

は、それぞれ 3500 段以上、2.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

リスペリドン、定量用 $C_{23}H_{27}FN_4O_2:410.48$ 3-[2-[4-(6-フルオロ-1,2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル]-6,7,8,9-テトラヒドロ-2-メチル-4*H*-ピリド [1,2-*a*]ピリミジン-4-オンで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には、次に示す方法により精製する。

精製法 リスペリドン 10g に水 50mL を加え、10 分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器(G3)でろ取し、残留物を乾燥する(減圧, 60°C, 3 時間)。得られた乾燥物にエタノール 20mL を加え、水浴中で還流しながら更にエタノールを徐々に加えて完全に溶けるまで加える。約 5 分間還流させ、室温で一夜放置後、氷冷しながら、ガラスろ過器(G3)でろ取し、残留物を冷エタノールで 3 回洗浄し、乾燥する(減圧, 60°C, 8 時間)。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 10 cm のステンレス管に 3 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：30°C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム溶液 (1→200)

移動相 B：メタノール

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~15	70→30	30→70
15~20	30	70
20~21	30→70	70→30

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得られたリスペリドンのピーク面積が標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 5~15 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

含量 換算した乾燥物に対して 99.0% 以上 定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、2-ブタノン/酢酸 (100) 混液 (7 : 1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 20.53 mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$

別に規定するもののほか、規格及び試験方法は、日本薬局方の通則、製剤総則及び一般試験法による。

リスペリドン 1mg 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（パドル法）により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後に溶出液 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、薄めた塩酸（1 → 137）3mL を正確に加えて試料溶液とする。別に定量用リスペリドンを 80°C （減圧）で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25mL とする。この液 2mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 200mL とし、この液 3mL を正確に量り、薄めた塩酸（1 → 137）3mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

リスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

W_S : 定量用リスペリドンの量 (mg)

C : 1 錠中のリスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：237 nm）

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の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°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液（13：7）1000mL にトリフルオロ酢酸 1mL を加えた後、アンモニア水（28）を使用して、約 pH2.9 とした後、水／アンモニア水（28）混液（1：1）を加えて pH 3.0 ± 0.1 に調整する。

流量：リスペリドンの保持時間が約 3 分になるように調整する（1.0mL/min）。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 $100\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 3500 段以上、2.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

リスペリドン、定量用 $C_{23}H_{27}FN_4O_2$:410.48 3-[2-[4-(6-フルオロ-1,2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル]-6,7,8,9-テトラヒドロ-2-メチル-4*H*-ピリド[1,2-*a*]ピリミジン-4-オンで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には、次に示す方法により精製する。

精製法 リスペリドン 10g に水 50mL を加え、10 分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を乾燥する(減圧, 60°C, 3 時間)。得られた乾燥物にエタノール 20mL を加え、水浴中で還流しながら更にエタノールを徐々に加えて完全に溶けるまで加える。約 5 分間還流させ、室温で一夜放置後、氷冷しながら、ガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を冷エタノールで 3 回洗浄し、乾燥する(減圧, 60°C, 8 時間)。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：260 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 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：30°C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム溶液 (1→200)

移動相 B：メタノール

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~15	70→30	30→70
15~20	30	70
20~21	30→70	70→30

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得られたリスペリドンのピーク面積が標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 5~15 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 4 時間) .

含量 換算した乾燥物に対して 99.0% 以上 定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、2-ブタノン/酢酸(100)混液(7:1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 20.53 mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$

別に規定するもののほか、規格及び試験方法は、日本薬局方の通則、製剤総則及び一般試験法による。

リスペリドン 2mg 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 (パドル法) により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後に溶出液 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、薄めた塩酸 (1 → 137) 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別に定量用リスペリドンを 80°C (減圧) で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25mL とする。この液 2mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 200mL とし、この液 3mL を正確に量り、薄めた塩酸 (1 → 137) 3mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

リスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{36}{5}$$

W_S : 定量用リスペリドンの量 (mg)

C : 1 錠中のリスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 237 nm)

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の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°C 付近の一定温度

移動相 : 水 / アセトニトリル混液 (13 : 7) 1000mL にトリフルオロ酢酸 1mL を加えた後、アンモニア水 (28) を使用して、約 pH2.9 とした後、水 / アンモニア水 (28) 混液 (1 : 1) を加えて pH3.0 ± 0.1 に調整する。

流量 : リスペリドンの保持時間が約 3 分になるように調整する (1.0mL/min)。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 $100\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 3500 段以上、2.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

リスペリドン、定量用 $C_{23}H_{27}FN_4O_2$:410.48 3-[2-[4-(6-フルオロ-1,2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル]-6,7,8,9-テトラヒドロ-2-メチル-4*H*-ピリド [1,2-*a*]ピリミジン-4-オンで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には、次に示す方法により精製する。

精製法 リスペリドン 10g に水 50mL を加え、10 分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を乾燥する(減圧, 60°C, 3 時間)。得られた乾燥物にエタノール 20mL を加え、水浴中で還流しながら更にエタノールを徐々に加えて完全に溶けるまで加える。約 5 分間還流させ、室温で一夜放置後、氷冷しながら、ガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を冷エタノールで 3 回洗浄し、乾燥する(減圧, 60°C, 8 時間)。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなり、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：260 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 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：30°C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム溶液 (1→200)

移動相 B：メタノール

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~15	70→30	30→70
15~20	30	70
20~21	30→70	70→30

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得られたリスペリドンのピーク面積が標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 5~15 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 4 時間)。

含量 換算した乾燥物に対して 99.0% 以上 定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、2-ブタノン/酢酸 (100) 混液 (7 : 1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 20.53 mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$

