

塩酸プロピペリン 10mg 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 45 分後，溶出液 20mL 以上をとり，遠心分離を行う．上澄み 15mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え，試料溶液とする．別に塩酸プロピペリン標準品を 105 で 1 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とする．更に，この液 15mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，プロピペリンのピ - ク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)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 : 塩酸プロピペリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 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填する．

カラム温度：25

移動相：0.01mol/L リン酸二水素カリウム溶液にリン酸を加えて pH2.0 とした液 560mL にアセトニトリル 440mL を加える．

流量：プロピペリンの保持時間が約 6 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 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プロピペリンのピ - クの理論段数及びシンメトリ - 係数がそれぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロピペリンのピ - ク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である．

塩酸プロピペリン標準品 1-メチル-4-ピペリジルジフェニルプロポキシアセテート塩酸塩 ($C_{28}H_{29}NO_3 \cdot HCl$: 403.94) で，下記の規格に適合するもの．次に示す方法で精製する．

精製法：塩酸プロピペリン 15g をエタノール (99.5) 100mL に加温溶解し，メンブランフィルターでろ過する．ろ液を室温で一夜放置し，析出した結晶を冷エタノール (99.5) で洗った後，105 で 1 時間乾燥する．

規格

純度試験 本品 0.10g にクロロホルムを加えて溶かし正確に 5mL とし 試料溶液とする．

試料溶液 1 mL 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 5 mL 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，日本薬局方一般試験法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 μ L 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．次にクロロホルム/アセトン/アンモニア（28）混液（75:20:1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を乾燥する．これを，ヨウ素蒸気にさらすとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

含量 99.0%以上．

定量法 本品を 105 で 1 時間乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，酢酸（100）20mL を加えて溶かし，無水酢酸 40mL を加え，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が，緑色を経て黄緑色に変わる時とする．同様の方法で空試験を行い補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=40.394mg $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$

塩酸プロピペリン 20mg 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，遠心分離を行う．上澄み 15mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え，試料溶液とする．別に塩酸プロピペリン標準品を 105 で 1 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 25mL とする．更に，この液 15mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，プロピペリンのピ - 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．

塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : 塩酸プロピペリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 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填する．

カラム温度：25

移動相：0.01mol/L リン酸二水素カリウム溶液にリン酸を加えて pH2.0 とした液 560mL にアセトニトリル 440mL を加える．

流量：プロピペリンの保持時間が約 6 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 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，プロピペリンのピ - クの理論段数及びシンメトリ - 係数がそれぞれ 4000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プロピペリンのピ - ク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である．

塩酸プロピペリン標準品 1-メチル-4-ピペリジルジフェニルプロポキシアセテート塩酸塩 ($C_{28}H_{29}NO_3 \cdot HCl$: 403.94) で，下記の規格に適合するもの．次に示す方法で精製する．

精製法：塩酸プロピペリン 15g をエタノール (99.5) 100mL に加温溶解し，メンブランフィルターでろ過する．ろ液を室温で一夜放置し，析出した結晶を冷エタノール (99.5) で洗った後，105 で 1 時間乾燥する．

規格

純度試験 本品 0.10g にクロロホルムを加えて溶かし正確に 5mL とし 試料溶液とする．
試料溶液 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 5
mL 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，日本薬局方一般試験法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 μ L 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．次にクロロホルム/アセトン/アンモニア（28）
混液（75:20:1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を乾燥する．これを，
ヨウ素蒸気にさらすとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液
から得たスポットより濃くない．

含量 99.0%以上．

定量法 本品を 105 で 1 時間乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，酢酸（100）20mL を
加えて溶かし，無水酢酸 40mL を加え，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化
メチルロザニリン試液 2 滴）．ただし，滴定の終点は液の紫色が，緑色を経て黄緑色
に変わる時とする．同様の方法で空試験を行い補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=40.394mg $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$