

## 塩酸テラゾシン 0.25mg 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10mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品(別途乾燥減量を測定しておく)を表示量の50倍量を精密に量り、0.02mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μL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、テラゾシンのピーク面積AT及びASを求める。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

本品1錠中のテラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

Ws：乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C：1錠中のテラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクチ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：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液(20:4)

流量：テラゾシンの保持時間が約5.5分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が2.5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100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸テラゾシン標準品  $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$  : 459.93 (±)-4-アミノ-2-[4-(テトラヒドロ-2-フロイル)-1-ピペラジニル]-6,7-ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン10gをエタノール(95)100mLに懸濁し、アンモニア水(28)3mLを徐々に加え、1時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶

をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に1回繰り返す。得られた結晶に10倍量のエタノール(95)を加え、結晶1gに対し塩酸0.3mLを徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取し、少量のアセトンで洗った後、40℃、1時間、減圧で乾燥する。

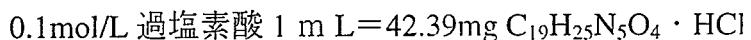
性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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 $1632\text{ cm}^{-1}$ ,  $1597\text{ cm}^{-1}$ ,  $1248\text{ cm}^{-1}$ 及び $1115\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.10gをとり、メタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液0.5mL, 0.25mL及び0.1mLを正確に量り、それぞれにメタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、試料溶液に対し、0.5%, 0.25%及び0.1%の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 $10\mu\text{L}$ 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。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液(10:2:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも0.5%以下であり、その総和は1.0%以下である。

含量 換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン( $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ )99.0%以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し、その約0.50gを精密に量り、無水酢酸・酢酸(100)混液(7:3)100mLを加えて溶かし、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。



## 塩酸テラゾシン 0.5mg 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10mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の50倍量を精密に量り、0.02mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μL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、テラゾシンのピーク面積AT及びASを求める。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

テラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

Ws：乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C：1錠中のテラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクチ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：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液(20:4)

流量：テラゾシンの保持時間が約5.5分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が2.5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100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸テラゾシン標準品  $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$  : 459.93 (±)-4-アミノ-2-[4-(テトラヒドロ-2-フロイル)-1-ピペラジニル]-6, 7-ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン10gをエタノール(95)100mLに懸濁し、アンモニア水(28)3mLを徐々に加え、1時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱

して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に1回繰り返す。得られた結晶に10倍量のエタノール(95)を加え、結晶1gに対し塩酸0.3mLを徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取し、少量のアセトンで洗った後、40℃、1時間、減圧で乾燥する。

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 $1632\text{ cm}^{-1}$ ,  $1597\text{ cm}^{-1}$ ,  $1248\text{ cm}^{-1}$ 及び $1115\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.10gをとり、メタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液0.5mL, 0.25mL及び0.1mLを正確に量り、それぞれにメタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、試料溶液に対し、0.5%, 0.25%及び0.1%の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 $10\mu\text{L}$ 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。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液(10:2:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも0.5%以下であり、その総和は1.0%以下である。

含量 換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン( $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ )99.0%以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し、その約0.50gを精密に量り、無水酢酸・酢酸(100)混液(7:3)100mLを加えて溶かし、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。

$$0.1\text{mol/L}\text{過塩素酸 } 1\text{mL} = 42.39\text{mg } \text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$$

## 塩酸テラゾシン 1mg 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10mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品（別途乾燥減量を測定しておく）を表示量の50倍量を精密に量り、0.02mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μL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、テラゾシンのピーク面積AT及びASを求める。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

テラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

Ws : 乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のテラゾシン ( $C_{19}H_{25}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

## 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30°C付近の一定温度

移動相：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液(20:4)

流量：テラゾシンの保持時間が約5.5分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が2.5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100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸テラゾシン標準品  $C_{19}H_{25}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$  : 459.93 (±)-4-アミノ-2-[4-(テトラヒドロ-2-フロイル)-1-ピペラジニル]-6,7-ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン10gをエタノール(95)100mLに懸濁し、アンモニア水(28)3mLを徐々に加え、1時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取

