

ピモジド細粒 Pimozide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)約 3mg 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 0.5 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 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 10mL を正確に加え、試料溶液とする。別にピモジド標準品を 105 で 3 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 50mL 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のピモジドのピーク面積 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。

ピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{27}{2}$$

W_S : ピモジド標準品の量(mg)

W_T : ピモジド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.0g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 17.0g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：ピモジドの保持時間が約 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピモジ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	15 分	80%以上

ピモジド標準品 「ピモジド」．ただし，乾燥したものを定量するとき，ピモジド(C₂₈H₂₉F₂N₃O)99.0%以上を含むもの．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に，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．

ピモジド錠 Pimozide Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、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 0.5 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)約 1.1 μ g を含む液となるように 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 V' mL とし、試料溶液とする。別にピモジド標準品を 105 で 3 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 50mL 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 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のピモジドのピーク面積 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。

ピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)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 : ピモジド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.0g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 17.0g を水に溶かし、1000mL とする。この液 650mL にアセトニトリル 350mL を加える。

流量：ピモジドの保持時間が約 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ピモジ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	30分	80%以上
3mg	30分	80%以上

ピモジド標準品 「ピモジド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピモジド($C_{28}H_{29}F_2N_3O$)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて1000mLとした液に、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。