

塩酸ピルメノール 50mg カプセル

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（ただし，シンカーを用いる）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 μm 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．別に塩酸ピルメノール標準品(別途水分を測定しておく)約 0.016g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL とする．この液 4mL を正確に量り，水を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 260nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは，適合とする．

ピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{360}{C} \times 0.903$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸ピルメノール標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}$) の表示量(mg)

塩酸ピルメノール標準品 $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 392.96 (±)4- (シス-2,6-ジメチルピペリジノ)-1-フェニル-1-(2-ピリジル)ブタノール塩酸塩一水和物で，下記の規格に適合するもの．

性状 本品は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臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3380cm^{-1} , 2950cm^{-1} , 2580cm^{-1} , 1595cm^{-1} , 1395cm^{-1} 及び 705cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.10g をクロロホルム 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，アンモニア飽和クロロホルム試液を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し，乾燥した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分 4.2 ~ 4.8% (0.05g, 電量滴定法)

含量 塩酸ピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 99.5% 以上 (脱水物換算)．

定量法 本品約 0.3g を精密に量り，無水酢酸・非水滴定用酢酸混液(4:1)50mL に溶かし，0.1mol/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．

$$0.1\text{mol/L 過塩素酸 } 1\text{ mL} = 18.75\text{ mg } \text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$$

試薬・試液

クロロホルム ,アンモニア飽和 クロロホルム 100mL にアンモニア水(28)50mL を加えて，10 分間激しく振り混ぜた後，静置する．下層液を用いる．用時調製する．

塩酸ピルメノール 100mg カプセル

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（ただし，シンカーを用いる）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 μm 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 5mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 10mL とし，試料溶液とする．別に塩酸ピルメノール標準品（別途水分を測定しておく）約 0.016g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL とする．この液 4mL を正確に量り，水を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 260nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは，適合とする．

ピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{720}{C} \times 0.903$$

W_s : 脱水物に換算した塩酸ピルメノール標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O}$) の表示量(mg)

塩酸ピルメノール標準品 $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 392.96 (±)4- (シス-2,6-ジメチルピペリジノ)-1-フェニル-1- (2-ピリジル) ブタノール塩酸塩一水和物で，下記の規格に適合するもの．

性状 本品は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臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3380cm^{-1} , 2950cm^{-1} , 2580cm^{-1} , 1595cm^{-1} , 1395cm^{-1} 及び 705cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.10g をクロロホルム 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする．次に，アンモニア飽和クロロホルム試液を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する．これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し，乾燥した後，過酸化水素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない．

水分 4.2 ~ 4.8% (0.05g, 電量滴定法)

含量 塩酸ピルメノール ($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 99.5% 以上 (脱水物換算) .

定量法 本品約 0.3g を精密に量り ,無水酢酸・非水滴定用酢酸混液(4:1)50mL に溶かし , 0.1mol/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 .

$$0.1\text{mol/L 過塩素酸 } 1\text{ mL} = 18.75\text{ mg } \text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$$

試薬・試液

クロロホルム ,アンモニア飽和 クロロホルム 100mL にアンモニア水(28)50mL を加えて , 10 分間激しく振り混ぜた後 , 静置する . 下層液を用いる . 用時調製する .