

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.40 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL に溶かし、0.1 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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.480 mg C₁₉H₁₇ClN₂O

貯法 容器 気密容器。

プラゼパム錠

Prazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O : 324.80) を含む。

製法 本品は「プラゼパム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.05 g に対応する量を取り、アセトン 25 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物を硫酸 3 mL に溶かす。この液につき、「プラゼパム」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.02 g に対応する量を取り、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 200 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL に硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm, 283 ~ 287 nm 及び 363 ~ 367 nm に吸収の極大を示し、263 ~ 267 nm 及び 334 ~ 338 nm に吸収の極小を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液は 0.1 mol/L 塩酸試液 900 mL を用い、溶出試験法第 1 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 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 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O)

約 5 μ g 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 とし、試料溶液とする。別に定量用プラゼパムを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて振り混ぜ、必要ならば超音波処理して溶かし、さらに、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 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により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

プラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{90}{C}$$
 W_s: 定量用プラゼパムの量 (mg)
 C: 1 錠中のプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) の表示量 (mg)

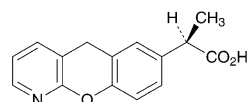
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、アセトン 30 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をとる。同様の操作をアセトン 30 mL ずつを用いて 2 回繰り返す。全上澄液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物を無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 50 mL に溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 6.496 mg C₁₉H₁₇ClN₂O

貯法 容器 気密容器。

プラノプロフェン

Pranoprofen



及び鏡像異性体

C₁₈H₁₅NO₃ : 255.27

(RS)-2-(10H-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)-propanoic acid [52549-17-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、プラノプロフェン (C₁₈H₁₅NO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、酢酸 (100) にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、アセトニトリル、エタノール (95) 又は無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の N,N-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 30) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を 1 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトル