

## 塩酸ロペラミド散 Loperamide Hydrochloride Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 30mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 20mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準品を 105 で 4 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、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 $\mu$ 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : 塩酸ロペラミド標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸ロペラミド散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 付近の一定温度

移動相：塩酸トリエチルアミン 3.0g を薄めたリン酸(1→10)10mL 及び水に溶かし、550mL とする。この液にアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.5mg/g	15 分	85%以上

**塩酸トリエチルアミン**  $C_6H_{15}N \cdot HCl$  白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上．定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg  $C_6H_{15}N \cdot HCl$

貯法 遮光した気密容器．

**デキストリン** デキストリン(日局)．

## 塩酸ロペラミド細粒 Loperamide Hydrochloride Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、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(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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。別に塩酸ロペラミド標準品を 105 で 4 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 100mL とする。更にこの液 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 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 $\mu$ 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : 塩酸ロペラミド標準品の量(mg)

$W_T$  : 塩酸ロペラミド細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の塩酸ロペラミド( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 付近の一定温度

移動相：塩酸トリエチルアミン 3.0g を水 540mL に溶かし、薄めたリン酸 (1→10)10mL 及びアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.5mg/g	15分	85%以上
1mg/g	15分	75%以上
2mg/g	30分	75%以上

**塩酸トリエチルアミン**  $C_6H_{15}N \cdot HCl$  白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上．定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg  $C_6H_{15}N \cdot HCl$

貯法 遮光した気密容器．

**酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05 mol/L，pH4.0** 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とする．この液に酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え，pH4.0 に調整する．

**デキストリン** デキストリン(日局)．

## 塩酸ロペラミドカプセル

### Loperamide Hydrochloride Capsules

**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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸ロペラミド ( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ ) 約 1.1 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$ mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準品を 105 で 4 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、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 $\mu$ 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、それぞれの液のロペラミドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸ロペラミド ( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_s$  : 塩酸ロペラミド標準品の量 (mg)

$C$  : 1 カプセル中の塩酸ロペラミド ( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：214nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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 付近の一定温度

移動相：塩酸トリエチルアミン 3.0g を水 540mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 10) 10mL 及びアセトニトリル 450mL を加える。

流量：ロペラミドの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	60分	70%以上

**塩酸トリエチルアミン**  $C_6H_{15}N \cdot HCl$  白色の結晶性の粉末である。

含量 97.0%以上。定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1 : 50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1 : 5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1mol/L 硝酸銀液 1mL = 13.765mg  $C_6H_{15}N \cdot HCl$

貯法 遮光した気密容器。

**デキストリン** デキストリン(日局)。

## ロペラミド塩酸塩ドライシロップ

### Loperamide Hydrochloride Dry Syrup

**溶出性** 〈6.10〉 本品の表示量に従いロペラミド塩酸塩( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )約 1mg に対応する量を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別にロペラミド塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 22mg 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、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い、それぞれの液のロペラミドのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ロペラミド塩酸塩( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 9/2$$

$W_S$  : ロペラミド塩酸塩標準品の秤取量(mg)

$W_T$  : 本品の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のロペラミド塩酸塩( $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 214nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 塩酸トリエチルアミン 3.0g を水 540mL に溶かし、薄めたリン酸(1 $\rightarrow$ 10)10mL 及びアセトニトリル 450mL を加える。

流量 : ロペラミドの保持時間が約 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 100 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ロペラミ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

5000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロペラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.5mg/g	15 分	75%以上

**塩酸トリエチルアミン**  $C_6H_{15}N \cdot HCl$  白色の結晶性の粉末である．

含量 97.0%以上． 定量法 本品約 0.3g を精密に量り，水 50mL に溶かし，デキストリン溶液(1→50)及び無水酢酸ナトリウム溶液(1→5)1mL ずつを加え，0.1mol/L 硝酸銀液で滴定 <2.50> する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L硝酸銀液 1mL = 13.77mg  $C_6H_{15}N \cdot HCl$

貯法 遮光した気密容器

デキストリン デキストリン(日局)