

トロキシピド20%細粒

溶出試験 本品約0.5gを精密に量り、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60分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8μm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4mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し、その約0.02gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長258nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の60分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : トロキシピド標準品の量 (mg)

W_T : トロキシピド細粒の秤取量 (g)

C : 1g中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量 (mg)

トロキシピド標準品 $C_{15}H_{22}N_2O_4$

(±)-3,4,5-トリメトキシ-N-3-ピペリジルベンズアミドで、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 トロキシピド10gに対して70mLの割合でエタノール(95)を加え、加温して溶かし、温時ろ過する。冷後、析出した結晶をろ取し、エタノール(95)30mLずつで3回洗い、更にエタノール(95)から再結晶し、得られた結晶をアセトン50mLずつで2回洗う。得られた結晶を105℃で2時間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)で放冷する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 赤外吸収スペクトル 本品を乾燥し、日本薬局方一般試験法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 3323cm^{-1} 、 1629cm^{-1} 、 1532cm^{-1} 、 1345cm^{-1} 、 1133cm^{-1} 及び 844cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}(258\text{nm})$: 310~340 (乾燥後、4mg、0.1mol/L塩酸試液、250mL)。

融点 178~181

純度試験 類縁物質 本品0.20gをとり、クロロホルムに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液につき、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10μL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/メタノール/アンモニア水(28)混液(20:5:1)を展開溶媒として約10cm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、主スポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下(1g、105℃、2時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸(100)40mLに溶かし、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。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 29.435mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$

トロキシピド100mg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30分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.8 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4mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にトロキシピド標準品を105℃で2時間乾燥し、その約0.02gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液4mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長258nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

トロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_S : トロキシピド標準品の量(mg)

C : 1錠中のトロキシピド($C_{15}H_{22}N_2O_4$)の表示量(mg)

トロキシピド標準品 $C_{15}H_{22}N_2O_4$

(±)-3,4,5-トリメトキシ-N-3-ピペリジルベンズアミドで、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 トロキシピド10gに対して70mLの割合でエタノール(95)を加え、加温して溶かし、温時ろ過する。冷後、析出した結晶をろ取し、エタノール(95)30mLずつで3回洗い、更にエタノール(95)から再結晶し、得られた結晶をアセトン50mLずつで2回洗う。得られた結晶を105℃で2時間乾燥し、デシケーター(シリカゲル)で放冷する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 赤外吸収スペクトル 本品を乾燥し、日本薬局方一般試験法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 3323cm^{-1} 、 1629cm^{-1} 、 1532cm^{-1} 、 1345cm^{-1} 、 1133cm^{-1} 及び 844cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}(258\text{nm})$: 310~340 (乾燥後, 4mg, 0.1mol/L塩酸試液, 250mL)。

融点 178~181

純度試験 類縁物質 本品0.20gをとり、クロロホルムに溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液につき、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10 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。次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液(20:5:1)を展開溶媒として約10cm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、主スポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 105℃, 2時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸(100)40mLに溶かし、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。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 29.435mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$