し，少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え，同様の操作を更に1回繰り返す。得られた結晶に10倍量のエタノール(95)を加え，結晶1gに対し塩酸0.3mLを徐々に加え，かき混ぜた後，析出した結晶をろ取り，少量のアセトンで洗った後，40℃，1時間，減圧で乾燥する。

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 $1632\text{ cm}^{-1}$ ， $1597\text{ cm}^{-1}$ ， $1248\text{ cm}^{-1}$ 及び $1115\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.10gをとり，メタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし，正確に10mLとし，試料溶液とする。この液0.5mL，0.25mL及び0.1mLを正確に量り，それぞれにメタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に100mLとし，試料溶液に対し，0.5%，0.25%及び0.1%の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，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 $10\mu\text{L}$ 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。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液(10:2:1)を展開溶媒として約12cm展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射し，試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき，いずれのスポットも0.5%以下であり，その総和は1.0%以下である。

含量 換算した乾燥物に対し，塩酸テラゾシン( $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ )99.0%以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し，その約0.50gを精密に量り，無水酢酸・酢酸(100)混液(7:3)100mLを加えて溶かし，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。

$$0.1\text{mol/L}\text{過塩素酸 } 1\text{mL} = 42.39\text{mg } \text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$$

## 塩酸テラゾシン 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10mL以上をとり、孔径0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液3mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別に塩酸テラゾシン標準品(別途乾燥減量を測定しておく)を表示量の50倍量を精密に量り、0.02mol/L塩酸試液に溶かし、正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、0.02mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100μL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、テラゾシンのピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を求める。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

本品1錠中のテラゾシン(C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{387.44}{423.90} \times \frac{9}{4}$$

W<sub>s</sub>：乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量(mg)

C：1錠中のテラゾシン(C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub>)の表示量(mg)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に約5μmの液体クロマトグラフ用オクチ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：0.05mol/Lリン酸二水素カリウム試液・アセトニトリル混液(20:4)

流量：テラゾシンの保持時間が約5.5分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液100μLにつき、上記の条件で操作するとき、テラゾシンのピークのシンメトリー係数が2.5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100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸テラゾシン標準品 C<sub>19</sub>H<sub>25</sub>N<sub>5</sub>O<sub>4</sub> · HCl · 2H<sub>2</sub>O : 459.93 (±)-4-アミノ-2-[4-(テトラヒドロ-2-フロイル)-1-ピペラジニル]-6, 7-ジメトキシキナゾリン塩酸塩二水和物で、下記に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 塩酸テラゾシン10gをエタノール(95)100mLに懸濁し、アンモニア水(28)3mLを徐々に加え、1時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半分量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶

をろ取し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に10倍量のN,N-ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に1回繰り返す。得られた結晶に10倍量のエタノール(95)を加え、結晶1gに対し塩酸0.3mLを徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取し、少量のアセトンで洗った後、40°C、1時間、減圧で乾燥する。

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 $1632\text{ cm}^{-1}$ ,  $1597\text{ cm}^{-1}$ ,  $1248\text{ cm}^{-1}$ 及び $1115\text{ cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.10gをとり、メタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液0.5mL, 0.25mL及び0.1mLを正確に量り、それぞれにメタノール・クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に100mLとし、試料溶液に対し、0.5%, 0.25%及び0.1%の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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 $10\mu\text{L}$ 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。次にアセトン・ヘキサン・アンモニア試液混液(10:2:1)を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも0.5%以下であり、その総和は1.0%以下である。

含量 換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン( $\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4$ )99.0%以上。

定量法 本品を乾燥物に換算し、その約0.50gを精密に量り、無水酢酸・酢酸(100)混液(7:3)100mLを加えて溶かし、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。

$$0.1\text{mol/L}\text{過塩素酸 } 1\text{mL} = 42.39\text{mg } \text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$$