルビドパ標準品(別途、100 で6時間、減圧・0.67 kPa以下で乾燥し、その乾燥減量を測定しておく)約0.024 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に200 mLとし、カルビドパ溶液とする。レボドパ溶液25 mL及びカルビドパ溶液10 mLそれぞれを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試験液及び標準溶液20 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、それぞれの液のレボドパのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにカルビドパのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の15分間のレボドパ及びカルビドパの溶出率が80%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(%)

$$= \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times W_{S1} \times \frac{9}{2}$$

W_{S1} : レボドパ標準品の量(mg)

無水カルビドパ($C_{10}H_{14}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times W_{S2} \times \frac{9}{2}$$

W_{S2} : 乾燥物に換算したカルビドパ標準品の量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 280 nm)

カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cm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填する。

カラム温度: 30 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物12.4 gを水950 mLに溶かす。この液に1-デカンサルホン酸ナトリウム溶液(3 12500)1.3 mLを加え、リン酸でpH 2.8に調整し、水を加えて1000 mLとする。

流量: レボドパの保持時間が約4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、レボドパ、カルビドパの順に溶出し、その分離度は6以上で、レボドパ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。

試験の再現性: 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、レボドパのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

レボドパ標準品: レボドパ(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。カルビドパ標準品: カルビドパ標準品(日局)。