

塩酸キナプリル5.4mg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75回転で試験を行う。溶出試験開始15分後に溶出液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10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に塩酸キナプリル標準品(別途本品0.5gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約0.024gを精密に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液のキナプリルのピーク面積 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。

塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 22.5$$

W_S : 脱水物に換算した塩酸キナプリル標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214nm)

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てんする。

カラム温度: 25 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし、1000mLとする。この液を25 以上に保ちながら過塩素酸でpHを2.0に調整する。この液1000mLに液体クロマトグラフ用アセトニトリル1500mLを加える。

流量: キナプリルの保持時間が約7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10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0%以下である。

システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸キナプリル標準品 $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$: 474.98 (+)-(S)-2-[(S)-N-[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アラニル]-1,2,3,4-テトラヒドロイソキノリン]-3-カルボン酸一塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸キナプリル 80 g にアセトニトリル 1600mL を加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液を冷暗所で 24 時間放置した後、析出した結晶をガラスろ過器 (G3) を用いて吸引ろ取し、約 5 ℃ に冷却したアセトニトリル 50mL ずつで 3 回洗う。この結晶を 50 ℃ で 1 時間減圧乾燥した後、めノウ乳鉢を用いて粉碎する。これを 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥した後、再びめノウ乳鉢を用いて粉碎し、更に 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の無晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260nm, 262 ~ 266nm 及び 269 ~ 273nm に吸収の極大を示す。
- (2) 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 1737 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} , 1452 cm^{-1} , 1208 cm^{-1} 及び 749 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +14.4 ~ +16.0 ° (0.5 g, メタノール, 25mL, 100mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 本品 0.050 g を pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液 (1 : 1) 50mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 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う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりキナプリル以外の物質の量を求めるとき、キナプリルとの保持時間比約 0.5 及び約 2.0 の物質はそれぞれ 0.3% 以下、保持時間比約 1.7, 約 3.0 及びその他の物質はそれぞれ 0.1% 以下であり、また、それらの総量は 1.0% 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：214nm)

カラム：内径 6 mm, 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てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし, 1000mL とする。

この液を 25 ℃ 以上に保ちながら過塩素酸で pH を 2.0 に調整する。

この液 1000mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 1000mL を加える。

流量：キナプリルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：キナプリルの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 200mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする．この液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積の 5 ~ 15% になることを確認する．

システムの性能：本品及びベンゾフェノン 5 mg ずつを pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）200mL に溶かす．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，キナプリル，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 14 以上のものを用いる．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

- (2) アセトニトリル及びアセトン 本品 0.50 g をとり，ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にアセトニトリル及びアセトンそれぞれ 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 200mL とする．この液 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積は，標準溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積の 2/5 より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 25% の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アセトニトリルの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とする．この液 5 μ L から得たアセトニトリルのピーク面積が標準溶液のアセトニトリルのピーク面積の 10 ~ 30% になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，アセトニトリルの順に流出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトニトリルのピーク面積の相対標準偏差は

2.0%以下である。

水分 1.0%以下(0.5g)

含量 99.5%以上(脱水物換算) 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。ただし、本操作は本品を溶かした後、速やかに行う。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 47.50mg $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$

塩酸キナプリル10.8mg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75回転で試験を行う。溶出試験開始15分後に溶出液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10mLを除き、次のろ液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別に塩酸キナプリル標準品(別途本品0.5gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約0.024gを精密に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液のキナプリルのピーク面積 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。

塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)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 : 脱水物に換算した塩酸キナプリル標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214nm)

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てんする。

カラム温度: 25 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし、1000mLとする。この液を25 以上に保ちながら過塩素酸でpHを2.0に調整する。この液1000mLに液体クロマトグラフ用アセトニトリル1500mLを加える。

流量: キナプリルの保持時間が約7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10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0%以下である。

システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸キナプリル標準品 $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$: 474.98 (+)-(S)-2-[(S)-N-[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アラニル]-1,2,3,4-テトラヒドロイソキノリン]-3-カルボン酸一塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸キナプリル 80 g にアセトニトリル 1600mL を加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液を冷暗所で 24 時間放置した後、析出した結晶をガラスろ過器 (G3) を用いて吸引ろ取し、約 5 ℃ に冷却したアセトニトリル 50mL ずつで 3 回洗う。この結晶を 50 ℃ で 1 時間減圧乾燥した後、めノウ乳鉢を用いて粉碎する。これを 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥した後、再びめノウ乳鉢を用いて粉碎し、更に 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の無晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260nm, 262 ~ 266nm 及び 269 ~ 273nm に吸収の極大を示す。
- (2) 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 1737 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} , 1452 cm^{-1} , 1208 cm^{-1} 及び 749 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +14.4 ~ +16.0 ° (0.5 g, メタノール, 25mL, 100mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 本品 0.050 g を pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液 (1 : 1) 50mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 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う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりキナプリル以外の物質の量を求めるとき、キナプリルとの保持時間比約 0.5 及び約 2.0 の物質はそれぞれ 0.3% 以下、保持時間比約 1.7, 約 3.0 及びその他の物質はそれぞれ 0.1% 以下であり、また、それらの総量は 1.0% 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：214nm)

