

メシル酸ベタヒスチン 6mg 錠

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 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、次のろ液を試料溶液とする。別にメシル酸ベタヒスチン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 70°C で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.03g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL 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、ベタヒスチンのピーク面積 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。

メシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : メシル酸ベタヒスチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のメシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 261nm)

カラム: 内径約 4mm, 長さ約 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: 35°C 付近の一定温度

移動相: ジエチルアミン 5mL 及び酢酸 (100) 20mL に水を加え、1000mL とする。この液 630mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3g を溶かし、アセトニトリル 370mL を加える。

流量: ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ベタヒスチンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性: 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、ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

メシル酸ベタヒスチン標準品 メシル酸ベタヒスチン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、メシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0% 以上を含むもの。

メシル酸ベタヒスチン 12mg 錠

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 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、次のろ液を試料溶液とする。別にメシル酸ベタヒスチン標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 70°C で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.06g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL 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、ベタヒスチンのピーク面積 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。

メシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : メシル酸ベタヒスチン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のメシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 261nm)

カラム : 内径約 4mm, 長さ約 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 : 35°C 付近の一定温度

移動相 : ジエチルアミン 5mL 及び酢酸 (100) 20mL に水を加え、1000mL とする。この液 630mL にラウリル硫酸ナトリウム 2.3g を溶かし、アセトニトリル 370mL を加える。

流量 : ベタヒスチンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ベタヒスチンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、ベタヒスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

メシル酸ベタヒスチン標準品 メシル酸ベタヒスチン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、メシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0% 以上を含むもの。