

## 臭化チキジウム顆粒 Tiquizium Bromide Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従い臭化チキジウム( $C_{19}H_{24}BrNS_2$ )約0.01g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 $0.45\mu\text{m}$ 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 3mL を正確に量り、水 3mL を正確に加え、試料溶液とする。別に臭化チキジウム標準品を 105 で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 4mL 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 20 $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のチキジウムのピーク面積  $A_T$  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。

臭化チキジウム( $C_{19}H_{24}BrNS_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : 臭化チキジウム標準品の量(mg)

$W_T$  : 臭化チキジウム顆粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中の臭化チキジウム( $C_{19}H_{24}BrNS_2$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：247nm)

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：薄めたリン酸(3 1000)/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量：チキジウムの保持時間が約 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 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、チキジウム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 20 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チキジウム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
20mg/g	90 分	80%以上

臭化チキジウム標準品 「臭化チキジウム」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, 臭化チキジウム( $C_{19}H_{24}BrNS_2$ ) 99.0%以上を含むもの.

## 臭化チキジウムカプセル Tiquizium Bromide 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(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 $\mu$ 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中に臭化チキジウム(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>BrNS<sub>2</sub>)約5.6 $\mu$ 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。別に臭化チキジウム標準品を105で4時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液4mL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20 $\mu$ 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、それぞれの液のチキジウムのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

臭化チキジウム(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>BrNS<sub>2</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W<sub>S</sub> : 臭化チキジウム標準品の量(mg)

C : 1カプセル中の臭化チキジウム(C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>BrNS<sub>2</sub>)の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 247nm)

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 : 30 付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸(3 1000)/アセトニトリル混液(3 : 2)

流量 : チキジウムの保持時間が約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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、チキジウム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20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、チキジウム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
5mg	30分	85%以上
10mg	30分	85%以上

臭化チキジウム標準品 「臭化チキジウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化チキジウム( $C_{19}H_{24}BrNS_2$ ) 99.0%以上を含むもの。