

ウラピジル 15 m g 徐放カプセル

溶出試験：本品 1 個をとり、試験液に水 900 m L 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 120 分、240 分及び 600 分後、溶出液 10 m L を正確にとり、直ちに水 10 m L を注意して補う。溶出液は孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 2 m L を除き、次のろ液 4 m L を正確に量り、水を加えて正確に 5 m L とし、試料溶液とする。別にウラピジル標準品を 105 ° で 3 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 m L とする。この液 2 m L を正確に量り、水を加えて正確に 25 m L とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 268 nm における吸光度 A_{120} 、 A_{240} 、 A_{600} 及び A_s を測定する。

本品の 120 分、240 分及び 600 分間の溶出率が、それぞれ 15 ~ 45 %、35 ~ 65 % 及び 75 % 以上のときは適合とする。

120 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{120}}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 45$$

240 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{120}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{240}}{A_s} \right] \times \frac{1}{C} \times 45$$

600 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{120}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{240}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{600}}{A_s} \right] \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : ウラピジル標準品の量 (m g)

C : 1 カプセル中のウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量 (m g)

ウラピジル標準品 $C_{20}H_{29}N_5O_3$ 6-[[3-[4-(*o*-メトキシフェニル)-1-ピペラジニル]プロピル]アミノ]-1,3-ジメチルウラシルで、下記の規格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 本品をとり、エタノール(95)を用いて再結晶を 3 回繰り返す、105 ° で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶又は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 3210cm^{-1} 、 2943cm^{-1} 、 1687cm^{-1} 、 1655cm^{-1} 、 1500cm^{-1} 及び 1240cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 157 ~ 161

純度試験 類縁物質 本品 0.040 g をエタノール(95) 5 m L に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L 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。次に酢酸エチル・エタノール(95)・強アンモニア水混液(22 : 13 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °, 3 時間)。

含量 99.0 % 以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、酢酸(100) 80 m L に溶かし、0.1 mol/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 m ol/L 過塩素酸 1 m L = 12.916 m g $C_{20}H_{29}N_5O_3$

ウラピジル 30 mg 徐放カプセル

溶出試験：本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL 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 90 分，180 分及び 600 分後，溶出液 10 mL を正確にとり，直ちに水 10 mL を注意して補う．溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液 2 mL を除き，次のろ液 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 10 mL とし，試料溶液とする．別にウラピジル標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し，その約 0.03g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 268nm における吸光度 A_{90} ， A_{180} ， A_{600} 及び A_s を測定する．

本品の 90 分，180 分及び 600 分間の溶出率が，それぞれ 15 ~ 45 %，35 ~ 65 % 及び 80 % 以上のときは適合とする．

90 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 90$$

180 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{180}}{A_s} \right] \times \frac{1}{C} \times 90$$

600 分間におけるウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{90}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{180}}{A_s} \times \frac{1}{90} + \frac{A_{600}}{A_s} \right] \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : ウラピジル標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のウラピジル ($C_{20}H_{29}N_5O_3$) の表示量 (mg)

ウラピジル標準品 $C_{20}H_{29}N_5O_3$ 6-[[3-[4-(*o*-メトキシフェニル)-1-ピペラジニル]プロピル]アミノ]-1,3-ジメチルウラシルで，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 本品をとり，エタノール(95)を用いて再結晶を 3 回繰り返す，105 °C で 3 時間乾燥する．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は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 3210cm^{-1} ， 2943cm^{-1} ， 1687cm^{-1} ， 1655cm^{-1} ， 1500cm^{-1} 及び 1240cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点 157 ~ 161

純度試験 類縁物質 本品 0.040g をエタノール(95) 5 mL に溶かし，試料溶液とする．この液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液 5 μL 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．次に酢酸エチル・エタノール(95)・強アンモニア水混液(22 : 13 : 1) を展開溶媒として約 15cm 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認めない．

乾燥減量 0.5 % 以下(1g，105 °C，3 時間)．

含量 99.0 % 以上．

定量法 本品を乾燥し，その約 0.07g を精密に量り，酢酸(100) 80 mL に溶かし，0.1 mol/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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.916 mg $C_{20}H_{29}N_5O_3$