

塩酸ブニトロロール 5mg 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 15 分後，溶出液 10mL 以上をとり，孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 4 mL 以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸ブニトロロール標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 10 mg を精密に量り，水に溶かし正確に 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 μ 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，試料溶液及び標準溶液のブニトロロールのピーク面積 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．

塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S ：塩酸ブニトロロール標準品の量 (mg)

C ：1 錠中の塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：290 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に約 10 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 付近の一定温度

移動相：水 600 mL に，ラウリル硫酸ナトリウム 4.0 g を加えて溶かし，薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 100) で pH 4.0 に調整する．これにメタノール 1400 mL を加える．

流量：ブニトロロールの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ブニトロロールのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で，理論段数が 2000 以上のものを用いる．

試験の再現性：上記の条件で標準溶液 50 μ L につき試験を 6 回繰り返すとき，ブニトロロールのピーク面積の相対標準偏差は，2.0 % 以下である．

塩酸ブニトロロール標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ブニトロロール」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの．

塩酸ブニトロロール 10mg 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 15 分後，溶出液 10mL 以上をとり，孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 4 mL 以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸ブニトロロール標準品を 105℃ で 3 時間乾燥し，その約 20 mg を精密に量り，水に溶かし正確に 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 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，試料溶液及び標準溶液のブニトロロールのピーク面積 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．

塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S ：塩酸ブニトロロール標準品の量 (mg)

C ：1 錠中の塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 290 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に約 10 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：30℃ 付近の一定温度

移動相：水 600 mL に，ラウリル硫酸ナトリウム 4.0 g を加えて溶かし，薄めたリン酸 (1 → 100) で pH 4.0 に調整する．これにメタノール 1400 mL を加える．

流量：ブニトロロールの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブニトロロールのピークのシンメトリー係数が 2.0 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 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブニトロロールのピーク面積の相対標準偏差は，2.0 % 以下である．

塩酸ブニトロロール標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ブニトロロール」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの．

塩酸ブニトロロール 20mg 徐放カプセル

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，シンカーを用い，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 3 時間，6 時間及び 24 時間後，溶出液 10mL を正確にとり，直ちに水 10mL を注意して補う．溶出液は孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 4 mL 以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸ブニトロロール標準品を 105℃ で 3 時間乾燥し，その約 40 mg を精密に量り，水に溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL 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 50 μL 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，試料溶液及び標準溶液のブニトロロールのピーク面積 A_3 ， A_6 ， A_{24} 及び A_s を測定する．

本品の 3 時間，6 時間及び 24 時間の溶出率が，それぞれ 15 ~ 45%，35 ~ 65% 及び 75 %以上のときは適合とする．

3 時間における塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_3}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 45$$

6 時間における塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left(\frac{A_3}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_6}{A_s} \times \frac{1}{C} \right) \times 45$$

24 時間における塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left(\frac{A_3}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_6}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{24}}{A_s} \times \frac{1}{C} \right) \times 45$$

W_s ：塩酸ブニトロロール標準品の量 (mg)

C ：1 錠中の塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：290 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に約 10 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：30℃ 付近の一定温度

移動相：水 600 mL に，ラウリル硫酸ナトリウム 4.0 g を加えて溶かし，薄めたリン酸 (1 → 100) で pH 4.0 に調整する．これにメタノール 1400 mL を加える．

流量：ブニトロロールの保持時間が約 6.5 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，ブニトロロールのピークのシンメトリー係数が 2.0 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 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ブニトロロールのピーク面積の相対標準偏差は，2.0 % 以下である．

塩酸ブニトロロール標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ブニトロロール」．ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの．