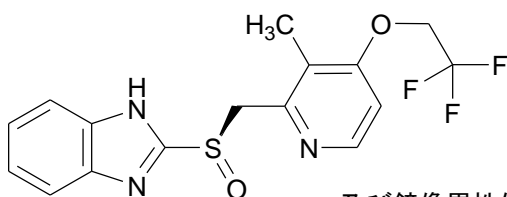


## 1 ランソプラゾール

2 Lansoprazole



3 及び鏡像異性体

4  $C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$  : 369.36

5 (RS)-2-([3-Methyl-4-(2,2,2-trifluoroethoxy)pyridin-2-yl]methyl)

6 sulfanyl)-1H-benzimidazole

7 [103577-45-3]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ランソプラ  
9 ゾール( $C_{16}H_{14}F_3N_3O_2S$ ) 99.0~101.0%を含む。

10 性状 本品は白色~帯褐色の結晶性の粉末である。

11 本品はN,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノ  
12 ールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、  
13 水にほとんど溶けない。

14 本品のN,N-ジメチルホルムアミド溶液(1→10)は旋光性  
15 を示さない。

16 融点：約166℃(分解)。

## 17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視  
19 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品  
20 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はランソプラゾール  
21 標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較す  
22 るとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度  
23 の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭  
25 化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本  
26 品の参照スペクトル又はランソプラゾール標準品のスペクト  
27 ルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに  
28 同様の強度の吸収を認める。

## 29 純度試験

30 (1) 溶状 本品1.0 gをN,N-ジメチルホルムアミド20  
31 mLに溶かすとき、液は澄明で、その色は色の比較液Gより  
32 濃くない。

33 (2) 重金属(1.07) 本品1.0 gを白金るつぼにとり、第2  
34 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液1.0 mL  
35 を加える(10 ppm以下)。

36 (3) ヒ素(1.11) 本品1.0 gを白金るつぼにとり、第3法  
37 により検液を調製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウ  
38 ム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用い、標準色の調  
39 製には、ヒ素標準液1.0 mLを加える(1 ppm以下)。

40 (4) 類縁物質 本操作は試料溶液及び標準溶液調製後、  
41 24時間以内に行う。本品50 mgを希水酸化ナトリウム試液/  
42 メタノール混液(3:1) 20 mLに溶かす。この液2 mLに希水  
43 酸化ナトリウム試液/メタノール混液(3:1)を加えて20 mL  
44 とし、試料溶液とする。試料溶液1 mLを正確に量り、希水  
45 酸化ナトリウム試液/メタノール混液(3:1)を加えて正確に

46 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液40  
47  $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー  
48 (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  
49 を自動積分法により測定するとき、試料溶液のランソプラゾ  
50 ールに対する相対保持時間約1.1のピーク面積は、標準溶液  
51 のランソプラゾールのピーク面積の2/5より大きくなく、  
52 試料溶液のランソプラゾール及び上記以外のピークの面積は、  
53 標準溶液のランソプラゾールのピーク面積の1/10より大き  
54 くない。また、試料溶液のランソプラゾール以外のピークの  
55 合計面積は、標準溶液のランソプラゾールのピーク面積の3  
56 /5より大きくない。ただし、ランソプラゾールに対する相  
57 対保持時間約0.8、約1.1及び約1.2のピーク面積は自動積分  
58 法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.76、1.22及び1.27を乗  
59 じた値とする。

## 60 試験条件

61 検出器：紫外吸光度計(測定波長：285 nm)

62 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5  
63  $\mu$ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
64 化シリカゲルを充填する。

65 カラム温度：25℃付近の一定温度

66 移動相A：水

67 移動相B：アセトニトリル/水/トリエチルアミン混液  
68 (160:40:1)にリン酸を加えてpH 7.0に調整する。69 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ  
70 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 40	90 → 20	10 → 80
40 ~ 50	20	80

71 流量：ランソプラゾールの保持時間が約29分になるよ  
72 うに調整する。73 面積測定範囲：ランソプラゾールの保持時間の約1.7倍  
74 の範囲

## 75 システム適合性

76 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、希水酸化ナ  
77 トリウム試液/メタノール混液(3:1)を加えて正確に  
78 20 mLとする。この液40  $\mu$ Lから得たランソプラゾ  
79 ールのピーク面積が、標準溶液のランソプラゾールのピー  
80 ク面積の4~6%になることを確認する。81 システムの性能：標準溶液40  $\mu$ Lにつき、上記の条件で  
82 操作するとき、ランソプラゾールのピークの理論段数  
83 及びシンメトリー係数は、それぞれ150000段以上、  
84 1.5以下である。85 システムの再現性：標準溶液40  $\mu$ Lにつき、上記の条件  
86 で試験を6回繰り返すとき、ランソプラゾールのピー  
87 ク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

88 (5) 残留溶媒 別に規定する。

89 水分(2.48) 0.10%以下(0.5 g、電量滴定)。

90 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g、白金るつぼ)。

91 定量法 本品及びランソプラゾール標準品(別述本品と同様の  
92 方法で水分(2.48)を測定しておく)約50 mgずつを精密に量  
93 り、内標準溶液10 mLずつを正確に加えて溶かす。この液1  
94 mLずつを量り、それぞれに溶解液を加えて50 mLとし、試

95 料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10  $\mu\text{L}$ に  
 96 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試  
 97 験を行い、内標準物質のピーク面積に対するランソプラゾール  
 98 のピーク面積の比 $Q_T$ 及び $Q_S$ を求める。

99 ランソプラゾール( $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_2\text{S}$ )の量(mg) $=M_S \times Q_T / Q_S$

100  $M_S$  : 脱水物に換算したランソプラゾール標準品の秤取量  
 101 (mg)

102 内標準溶液 4'-エトキシアセトフェノンの溶解液溶液(1  
 103  $\rightarrow$ 400)

104 溶解液 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液  
 105 (60 : 40 : 1)にリン酸を加えてpH 11.0に調整する。

106 試験条件

107 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 285 nm)

108 カラム : 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に, 5  
 109  $\mu\text{m}$ の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル  
 110 化シリコンポリマー被覆シリカゲルを充填する。

111 カラム温度 : 25  $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

112 移動相 : 水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液  
 113 (60 : 40 : 1)にリン酸を加えてpH 7.0に調整する。

114 流量 : ランソプラゾールの保持時間が約7分になるよう  
 115 に調整する。

116 システム適合性

117 システムの性能 : 標準溶液10  $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件で  
 118 操作するとき, ランソプラゾール, 内標準物質の順に  
 119 溶出し, その分離度は10以上である。

120 システムの再現性 : 標準溶液10  $\mu\text{L}$ につき, 上記の条件  
 121 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積  
 122 に対するランソプラゾールのピーク面積の比の相対標  
 123 準偏差は1.0 %以下である。

124 貯法

125 保存条件 遮光して保存する。

126 容器 気密容器。

127 -----

128 **9. 01 標準品(1)の項に次を追加する。**

129 ランソプラゾール標準品

130 **9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。**

131 4'-エトキシアセトフェノン  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_6\text{H}_4\text{COCH}_3$  白色の結  
 132 晶である。

133 融点 (2.60) 37~39  $^{\circ}\text{C}$

134

135

136