別に規定するもののほか、規格及び試験方法は、日本薬局方の通則、製剤総則及び一般試験法による。

リスペリドン 3mg 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 (パドル法) により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後に溶出液 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、薄めた塩酸 (1 → 137) 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別に定量用リスペリドンを 80°C (減圧) で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 15mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25mL とする。この液 2mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 200mL とし、この液 3mL を正確に量り、薄めた塩酸 (1 → 137) 3mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のリスペリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

リスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{54}{5}$$

W_S : 定量用リスペリドンの量 (mg)

C : 1 錠中のリスペリドン ($\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{FN}_4\text{O}_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：237 nm)

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の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°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液 (13 : 7) 1000mL にトリフルオロ酢酸 1mL を加えた後、アンモニア水 (28) を使用して、約 pH2.9 とした後、水／アンモニア水 (28) 混液 (1 : 1) を加えて pH 3.0 ± 0.1 に調整する。

流量：リスペリドンの保持時間が約 3 分になるように調整する ($1.0\text{mL}/\text{min}$) 。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 $100\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 3500 段以上、2.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

リスペリドン、定量用 $C_{23}H_{27}FN_4O_2$:410.48 3-[2-[4-(6-フルオロ-1,2-ベンズイソキサゾール-3-イル)ピペリジノ]エチル]-6,7,8,9-テトラヒドロ-2-メチル-4*H*-ピリド [1,2-*a*]ピリミジン-4-オンで、下記の規格に適合するもの。必要な場合には、次に示す方法により精製する。

精製法 リスペリドン 10g に水 50mL を加え、10 分間激しく振り混ぜる。この液をガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を乾燥する(減圧, 60°C, 3 時間)。得られた乾燥物にエタノール 20mL を加え、水浴中で還流しながら更にエタノールを徐々に加えて完全に溶けるまで加える。約 5 分間還流させ、室温で一夜放置後、氷冷しながら、ガラスろ過器 (G3) でろ取し、残留物を冷エタノールで 3 回洗浄し、乾燥する(減圧, 60°C, 8 時間)。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリスペリドン以外のピークの面積は、いずれも標準溶液のリスペリドンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリスペリドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：260 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 10 cm のステンレス管に 3 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：30°C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム溶液 (1→200)

移動相 B：メタノール

移動相の送液：移動相 A 及び B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~15	70→30	30→70
15~20	30	70
20~21	30→70	70→30

流量：毎分 1.5 mL

面積測定範囲：リスペリドンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得られたリスペリドンのピーク面積が標準溶液のリスペリドンのピーク面積の 5~15 % になることを確認する。

システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リスペリド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 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、リスペリドンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 4 時間)。

含量 換算した乾燥物に対して 99.0% 以上 定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、2-ブタノン/酢酸 (100) 混液 (7:1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 20.53 mg $C_{23}H_{27}FN_4O_2$

別に規定するもののほか、規格及び試験方法は、日本薬局方の通則、製剤総則及び一般試験法による。

レピリナスト 150 mg 錠

溶出試験：試験液として、ラウリル硫酸ナトリウムの pH6.8 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液溶液(2→1000)を用いる。本品 1 個をとり、試験液 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。溶出試験を開始し、溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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 2 mL を正確に量り、アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(800:200:1)を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に、レピリナスト標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.030 g を精密に量り、アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(800:200:1)を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5mL を正確に量り、試験液 5mL を正確に加えた後、アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(800:200:1)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につき、試験液 5mL に、アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(800:200:1)を加えて 50mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 289 nm における吸光度 AT 及び As 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。

レピリナスト ($C_{20}H_{21}NO_5$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{450}{C}$$

W_s : レピリナスト標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のレピリナスト ($C_{20}H_{21}NO_5$) の表示量 (mg)

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH6.8 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH6.8 に調整する。

塩酸テモカプリル 1mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 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 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。

別に、塩酸テモカプリル標準品（別途本品 1 g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定法により水分を測定しておく）約 0.023 g を精密に量り、薄めたアセトニトリル（1 \rightarrow 2）を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 50 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のテモカプリルのピーク面積 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。

塩酸テモカプリル ($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸テモカプリル標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸テモカプリル ($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 234 nm)

カラム : 内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 : 薄めたリン酸 (1 \rightarrow 500) / アセトニトリル混液 (43 : 32)

流量 : テモカプリルの保持時間が約 7 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、テモカプリルの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 9000 段以上、及び 2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回

繰り返すとき、テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

塩酸テモカプリル標準品

$C_{23}H_{28}N_2O_5S_2 \cdot HCl$: 513.07 (+)-[(2*S*,6*R*)-6-[[(*S*)-1-(エトキシカルボニル)-3-フェニルプロピル]アミノ]-5-オキソ-2-(2-チエニル)ペルヒドロ-1,4-チアゼピン-4-イル]酢酸一塩酸塩で、次の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1758 cm^{-1} , 1733 cm^{-1} , 1676 cm^{-1} , 1496 cm^{-1} , 755 cm^{-1} , 729 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10 g を薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により、それらの量を求めるとき、テモカプリルのピーク以外のピークの合計面積は 0.5 % 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：234 nm）

カラム：内径 6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に $5\text{ }\mu\text{m}$ 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：リン酸溶液(1→500)/アセトニトリル混液 (63 : 37)

流量：テモカプリルの保持時間が約 11 分になるように調整する（毎分約 1 mL の一定量）。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテモカプリルの保持時間の約 4 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5 mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加え正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加え正確に 50 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加え正確に 50 mL とする。この液 $10\text{ }\mu\text{L}$ から得たテモカプリルのピーク面積は、試料溶液のテモカプリルのピーク面積