プラジカンテル 600mg 錠

溶出性〈*6.10*〉　本品1個をとり，試験液にポリソルベート80　20 gに水を加えて1000 mLとした液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行う．溶出試験開始45分後，溶出液20 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10 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にプラジカンテル標準品（別途本品1 gにつき，50℃で2時間減圧乾燥し，その減量を測定しておく）約34 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20 mLとする．この液10 mLを正確に量り，ポリソルベート80 20 gに水を加えて1000 mLとした液を加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．

試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液のプラジカンテルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品の試験開始45分後の溶出率が70 %以上のときは適合とする．

プラジカンテル（$C_{19}H_{24}N_2O_2$）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times 3$$

W_S：乾燥物に換算したプラジカンテル標準品の秤取量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計　（測定波長：263 nm）

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー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：35 ℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水混液　（3：2）

流量：プラジカンテルの保持時間が約4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 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラジカンテ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 50 μL につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，プラジカンテルのピーク面積の相対標準偏差は1.5 %以下である．

プラジカンテル標準品　（$C_{19}H_{24}N_2O_2$）：312.41　（±）-2-（シクロヘキシルカルボニル）-1, 2, 3, 6, 7, 11b-ヘキサヒドロ-4*H*-ピラジノ[2, 1-a]イソキノリン-4-オンで，下記の規格に適合するもの．必要な場合は次に示す方法により精製する．

精製法　メタノールから再結晶し減圧乾燥する．

性状　本品は白色～ほとんど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〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルと本品の参照スペクトル（図1）を比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

(1) 溶状　本品 2.0 g にエタノール（95）20mL を加えて溶かすとき，液は澄明である．

(2) 塩化物〈*1.03*〉　本品 0.5 g に水 30 mL を加え，沸騰させ，冷後ろ過する．ろ紙を洗い，ろ液及び洗液を合わせ，水を加えて正確に 50 mL とし，検液とする．別に塩素標準液（5 ppm Cl）6 mL を正確に量り，水 9 mL を正確に加えて比較液とする．検液及び比較液それぞれ 15 mL に希硝酸 1 mL ずつを加えて混和し，あらかじめ硝酸銀試液 1 mL を入れておいた試験管に移す．遮光して 5 分間放置した後，黒色の背景を用い，両者の混濁を比較するとき，検液の呈する混濁は，比較液の呈する混濁より濃くない（0.02 %以下）．

(3) リン酸塩　塩化物の項で得た検液及び比較液としてリン酸標準液（5 ppm PO_4）のそれぞれ 10 mLを正確に量り，硫酸銅溶液 5 mL，七モリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液（3→100）2 mL，1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL及び過塩素酸溶液（3→100）1 mLを加え混和する．15 分間放置した後，両者の色を比較するとき，検液の色は，比較液の色より濃くない（0.05 %以下）．

(4) 重金属〈*1.07*〉　本品 2.0 g を石英製又は磁製のるつぼに量り，硫酸マグネシウムの希硫酸溶液（1→4）4 mL を加えて混和し，水浴上で蒸発乾固した後，徐々に加熱して炭化する．冷後，少量の薄めた硫酸（11→200）で潤し，800 ℃以下で強熱して灰化する．ただし，強熱時間は 2 時間を越えない．冷後，残留物を希塩酸 5 mL で溶かし，さらに希塩酸 5 mL で洗い，それぞれの液を合わせる．次にフェノールフタレイン試液 0.1 mL を加え，アンモニア水（28）を液が微赤色となるまで滴加する．この液が消えるまで酢酸（100）を滴加し，さらに酢酸（100）0.5 mL を加え，必要ならばろ過する．これに水を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別に鉛標準液（10 ppm Pb）2 mL を石英製又は磁製のるつぼにとり，以下試料溶液の調製法と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液 12 mL をネスラー管にとり，pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL を加え検液とする．別に試料溶液 2 mL をネスラー管にとり，標準溶液 10 mL 及び pH 3.5 の酢酸塩緩衝液 2 mL を加え対照液とする．検液，比較液及び対照液に，チオアセトアミド試液 1.2 mL ずつを加えて混和し，2 分間放置した後，それぞれの液の色を比較する．比較的の呈する色は対照液の呈する色よりわずかに褐色を帯び，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない．（10 ppm 以下）．

