

ペントキシベリンクエン酸塩散 Pentoxiverine Citrate Powder

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 約 30mg 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 $0.45\mu\text{m}$ 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 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液 4mL を正確に加えて試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液 4mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 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。

ペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 135$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1g 中のペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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°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 (600 : 400 : 1) にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 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 $100\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で操作すると

き、ペントキシベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下である。
システムの再現性：標準溶液100 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ペントキシベリン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
100mg/g	15分	75%以上

ペントキシベリンクエン酸塩細粒 Pentoxiverine Citrate Fine Granules

溶出性 〈6.10〉 本品の表示量に従いペントキシベリンクエン酸塩($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)約 15mg 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 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、次のろ液を試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、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 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 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。

ペントキシベリンクエン酸塩($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)の表示量に対する溶出率(%)
$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のペントキシベリンクエン酸塩($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ 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°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(600 : 400 : 1)に、リン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 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 μ L につき、上記条件で操作するとき、ペントキシベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 100 μ L につき、上記条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペントキシベリン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
100mg/g	15分	85%以上

ペントキシベリンクエン酸塩錠 Pentoxiverine Citrate Tablets

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、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 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg を精密に量り、水に溶かし、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 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 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。

ペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)の表示量に対する溶出率(%)
= $W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃·C₆H₈O₇)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ 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°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(600 : 400 : 1)にリン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 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 μ Lにつき,上記の条件で操作するとき,ペントキシベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は,それぞれ 2000 段以上, 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ペントキシベリン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
10mg	120 分	80%以上
15mg	45 分	80%以上
30mg	90 分	85%以上

ペントキシベリンクエン酸塩標準品 ペントキシベリンクエン酸塩(日局).
ただし乾燥したものを定量するとき，ペントキシベリンクエン酸塩 ($C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$)99.0%以上を含むもの．

ペントキシベリンクエン酸塩カプセル Pentoxiverine Citrate Capsules

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900mLを用い、パドル法(ただし、シンカーを用いる)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 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 VmLを正確に量り、表示量に従い 1mL中にペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃・C₆H₈O₇)約 33 μ gを含む液となるように水を加えて正確に V'mLとし、試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°Cで 4 時間減圧乾燥し、その約 33mgを精密に量り、水に溶かし、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 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 30 μ 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積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。

ペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃・C₆H₈O₇)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 カプセル中のペントキシベリンクエン酸塩(C₂₀H₃₁NO₃・C₆H₈O₇)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ 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°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(600 : 400 : 1)に、リン酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 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 30 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベリン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。

システムの再現性 : 標準溶液 30 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペントキシベリン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
30mg	45 分	80%以上

ペントキシベリンクエン酸塩徐放カプセル
Pentoxiverine Citrate Extended-release Capsules

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、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を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL中にペントキシベリンクエン酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 約 $11\mu\text{g}$ を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{ mL}$ とし、試料溶液とする。別にペントキシベリンクエン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°C で 4 時間減圧乾燥し、その約 22mgを精密に量り、水に溶かし、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とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL 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、それぞれの液のペントキシベリンのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるペントキシベリンクエン酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : ペントキシベリンクエン酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中のペントキシベリンクエン酸塩 ($\text{C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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°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 (600 : 400 : 1) にリン酸を加え、pH3.0 に調整する。

流量 : ペントキシベリンの保持時間が約 7 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、ペントキシベリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000

段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ペントキシベリン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
30mg	2 時間	20～50%
	4 時間	35～65%
	24 時間	70%以上