

塩酸プロピペリン錠

Propiverine Hydrochloride Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、遠心分離する。上澄液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)約 11 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 15mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸プロピペリン標準品を 105 で 1 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 15mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 2mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のプロピペリンのピ - ク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 塩酸プロピペリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の塩酸プロピペリン($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm 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：0.01mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えて pH2.0 に調整した液 560mL にアセトニトリル 440mL を加える。

流量：プロピペリンの保持時間が約 6 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロピペリンのピ - クの理論段数及びシンメトリ - 係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロピペリンのピ - ク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	45分	75%以上
20mg	15分	85%以上

塩酸プロピペリン標準品 1-メチル-4-ピペリジルジフェニルプロポキシアセテート塩酸塩($C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$: 403.94)で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 塩酸プロピペリン 15g をエタノール(99.5)100mL に加温して溶かし、メンブランフィルターでろ過する。ろ液を室温で一夜放置し、析出した結晶をろ取り、冷エタノール(99.5)で洗った後、105℃で1時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、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 2474 cm^{-1} 、 1736 cm^{-1} 、 1249 cm^{-1} 、 755 cm^{-1} 及び 695 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g をクロロホルム 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル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/アセトン/アンモニア(28)混液(75:20:1)を展開溶媒として約 10cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

含量 99.0%以上。 **定量法** 本品を 105℃で1時間乾燥し、その約 0.4g を精密に量り、酢酸(100)20mL に溶かし、無水酢酸 40mL を加え、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が、緑色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.394mg $C_{23}H_{29}NO_3 \cdot HCl$