

塩酸ピロヘプチⁿン 20mg/g 細粒

溶出試験 本品約 0.1g を精密に量り、試験液に水 900mL 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 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 15mL を除き、次のろ液 2mL を正確に量り、メタノール 2mL を正確に加えて試料溶液とする。別に塩酸ピロヘプチⁿン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200mL とする。この液 25mL を正確に量り、水 25mL を正確に加えて標準溶液とする。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、それぞれの液のピロヘプチⁿンのピーク面積 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。

塩酸ピロヘプチⁿン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{9}{C}$$

W_s : 塩酸ピロヘプチⁿン標準品の量 (mg)

C : 1g 中の塩酸ピロヘプチⁿン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$) の表示量 (mg)

W_T : 試料採取量 (g)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242nm）

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5 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：25°C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0g を水 400mL に溶かし、薄めた過塩素酸(17→2000) 5mL 及びメタノール 600mL を加え、脱気して用いる。

流量：ピロヘプチⁿンの保持時間が約 10 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とき、ピロヘプチⁿンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 3000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピロヘプチⁿンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

塩酸ピロヘプチⁿン標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ピロヘプチⁿン」。ただし、乾燥したものを定量するとき塩酸ピロヘプチⁿン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ピロヘプチン 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 $0.45\text{ }\mu\text{ m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液15mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、メタノール2mLを正確に加えて試料溶液とする。別に塩酸ピロヘプチン標準品を105℃で3時間乾燥し、その約0.025gを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mLとする。この液25mLを正確に量り、水25mLを正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu\text{ L}$ 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、それぞれの液のピロヘプチンのピーク面積 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。

塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{9}{C}$$

W_s : 塩酸ピロヘプチン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$)の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：242nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cm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：過塩素酸ナトリウム14.0gを水400mLに溶かし、薄めた過塩素酸(17→2000)5mL及びメタノール600mLを加え、脱気して用いる。

流量：ピロヘプチンの保持時間が約10分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液50 $\mu\text{ L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ピロヘプチンのピークのシンメトリー係数が1.5以下で、理論段数が3000以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液50 $\mu\text{ L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、ピロヘプチンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

塩酸ピロヘプチン標準品：日本薬局方外医薬品規格「塩酸ピロヘプチン」。ただし、乾燥したものを定量するとき塩酸ピロヘプチン($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。