

テモカプリル塩酸塩錠 Temocapril Hydrochloride Tablets

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 以下のメンプ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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にテモカプリル塩酸塩 ($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2 \cdot HCl$) 約 1.1μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にテモカプリル塩酸塩標準品(別途 1g につき、容量滴定法、直接滴定により水分 〈2.48〉 を測定しておく)約 22mg を精密に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50μL 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、それぞれの液のテモカプリルのピーク面積 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。

テモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/2)$$

W_S : 脱水物に換算したテモカプリル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のテモカプリル塩酸塩($C_{23}H_{28}N_2O_5S_2 \cdot HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径 6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5μm 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：40°C付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)/アセトニトリル混液(43 : 32)

流量：テモカプリルの保持時間が約 7 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 50μL につき、上記の条件で操作するとき、テモカプリ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 9000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 50μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、テモカプリルのピー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
1mg	30 分	85%以上
2mg	30 分	85%以上
4mg	30 分	85%以上

テモカプリル塩酸塩標準品 $C_{23}H_{28}N_2O_5S_2 \cdot HCl$: 513.07 (+)-((2S,6R)-6-{[(1S)-1-(エトキシカルボニル)-3-フェニルプロピル]アミノ}-5-オキソ-2-(2-チエニル)ペルヒドロ-1,4-チアゼピン-4-イル)酢酸塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～淡黄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〉のペースト法により測定するとき、波数 1758cm^{-1} , 1733cm^{-1} , 1676cm^{-1} , 1496cm^{-1} , 755cm^{-1} , 729cm^{-1} 及び 700cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g を薄めたアセトニトリル(1→2) 200mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 $10\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりテモカプリル以外のピークの合計量を求めるとき、0.5%以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234nm)

カラム：内径 6mm, 長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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：40°C付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→500)/アセトニトリル混液(63:37)

流量：テモカプリルの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテモカプリルの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 5mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に 50mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に 50 mL とする。この液 $10\mu\text{L}$ から得たテモカプリルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のテモカプリルのピーク面積の 7~13%になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、テモカプリルの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 9000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件

で試験を 6 回繰り返すとき、テモカプリルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 %以下である。

水分 <2.48> 0.5 %以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定).

含量 換算した脱水物に対し 99.5%以上. 定量法 本品約 0.8g を精密に量り、無水酢酸／酢酸(100)混液(7:3)80mL に溶かし, 0.1mol/L 過塩素酸で滴定<2.50>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 1mL=51.31mg C₂₃H₂₈N₂O₅S₂·HCl