プラジカンテル錠

Praziquantel Tablets

溶出性 $\langle 6.10 \rangle$ 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 20g に水を加えて 1000mL とした液 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 0.45μ 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にプラジカンテル(C_{19} H $_{24}$ N $_{2}O_{2}$)約 0.67mg を含む液となるようにポリソルベート 80 20g に水を加えて 1000mL とした液を加えて正確に V'mL とし、試料溶液とする。別にプラジカンテル標準品(別途 1g につき、50°Cで 2時間減圧乾燥し、その減量 $\langle 2.41 \rangle$ を測定しておく)約 30mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とする。この液 10mL を正確に量り、ポリソルベート 10mL 10

試料溶液及び標準溶液 50μ L 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〉により試験を行ない、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.

本品が溶出規格を満たすときは適合とする.

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(%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (I/C) \times 1800$

Ws:乾燥物に換算したプラジカンテル標準品の秤取量(mg)

C:1錠中のプラジカンテル($C_{19}H_{24}N_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器:紫外吸光光度計 (測定波長:263nm)

カラム: 内径 4.6mm, 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: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 50μL 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 50μ L 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.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
600 mg	45 分	70%以上

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測定するとき、波数 2940cm^{-1} 、 2860cm^{-1} 、 1650cm^{-1} 、 1625cm^{-1} 、 1450cm^{-1} 及び 1420cm^{-1} 付近に吸収を認める.

類縁物質 本品約 40 mg 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. 試料溶液 $20 \mu \text{L}$ 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. 試料溶液のプラジカンテルのピーク面積 A 及び個々のピーク面積 An を自動積分法により測定し、次式により個々の類縁物質の量を求めるとき、類縁物質の合計は 0.5%以下である.

個々の類縁物質の量 (%)=
$$\frac{An \times fn \times 100}{A + \sum (An \times fn)}$$

fn: 感度補正係数 次の感度補正係数を用いる.

プラジカンテルに対 する 相対保持時間	感度補正係 数
約 0.62	1.18
約 2.19	0.82
約 2.81	1.13
その他	1.00

試験条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:210nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 25cm 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: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:溶媒のピークの後からプラジカンテルの保持時間 の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 試料溶液 1mL 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 20mL とする. 更にこの液 5mL 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 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 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とする. この液20μL から得たプラジカンテルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液から得たプラジカンテルのピーク面積の 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 20μL 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 5000 段以上、1.5 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 20μ L 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(1g, 減圧, 50°C, 2時間)

強熱残分〈2.44〉0.1%以下(1g)

含量 換算した脱水物に対し99.0%以上. 100%より,類縁物質の量(%)及び強熱残分の量(%)を差し引いて求める.