

トロキシピド細粒 Troxipide Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトロキシピド ($C_{15}H_{22}N_2O_4$) 約 100 mg に対応する量を精密に量り、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 20 mL 以上をとり、孔径 $0.8\mu\text{m}$ 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトロキシピド ($C_{15}H_{22}N_2O_4$) 約 $20\mu\text{g}$ 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。別にトロキシピド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 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。

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

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

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

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	60分	85%以上

トロキシピド標準品 $C_{15}H_{22}N_2O_4$: 294.35 (±)-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 10 g に対して 70 mL 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り、エタノール (95) 30 mL 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 50 mL 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 3323 cm^{-1} , 1629 cm^{-1} , 1532 cm^{-1} , 1345 cm^{-1} , 1133 cm^{-1} 及び 844 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

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

融点 178 ~ 181

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 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 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) 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 (1 g, 105 °C, 2 時間) .

含量 99.0 % 以上 . 定量法 本品を乾燥し, その約 0.6 g を精密に量り, 酢酸 (100) 40 mL に溶かし, 0.1 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 .

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

トロキシピド錠 Troxipide Tablets

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 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトロキシピド (C₁₅H₂₂N₂O₄) 約 20 μ g 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。別にトロキシピド標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 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。

トロキシピド (C₁₅H₂₂N₂O₄) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

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 (C₁₅H₂₂N₂O₄) の表示量 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30分	70%以上

トロキシピド標準品 C₁₅H₂₂N₂O₄: 294.35 (±)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 10 g に対して 70 mL 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り、エタノール (95) 30 mL 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 50 mL 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 3323 cm⁻¹, 1629 cm⁻¹, 1532 cm⁻¹, 1345 cm⁻¹, 1133 cm⁻¹ 及び 844 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

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

融点 178 ~ 181

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L 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 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) 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 (1 g, 105, 2 時間)。

含量 99.0 % 以上 . 定量法 本品を乾燥し , その約 0.6 g を精密に量り , 酢酸 (100)
40 mL に溶かし , 0.1 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 .

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