(5) 類縁物質　本品 0.04 g を水／アセトニトリル混液（11：9）10 mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液（11：9）に溶かし正確に 20 mL とする．更にこの液 5 mL を正確に量り，水／アセトニトリル混液（11：9）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプラジカンテル以外のピーク面積の合計は，標準溶液のプラジカンテルのピーク面積より大きくない（0.5 %以下）．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー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°C 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液　（11：9）

流量：プラジカンテルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：プラジカンテルのピーク保持時間の約 2.5 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，移動相を加えて正確に 20 mL とする．この液 20 μL から得たプラジカンテルのピーク面積が，標準溶液 20 μL から得たプラジカンテルのピーク面積の 5～15 %になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，プラジカンテ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 10,000 段以上，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，プラジカンテルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 %以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5 %以下（1 g，減圧，50°C，2 時間）

強熱残分〈*2.44*〉　0.1 %以下（1 g）

含量　99.0 %以上．　定量法　100 %より，塩化物の量，リン酸塩の量，類縁物質の量，乾燥減量及び強熱残分の量（%）を差し引いて定量値とする．

塩素標準液　（5 ppm Cl）　塩化ナトリウム 0.824 g を正確に量り，水を加えて 1000 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

リン酸標準液（5 ppm PO_4）　リン酸二水素カリウム 0.716 gを正確に量り，水を加えて正確に 1000 mLとする．

硫酸銅溶液　硫酸銅（Ⅱ）5 水和物 0.25 g 及び酢酸アンモニウム 4.5 g を酢酸(100)（12→100）に溶かし 100 mL とする．

鉛標準液（10 ppm Pb）　硝酸鉛（Ⅱ）0.400 g を正確に量り，水を加えて正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする．用時製する．

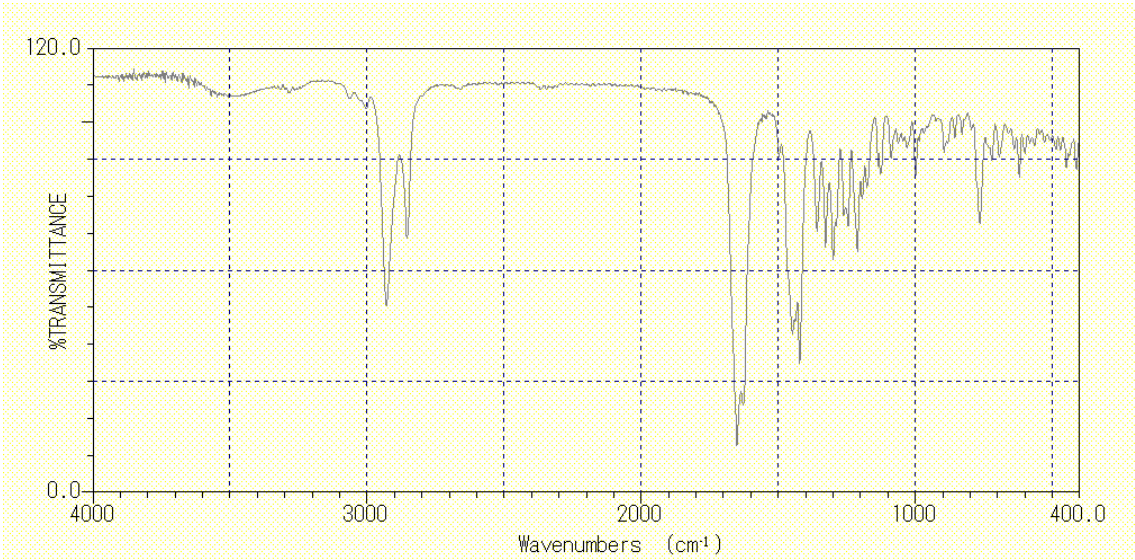

図 1 プラジカンテルの参照スペクトル