

塩酸セチリジン 5mg 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。溶出試験を開始15分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 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10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸セチリジン標準品を60 $^{\circ}$ Cで3時間減圧乾燥し、その約0.025gを精密に量り、水に溶かし正確に100mLとする。この液2mL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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長230nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の15分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

塩酸セチリジン ($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : 塩酸セチリジン標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸セチリジン ($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$) の表示量 (mg)

塩酸セチリジン標準品 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$: 461.81 (±)2-[4-[(4-クロロフェニル)フェニルメチル]-1-ピペラジニル]エトキシ酢酸 二塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数1741 cm^{-1} 、1496 cm^{-1} 、1137 cm^{-1} 及び759 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.10gを移動相50mLに溶かし、試料溶液とする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ L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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセチリジン以外のピーク(セチリジンに対する相対保持時間約0.3, 約0.8, 約0.9, 約1.4及び約2.5)の各々のピーク面積は、標準溶液から得たセチリジンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のセチリジンのピーク面積の2.5倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径 4.0mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充填する.

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めた 0.5mol/L 硫酸試液(2 \rightarrow 25)0.04mol/L 硫酸溶液混液(47 : 3)

流量：セチリジンの保持時間が約 9 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒ピークの後からセチリジンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加え正確に 10mL とし，この液 10 μ L から得たセチリジンのピーク面積が，標準溶液のセチリジンのピーク面積の 35~65%になることを確認する.

システムの性能：本品 20mg を移動相に溶かし，100mL とする．この液 5mL をとりアミノピリンの移動相溶液(1 \rightarrow 2500) 3mL を加え，さらに移動相を加えて 20mL とする．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，アミノピリンの順に溶出し，その分離度は 7 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セチリジン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 1.0%以下(1g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3時間).

含量 99.0%以上. 定量法 本品を乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，アセトン/水混液(7:3)70mL に溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)．ただし，第二変曲点を終点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1mL=15.394mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$

アミノピリン $C_{13}H_{17}N_3O$ 白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 107~109 $^{\circ}$ C

塩酸セチリジン 10mg 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。溶出試験を開始 30 分後、溶出液 20mL以上をとり、孔径 0.45 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 10mLを除き、次のろ液 5mLを正確に量り、水を加えて正確に 10mLとし、試料溶液とする。別に塩酸セチリジン標準品を 60° Cで 3 時間減圧乾燥し、その約 0.025gを精密に量り、水に溶かし正確に 100mLとする。この液 2mL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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 230nm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 85%以上のときは適合とする。

塩酸セチリジン ($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : 塩酸セチリジン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸セチリジン ($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$) の表示量 (mg)

塩酸セチリジン標準品 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$: 461.81 (±)-2-[4-[(4-クロロフェニル)フェニルメチル]-1-ピペラジニル]エトキシ酢酸 二塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1741 cm^{-1} 、1496 cm^{-1} 、1137 cm^{-1} 及び 759 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10g を移動相 50mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセチリジン以外のピーク(セチリジンに対する相対保持時間約 0.3, 約 0.8, 約 0.9, 約 1.4 及び約 2.5)の各々のピーク面積は、標準溶液から得たセチリジンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のセチリジンのピーク面積の 2.5 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230nm)

カラム：内径 4.0mm, 長さ 25cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充填する.

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/薄めた 0.5mol/L 硫酸試液(2 \rightarrow 25)0.04mol/L 硫酸溶液混液(47 : 3)

流量：セチリジンの保持時間が約 9 分になるように調整する.

面積測定範囲：溶媒ピークの後からセチリジンの保持時間の約 3 倍の範囲
システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り，移動相を加え正確に 10mL とし，この液 10 μ L から得たセチリジンのピーク面積が，標準溶液のセチリジンのピーク面積の 35~65%になることを確認する.

システムの性能：本品 20mg を移動相に溶かし，100mL とする．この液 5mL をとりアミノピリンの移動相溶液(1 \rightarrow 2500) 3mL を加え，さらに移動相を加えて 20mL とする．この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，アミノピリンの順に溶出し，その分離度は 7 以上である.

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セチリジン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 1.0%以下(1g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3時間).

含量 99.0%以上. 定量法 本品を乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，アセトン/水混液(7:3)70mL に溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)．ただし，第二変曲点を終点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1mol/L水酸化ナトリウム液 1mL=15.394mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$

アミノピリン $C_{13}H_{17}N_3O$ 白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

融点 107~109 $^{\circ}$ C