カラム：内径 6 mm, 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てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし, 1000mL とする。

この液を 25 ℃ 以上に保ちながら過塩素酸で pH を 2.0 に調整する。

この液 1000mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 1000mL を加える。

流量：キナプリルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：キナプリルの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 200mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする．この液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積の 5 ~ 15% になることを確認する．

システムの性能：本品及びベンゾフェノン 5 mg ずつを pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）200mL に溶かす．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，キナプリル，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 14 以上のものを用いる．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

- (2) アセトニトリル及びアセトン 本品 0.50 g をとり，ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にアセトニトリル及びアセトンそれぞれ 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 200mL とする．この液 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積は，標準溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積の 2/5 より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 25% の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アセトニトリルの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とする．この液 5 μ L から得たアセトニトリルのピーク面積が標準溶液のアセトニトリルのピーク面積の 10 ~ 30% になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，アセトニトリルの順に流出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトニトリルのピーク面積の相対標準偏差は

2.0%以下である。

水分 1.0%以下(0.5g)

含量 99.5%以上(脱水物換算) 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。ただし、本操作は本品を溶かした後、速やかに行う。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 47.50mg $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$

塩酸キナプリル21.7mg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75回転で試験を行う。溶出試験開始15分後に溶出液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10mLを除き、次のろ液1mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別に塩酸キナプリル標準品(別途本品0.5gにつき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく)約0.024gを精密に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH7.0のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液のキナプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)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 : 脱水物に換算した塩酸キナプリル標準品の量(mg)

C : 1錠中の塩酸キナプリル($C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 214nm)

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てんする。

カラム温度: 25 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし、1000mLとする。この液を25 以上に保ちながら過塩素酸でpHを2.0に調整する。この液1000mLに液体クロマトグラフ用アセトニトリル1500mLを加える。

流量: キナプリルの保持時間が約7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10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、キナプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0%以下である。

システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸キナプリル標準品 $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$: 474.98 (+)-(S)-2-[(S)-N-[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アラニル]-1,2,3,4-テトラヒドロイソキノリン]-3-カルボン酸一塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸キナプリル 80 g にアセトニトリル 1600mL を加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液を冷暗所で 24 時間放置した後、析出した結晶をガラスろ過器 (G3) を用いて吸引ろ取し、約 5 ℃ に冷却したアセトニトリル 50mL ずつで 3 回洗う。この結晶を 50 ℃ で 1 時間減圧乾燥した後、めノウ乳鉢を用いて粉碎する。これを 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥した後、再びめノウ乳鉢を用いて粉碎し、更に 50 ℃ で 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の無晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260nm, 262 ~ 266nm 及び 269 ~ 273nm に吸収の極大を示す。
- (2) 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 1737 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} , 1452 cm^{-1} , 1208 cm^{-1} 及び 749 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +14.4 ~ +16.0 ° (0.5 g, メタノール, 25mL, 100mm)

純度試験

- (1) 類縁物質 本品 0.050 g を pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液 (1 : 1) 50mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 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う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりキナプリル以外の物質の量を求めるとき、キナプリルとの保持時間比約 0.5 及び約 2.0 の物質はそれぞれ 0.3% 以下、保持時間比約 1.7, 約 3.0 及びその他の物質はそれぞれ 0.1% 以下であり、また、それらの総量は 1.0% 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：214nm)

カラム：内径 6 mm, 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てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし、1000mL とする。

この液を 25 ℃ 以上に保ちながら過塩素酸で pH を 2.0 に調整する。

この液 1000mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 1000mL を加える。

流量：キナプリルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：キナプリルの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 200mL とし，システム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液 5 mL を正確に量り，pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50mL とする．この液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液 10 μ L から得たキナプリルのピーク面積の 5 ~ 15% になることを確認する．

システムの性能：本品及びベンゾフェノン 5 mg ずつを pH7.0 のリン酸塩緩衝液 / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液（1：1）200mL に溶かす．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，キナプリル，ベンゾフェノンの順に溶出し，その分離度が 14 以上のものを用いる．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，キナプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

- (2) アセトニトリル及びアセトン 本品 0.50 g をとり，ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする．別にアセトニトリル及びアセトンそれぞれ 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 200mL とする．この液 2.5mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積は，標準溶液のアセトニトリル及びアセトンのピーク面積の 2/5 より大きくない．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm，長さ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 25% の割合で被覆したものを充てんする．

カラム温度：90 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：アセトニトリルの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，ジメチルホルムアミドを加えて 25mL とする．この液 5 μ L から得たアセトニトリルのピーク面積が標準溶液のアセトニトリルのピーク面積の 10 ~ 30% になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，アセトニトリルの順に流出し，その分離度が 8 以上のものを用いる．

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アセトニトリルのピーク面積の相対標準偏差は

2.0%以下である。

水分 1.0%以下(0.5g)

含量 99.5%以上(脱水物換算) 定量法 本品約0.5gを精密に量り、酢酸(100)70mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。ただし、本操作は本品を溶かした後、速やかに行う。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 47.50mg $C_{25}H_{30}N_2O_5 \cdot HCl$