

塩酸ミドドリン 2mg 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 30 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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。別に塩酸ミドドリン標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.05g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更に、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 100 μL 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、塩酸ミドドリンのピーク面積 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。

塩酸ミドドリン ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : 塩酸ミドドリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸ミドドリン ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：290nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm 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。

カラム温度：50 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 : 100) / アセトニトリル / リン酸混液 (600 : 400 : 1)

流量：塩酸ミドドリンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、塩酸ミドドリンのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 5000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、塩酸ミドドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸ミドドリン標準品 $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$: 290.75 (\pm)-2-アミノ-N-(2,5-ジメトキシ-ヒドロキシフェネチル)アセトアミド塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 エタノール (95) / 水混液 (7 : 3) で 2 回再結晶し、風乾する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、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、波長 3330cm^{-1} , 1649cm^{-1} , 1570cm^{-1} , 1499cm^{-1} , 1214cm^{-1} , 904cm^{-1} , 812cm^{-1} 及び 704cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (290nm) 115 ~ 120 (乾燥後, 3mg, 0.01 N 塩酸試液, 100mL)

純度試験（類縁物質） 本品 0.10g をメタノール 10mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100mL とし，更にこの液 2mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10mL 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 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次に 1-ブタノール / 水 / 酢酸（100） / エタノール（95） / クロロホルム混液（80 : 50 : 30 : 25 : 23）を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき，試料溶液には主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量 0.30%以下（1g，105℃，2時間）．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，ギ酸 3mL に溶かし，酢酸（100）10mL を加えて，更に無水酢酸 5mL を正確に加え，直ちに 0.1 N 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）．ただし，無水酢酸添加後，5 分以内に滴定を終了する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1N 過塩素酸 1mL = 29.075mg $C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$