

ナフトピジル錠 Naftopidil Tablets

溶出試験 a 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 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，孔径 0.5 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)約 28 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にナフトピジル標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，メタノール 50mL に溶かした後，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，崩壊試験法の第 1 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 283nm 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 a を満たすときは適合とする．

ナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)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 : ナフトピジル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格 a

表示量	規定時間	溶出率
25mg	45 分	75%以上
50mg	45 分	75%以上

溶出試験 b 本品 1 個をとり，試験液に崩壊試験法の第 1 液 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，孔径 0.5 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)約 28 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にナフトピジル標準品を 105 で 3 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，メタノール 50mL に溶かした後，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，崩壊試験法の第 1 液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を

行い，波長 283nm 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 b を満たすときは適合とする．

ナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)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 : ナフトピジル標準品の量(mg)

C : 1 錠中のナフトピジル($C_{24}H_{28}N_2O_3$)の表示量(mg)

溶出規格 b

表示量	規定時間	溶出率
25mg	60 分	70%以上
50mg	60 分	70%以上

ナフトピジル標準品 $C_{24}H_{28}N_2O_3$: 392.49 (±)-1-[4-(2-メトキシフェニル)ピペラジニル]-3-(1-ナフチロキシ)プロパン-2-オール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 ナフトピジル 10g にエタノール(95)90mL を加えて加温して溶かし，ろ過する．ろ液を冷所に一夜放置後，析出した結晶をガラスろ過器(G2)を用いてろ取し，少量のエタノール(95)で洗う．必要に応じて同様の操作を繰り返し，得られた結晶を 105 °C で 3 時間乾燥する．

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 1502cm^{-1} ， 1269cm^{-1} ， 1242cm^{-1} 及び 1104cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.10g をメタノール 60mL に溶かす．この液に，リン酸二水素カリウム 6.80g を水 900mL に溶かし，リン酸を加え，pH2.0 に調整した後，水を加えて 1000mL とした液を加えて 100mL とし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，メタノール/水混液(3 : 2)を加えて正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，メタノール/水混液(3 : 2)を加えて正確に 10mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 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う．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，試料溶液のナフトピジル以外のピーク面積は，標準溶液のナフトピジルのピーク面積の 1/2 より大きくなく，かつ，各々のピークの合計面積は，標準溶液のナフトピジルのピーク面積の 2.5 倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：283nm)

カラム：内径 4.0mm，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：リン酸二水素カリウム 6.80g を水 900mL に溶かし，薄めたリン酸 (1 10)を加え pH4.0 に調整し，水を加えて 1000mL とする．この液 450mL にメタノール 550mL を加える．

流量：ナフトピジルの保持時間が約 10 分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からナフトピジルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，メタノール/水混液(3:2)を加えて正確に 10mL とする．この液 10 μ L から得たナフトピジルのピーク面積が標準溶液のピーク面積の 30～70%になることを確認する．

システムの性能：本品 0.10g 及び 1-ナフトール 0.03g をメタノール 60mL に溶かす．この液に，リン酸二水素カリウム 6.80g を水 900mL に溶かし，リン酸を加え，pH2.0 に調整し，水を加えて 1000mL とした液を加えて 100mL とする．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，1-ナフトール，ナフトピジルの順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ナフトピジルのピーク面積の相対標準偏差は 3.0%以下である．

乾燥減量 0.5%以下(1g，105 ，3 時間)．

含量 99.5%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，無水酢酸 50mL 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 1mL = 39.249mg C₂₄H₂₈N₂O₃