

チミペロン 10mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.3 g を精密に量り、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にチミペロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.017 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : チミペロン標準品の量 (mg)

W_T : チミペロン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のチミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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： 40°C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650 mL にアセトニトリル 180 mL を加え、更にメタノール 170 mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、チミペロ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チミペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

チミペロン標準品「チミペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) 99.0% 以上を含むもの。

チミペロン 0.5 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にチミペロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1.8$$

W_s : チミペロン標準品の量 (mg)

C : 1g 中のチミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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： 40°C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650 mL にアセトニトリル 180 mL を加え、更にメタノール 170 mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、チミペロ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チミペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

チミペロン標準品 「チミペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) 99.0% 以上を含むもの。

チミペロン 1mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL 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。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にチミペロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 3.6$$

W_s : チミペロン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のチミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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： 40°C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650 mL にアセトニトリル 180 mL を加え、更にメタノール 170 mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、チミペロ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チミペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

チミペロン標準品 「チミペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) 99.0% 以上を含むもの。

チミペロン 3mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL 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。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 30 mL とし、試料溶液とする。別にチミペロン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $50\ \mu\text{L}$ 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 85 %以上のときは適合とする。

チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 10.8$$

W_s : チミペロン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のチミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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： 40°C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650 mL にアセトニトリル 180 mL を加え、更にメタノール 170 mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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 $50\ \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、チミペロ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 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $50\ \mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、チミペロンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

チミペロン標準品 「チミペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チミペロン ($\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$) 99.0%以上を含むもの。