

## ニコチニ酸アミド 30mg・塩酸パパベリン 6mg 錠

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。溶出試験開始 45 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、溶出液は孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。はじめのろ液 10mL を除き、次のろ液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にニコチニ酸アミド標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.033g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。定量用塩酸パパベリン約 0.033g を精密に量り、0.1mol/L 塩酸を加えて、正確に 50mL とし、その液を 10 mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加え正確に 100mL とする。これらの液を 10 mL ずつ正確に量り、0.1mol/L 塩酸を加え正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ニコチニ酸アミドのピーク面積 AT 及び AS 並びにパパベリンのピーク面積 BT 及び BS を測定する。

本品の 45 分後の溶出率がニコチニ酸アミド 85% 以上及び塩酸パパベリン 80% 以上のときは適合とする。

$$\text{ニコチニ酸アミドの表示量に対する溶出率 (\%)} = \frac{WS \times AT}{AS \times 1} / CA \times 90$$

WS : ニコチニ酸アミド標準品の量 (mg)

CA : 1 錠中のニコチニ酸アミド (C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O) の表示量(mg)

$$\text{塩酸パパベリンの表示量に対する溶出率 (\%)} = \frac{VS \times BT}{BS \times 1} / CB \times 18$$

VS : 定量用塩酸パパベリンの量 (mg)

CB : 1 錠中の塩酸パパベリン (C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub> · HCl) の表示量(mg)

ニコチニ酸アミド標準品：ニコチニ酸アミド(日局)

定量用塩酸パパベリン：塩酸パパベリン(日局) 定量用

試験条件：

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：250nm）

カラム：内径約 4.6mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm 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。

移動相：水 / メタノール混液 (1 : 1) 1000mL にリン酸二水素カリウム約 0.85 g を溶かし、リン酸にて pH2.5 とする。

流 量：ニコチニ酸アミドの保持時間が約 2 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ニコチニ酸アミド、パパベリンの順に溶出し、ニコチニ酸アミドとパパベリンの分離度は、4 以上のものを用いる。

システムの再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すときニコチニ酸アミド，パパベリンのピーク面積の各々の相対標準偏差は 3.0%以下である。

#### 設定根拠

溶出開始 45 分後に溶出率がニコチニ酸アミド 100%以上，塩酸パパベリンが 95%以上なったので 45 分後の溶出率ニコチニ酸アミドの 100%から 15%を差し引いた 85%以上・塩酸パパベリンの 95%から 15%を差し引いた 80%以上を設定した。