

塩化カルプロニウムカプセル Carpronium Chloride Capsules

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(ただし, シンカーを用いる)により, 每分 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 VmL を正確に量り, 表示量に従い 1mL 中に塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)約 11μg 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。別に塩化カルプロニウム標準品(別途本品 0.2g につき, 水分測定法の容量滴定法, 直接滴定により水分を測定しておく)約 0.024g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 100mL とする。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法により試験を行い, それぞれの液のカルプロニウムのピーク面積 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。

塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : 脱水物に換算した塩化カルプロニウム標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中の塩化カルプロニウム($C_8H_{18}ClNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 210 nm)

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 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 6.8g を水に溶かし 1000mL とした液にリン酸を加え, pH2.5 に調整する。この液 1000mL に 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.44g を溶かした液 850mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 150mL を加える。

流量: カルプロニウムの保持時間が約 13 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, カルプロニウム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, 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，カルプロニウム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 |
|------|------|--------|
| 10mg | 30 分 | 85% 以上 |

塩化カルプロニウム標準品 C₈H₁₈ClNO₂·H₂O:213.70(3 - メトキシカルボニルプロピル)トリメチルアンモニウムクロライド 1 水和物で，下記の規格に適合するもの。

確認試験 「塩化カルプロニウム」の確認試験を準用する。

類縁物質 「塩化カルプロニウム」の純度試験(5)を準用する。

水分 7.8 ~ 9.0% (0.2g, 容量滴定法, 直接滴定)

含量 99.0% 以上(脱水物換算)。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 酢酸(100)10 mL に溶かした後, 無水酢酸 50 mL を加え, 0.05 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。

$$0.05 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 9.785 \text{ mg C}_8\text{H}_{18}\text{ClNO}_2$$