

シラザプリル 0.25mg 錠

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 10 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 4 mL を除き、次のろ液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え試料溶液とする。別にシラザプリル標準品約 0.025 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とした後、この液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 100 μL 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、シラザ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。

シラザプリルの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{(100-S)}{100} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : シラザプリル標準品の量 (mg)

S : シラザプリル標準品の水分 (%)

C : 1 錠中のシラザプリル ($\text{C}_{22}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_5$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 210 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：テトラヒドロフラン 180 mL、アセトニトリル 120 mL 及びトリエチルアミン 3 mL に水を加えて 1000 mL とした後、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。

流量：シラザプリルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、シラザプリルのピークのシンメトリー係数が 1.2 以下で、理論段数が 7000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シラザプリルのピーク面積値の相対標準偏差は 1.0%以下である。

シラザプリル標準品 $\text{C}_{22}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$

(-)-(1S,9S)-9-[[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アミノ]オクタヒドロ-10-オキソ-6H-ピリダジノ[1,2-a][1,2]ジアゼピン-1-カルボン酸一水和物で、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：エタノール(99.5) / 水から再結晶し、減圧、シリカゲル 20 時間乾燥する。

性状：本品は白色～帯微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、わずかに特異なにおいがある。

旋光度：比旋光度 (20 , D 線) -53 ~ -58 ° (水分補正後 , 0.2g , メタノール , 20mL , 100 mm)

水分：3.5 ~ 5.0 % (0.3g)

純度試験：類縁物質 (本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う)

本品 0.10 g をとり、ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。

この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 4 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び (2) 20 μL 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。次に酢酸エチル / メタノール / ヘキサン / 酢酸 (100) / 水混液 (62 : 15 : 10 : 10 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和させた槽中に 2 時間放置した後、紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値 0.40 付近の主スポット以外のスポットは認めないが、認めても 1 個以下でかつ標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

含量：99.0%以上 (水分補正後) 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.02 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。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.350 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_5$

シラザプリル 0.5mg 錠

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 10 mL 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 4 mL を除き、次のろ液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え試料溶液とする。別にシラザプリル標準品約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とした後、この液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 100 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、シラザ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。

シラザプリルの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{(100-S)}{100} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : シラザプリル標準品の量 (mg)

S : シラザプリル標準品の水分 (%)

C : 1 錠中のシラザプリル ($C_{22}H_{31}N_3O_5$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 210 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm 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：テトラヒドロフラン 180 mL、アセトニトリル 120 mL 及びトリエチルアミン 3 mL に水を加えて 1000 mL とした後、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。

流量：シラザプリルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シラザプリルのピークのシンメトリー係数が 1.2 以下で、理論段数が 7000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シラザプリルのピーク面積値の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

シラザプリル標準品 $C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$

(-)-(1S,9S)-9-[[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アミノ]オクタヒドロ-10-オキソ-6H-ピリダジノ[1,2-a][1,2]ジアゼピン-1-カルボン酸一水和物で、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：エタノール(99.5) / 水から再結晶し、減圧、シリカゲル 20 時間乾燥する。

性状：本品は白色～帯微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、わずかに特異なにおいがある。

旋光度：比旋光度 (20 , D 線) -53 ~ -58 ° (水分補正後 , 0.2g , メタノール , 20mL , 100 mm)

水分：3.5 ~ 5.0 % (0.3g)

純度試験：類縁物質 (本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う)

本品 0.10 g をとり、ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。

この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 4 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び (2) 20 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。次に酢酸エチル / メタノール / ヘキサン / 酢酸 (100) / 水混液 (62 : 15 : 10 : 10 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和させた槽中に 2 時間放置した後、紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値 0.40 付近の主スポット以外のスポットは認めないか、認めても 1 個以下でかつ標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

含量：99.0% 以上 (水分補正後) 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.02 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。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.350 mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$

シラザプリル 1mg 錠

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 10 mL 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 4 mL を除き、次のろ液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え試料溶液とする。別にシラザプリル標準品約 0.10 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とした後、この液 3.5 mL を正確にとり、アセトニトリル 1.5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 100 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、シラザ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。

シラザプリルの表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{(100-S)}{100} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : シラザプリル標準品の量 (mg)

S : シラザプリル標準品の水分 (%)

C : 1 錠中のシラザプリル ($C_{22}H_{31}N_3O_5$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 210 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm 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：テトラヒドロフラン 180 mL、アセトニトリル 120 mL 及びトリエチルアミン 3 mL に水を加えて 1000 mL とした後、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。

流量：シラザプリルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シラザプリルのピークのシンメトリー係数が 1.2 以下で、理論段数が 7000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 100 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シラザプリルのピーク面積値の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

シラザプリル標準品 $C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$

(-)-(1S,9S)-9-[[(S)-1-エトキシカルボニル-3-フェニルプロピル]アミノ]オクタヒドロ-10-オキソ-6H-ピリダジノ[1,2-a][1,2]ジアゼピン-1-カルボン酸一水和物で、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：エタノール(99.5) / 水から再結晶し、減圧、シリカゲル 20 時間乾燥する。

性状：本品は白色～帯微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、わずかに特異なにおいがある。

旋光度：比旋光度 (20 , D 線) -53 ~ -58 ° (水分補正後 , 0.2g , メタノール , 20mL , 100 mm)

水分：3.5 ~ 5.0 % (0.3g)

純度試験：類縁物質 (本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う)

本品 0.10 g をとり、ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 4 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び (2) 20 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。次に酢酸エチル / メタノール / ヘキサン / 酢酸 (100) / 水混液 (62 : 15 : 10 : 10 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和させた槽中に 2 時間放置した後、紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値 0.40 付近の主スポット以外のスポットは認めないか、認めても 1 個以下でかつ標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

含量：99.0% 以上 (水分補正後) 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.02 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。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.350 mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$