

酢酸フレカイニド 50mg 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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 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．別に酢酸フレカイニド標準品を 60 で 2 時間減圧 (0.67kPa 以下) 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 10mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 296nm 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 70%以上のときは適合とする．

酢酸フレカイニド ($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$) の溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : 酢酸フレカイニド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の酢酸フレカイニドの表示量 (mg)

酢酸フレカイニド標準品 $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$: 474.40 (±) -N-(2-ピペリジルメチル)-2,5-ビス(2,2,2-トリフルオロエトキシ)ベンズアミド酢酸塩で，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 2-プロパノール/酢酸 (100) 混液 (99 : 1) から再結晶し，2-プロパノールで洗浄した後，50 で 48 時間減圧 (3.7 kPa 以下) 乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

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，波数 3400cm^{-1} ， 1644cm^{-1} ， 1550cm^{-1} ， 1289cm^{-1} ， 1175cm^{-1} 及び 861cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.25g をとり，水・アセトニトリル混液 (71 : 29) に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，水・アセトニトリル混液 (71 : 29) を加えて正確に 200mL 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，試料溶液のフレカイニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積の 2/5 より大きくない (0.2%以下) ．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

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チ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：水/アセトニトリル/酢酸 (100) /テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液混液 (142 : 58 : 2 : 1) にアンモニア水 (28) を加えて pH を 5.75 ~ 5.85 とする．

流量：フレカイニドの保持時間が約4分になるように調整する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たフレカイニドのピーク高さが 10 ~ 50mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフレカイニドの保持時間の約3倍の範囲

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 60 , 2時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し, その約 0.6g を精密に量り, 酢酸 (100) 100 mL を加えて溶かし, 0.1mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 47.44mg $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$

酢酸フレカイニド 100mg 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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 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．別に酢酸フレカイニド標準品を 60 で 2 時間減圧（0.67kPa 以下）乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，吸光度測定法により試験を行い，波長 296nm 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 70%以上のときは適合とする．

酢酸フレカイニド ($C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$) の溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : 酢酸フレカイニド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の酢酸フレカイニドの表示量 (mg)

酢酸フレカイニド標準品 $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$: 474.40 (±) -N-(2-ピペリジルメチル)-2,5-ビス(2,2,2-トリフルオロエトキシ)ベンズアミド酢酸塩で，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 2-プロパノール/酢酸(100)混液(99:1)から再結晶し，2-プロパノールで洗浄した後，50 で 48 時間減圧(3.7kPa 以下)乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

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，波数 3400cm^{-1} ， 1644cm^{-1} ， 1550cm^{-1} ， 1289cm^{-1} ， 1175cm^{-1} 及び 861cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.25g をとり，水・アセトニトリル混液(71:29)に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，水・アセトニトリル混液(71:29)を加えて正確に 200mL 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，試料溶液のフレカイニド以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレカイニドのピーク面積の 2/5 より大きくない(0.2%以下)．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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チ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：水/アセトニトリル/酢酸(100)/テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液混液(142:58:2:1)にアンモニア水(28)を加えて pH を 5.75 ~ 5.85 とする．

流量：フレカイニドの保持時間が約 4 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たフレカイニドのピーク高さが 10 ~ 50mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフレカイニドの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5%以下 (1g, 減圧・0.67kPa 以下, 60 , 2 時間)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し, その約 0.6g を精密に量り, 酢酸 (100) 100 mL を加えて溶かし, 0.1mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 47.44mg $C_{17}H_{20}F_6N_2O_3 \cdot C_2H_4O_2$