トロキシピド細粒

Troxipide Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0%に対応するトロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$：294.35）を含む.

製 法 本品は「トロキシピド」をとり，散剤の製法により微粒状に製する.

確認試験 本品の表示量に従い「トロキシピド」20 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてかき混ぜた後，ろ過する．ろ液 4 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 256 ～ 260 nm に吸収の極大を示す.

製剤均一性〈*6.02*〉 分包したものは，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する.

本品 1 包をとり，内容物の全量を取り出し，0.1 mol/L 塩酸試液 80 mL を加えて 10 分間かき混ぜた後，1 mL 中にトロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）約 1 mg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加え，水を加えて 100 mL とし，試料溶液とする．以下定量法を準用する.

トロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (V / 25)$

W_S：トロキシピド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 2000）

溶 出 性〈*6.10*〉 試験液に水 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行うとき，本品の 60 分間の溶出率は 85%以上である.

本品の表示量に従いトロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）約 0.1 g に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.8 μm 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 4 mL を正確に量り，水を加えて正確に 20 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 20 mg 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〈*2.24*〉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.

トロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）の表示量に対する溶出率（%）$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 450$

W_S：トロキシピド標準品の秤取量（mg）
W_T：本品の秤取量（g）
C：1 g 中のトロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）の表示量（mg）

粒 度〈*6.03*〉 試験を行うとき，適合する.

定 量 法 本品のトロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）約 0.5 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて 10 分間かき混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 250 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液 5 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 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 25 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし，正確に 25 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，内標準溶液 3 mL を正確に加えた後，水を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

トロキシピド（$C_{15}H_{22}N_2O_4$）の量（mg）$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times 20$

W_S：トロキシピド標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンの 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（3 → 2000）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：258 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：30℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 → 500）にジエチルアミンを加えて pH3.0 に調整する．この液 1500 mL にメタノール 100 mL 及びテトラヒドロフラン 50 mL を加える．

流量：トロキシピドの保持時間が約 7 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 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，トロキシピド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 3 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するトロキシピドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0%以下である．

貯 法 容　器　気密容器．

9．01 標準品の項に次を追加する．

トロキシピド標準品 製剤均一性，溶出性，定量法