

臭化水素酸デキストロメトルファン散 Dextromethorphan Hydrobromide Powder

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g 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 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。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL 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 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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 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。

臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 1.051$$

W_S : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン散の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

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用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25°C 付近の一定温度

移動相：リン酸 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量：デキストロメトルファンの保持時間が約 11 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、デキストロメトルファ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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デキストロメトルファ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

臭化水素酸デキストロメトルファン標準品 臭化水素酸デキストロメトルファン (日局)．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr$)99.0%以上を含むもの．

ジ-n-ブチルアミン (C_4H_9)₂NH：129.24

性状 無色澄明の液体

密度 (20) 0.756 ~ 0.761g/mL

臭化水素酸デキストロメトルファン細粒 Dextromethorphan Hydrobromide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)約 0.015g 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 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。別に臭化水素酸デキストロメトルファン標準品(別途本品 0.2g につき、水分測定法の容量滴定法、逆滴定により水分を測定しておく)約 0.017g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL 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 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、それぞれの液のデキストロメトルファンのピーク面積 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。

臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90 \times 1.051$$

W_S : 脱水物に換算した臭化水素酸デキストロメトルファン標準品の量(mg)

W_T : 臭化水素酸デキストロメトルファン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中の臭化水素酸デキストロメトルファン($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278nm)

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用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25°C 付近の一定温度

移動相：リン酸 4.90g 及びジ-*n*-ブチルアミン 6.46g を水 800mL に溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加え、pH3.9 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 850mL にメタノール 150mL を加える。

流量：デキストロメトルファンの保持時間が約 11 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、デキストロメトルファ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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，デキストロメトルフアン[®]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	80%以上

臭化水素酸デキストロメトルフアン標準品 臭化水素酸デキストロメトルフアン（日局）．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，臭化水素酸デキストロメトルフアン(C₁₈H₂₅NO・HBr)99.0%以上を含むもの．

ジ-n-ブチルアミン (C₄H₉)₂NH：129.24

性状 無色澄明の液体

密度（20 ） 0.756～0.761g/mL