ピロカルピン塩酸塩錠

Pilocarpine Hydrochloride Tablets

塩酸ピロカルピン錠

本品は定量するとき，表示量の 95.0～105.0%に対応するピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl：244.72)を含む.

製法　本品は「ピロカルピン塩酸塩」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験　定量法で得た試料溶液及び標準溶液 10μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液の主ピークの保持時間は等しい．また，それらのピークの吸収スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：215nm，スペクトル測定範囲：200～370nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

純度試験　**類縁物質**　定量法で得た試料溶液を試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，pH4.0 のリン酸塩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 10μL ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピロカルピンに対する相対保持時間約 0.78 及び約 0.92 のピーク面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のピロカルピン及び上記のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 1／5 より大きくない．また，試料溶液のピロカルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 2 倍より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロカルピンの保持時間の約 1.3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り，pH4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とする．この液 10μL から得たピロカルピンのピーク面積が，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 7～13%になることを確認する.

システムの再現性：標準溶液 10μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロカルピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である.

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品 1 個をとり，pH4.0 のリン酸塩緩衝液を加え，完全に崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl)約 0.2mgを含む液となるようにpH4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に V mLとし，孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過する．初めのろ液 3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ピロカルピン塩酸塩を 105℃で 2 時間乾燥し，その約 40mgを精密に量り，pH4.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100mLとする．この液 5mLを正確に量り，pH4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 10mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のピロカルピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

ピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$・HCl)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用ピロカルピン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロカルピ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 3000 段以上，2.0 以下である.

システムの再現性：標準溶液 20μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロカルピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である.

溶出性〈*6.10*〉 試験液に溶出試験第 2 液 900mLを用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行うとき，本品の 30 分間の溶出率は 80%以上である．

本品 1 個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液 10mL以上をとり，孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 3mLを除き，次のろ液 V mLを正確に量り，表示量に従い 1mL中にピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl)約 5.6μgを含む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ピロカルピン塩酸塩を 105℃で 2 時間乾燥し，その約 50mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に 100mL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，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のピロカルピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

ピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl)の表示量に対する溶出率(%)＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用ピロカルピン塩酸塩の秤取量(mg)
C：1 錠中のピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液 50μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロカルピ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 3000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 50μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロカルピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である．

定量法 本品 20 個をとり，pH4.0 のリン酸塩緩衝液を加え，完全に崩壊するまで振り混ぜた後，1mL中にピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl)約 0.4mgを含む液となるようにpH4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に V mLとし，孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターを用いてろ過する．初めのろ液 3mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ピロカルピン塩酸塩を 105℃で 2 時間乾燥し，その約 40mgを精密に量り，pH4.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のピロカルピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品 1 個中のピロカルピン塩酸塩($C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl)の量(mg) ＝$M_S \times A_T / A_S \times V / 2000$

M_S：定量用ピロカルピン塩酸塩の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215nm)
カラム：内径 3.9mm，長さ 30cm のステンレス管に 10μm の液体クロマトグラフィー用フェニ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：0.05mol/L のリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH2.5 に調整する．この液にトリエチルアミン 5.0mL を加えた後，再びリン酸を加えて pH2.5 に調整する．
流量：ピロカルピンの保持時間が約 12 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 10μL につき，上記の条件で操作するとき，ピロカルピ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 3000 段以上，2.0 以下である．
システムの再現性：標準溶液 10μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロカルピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である．

貯法 気密容器．

---

9. 41 試薬･試液の項に次を追加する．

ピロカルピン塩酸塩，定量用 $C_{11}H_{16}N_2O_2$･HCl 〔医薬品各条，「ピロカルピン塩酸塩」ただし，次の試験に適合するもの〕

純度試験 類縁物質 本品 40mg を pH4.0 のリン酸塩緩衝液 100mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，pH4.0 のリン酸塩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 10μL

ずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピロカルピンに対する相対保持時間約 0.78 及び約 0.92 のピーク面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 1／2 より大きくなく，ピロカルピン及び上記のピーク以外のピークの面積は標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 1／5 より大きくない．また，試料溶液のピロカルピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のピロカルピンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「ピロカルピン塩酸塩錠」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からピロカルピンの保持時間の約 1.3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「ピロカルピン塩酸塩錠」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り，pH4.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 20mL とする．この液 10μL から得たピロカルピンのピーク面積が，標準溶液のピロカルピンのピーク面積の 7～13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液 10μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ピロカルピンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

リン酸塩緩衝液, pH4.0　0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH4.0 に調整する．