

マロチラート 200mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液にポリソルベート 80 4g に水を加えて 1000 mL とした液 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 100 回転で試験を行う．溶出試験開始 60 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 2 mL を正確に量り，ポリソルベート 80 4g に水を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする．別にマロチラート標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，ポリソルベート 80 4 g に水を加えて 1000 mL とした液を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，ポリソルベート 80 4g に水を加えて 1000 mL とした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 365 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 60 分間の溶出率が 75%以上のときは適合とする．

マロチラート ($C_{12}H_{16}O_4S_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : マロチラート標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のマロチラート ($C_{12}H_{16}O_4S_2$) の表示量 (mg)

マロチラート標準品 $C_{12}H_{16}O_4S_2$ Diisopropyl 1,3-dithiol-2-ylidenemalonate 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 マロチラート 100g をとり，ヘキサン 100mL を加えて加熱して溶かし，活性炭 1g を加えて沸騰させ，熱時ろ過する．ろ液を氷冷し，生じた結晶をろ取する．得られた結晶を再びヘキサン 100mL を用いて再結晶する．この操作を 3 回繰り返し，得られた結晶を室温で，シリカゲルを乾燥剤としたデシケーター中で 24 時間以上減圧乾燥する．

性状 本品は微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．また，本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

- (1) 本品のクロロホルム溶液 (1 → 20) 2mL に 2,4,7-トリニトロ-9-フルオレノン試液 2mL を加えるとき，液は赤かっ色を呈する．
- (2) 本品 0.1g に水酸化ナトリウム 0.5g を加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，希塩酸 10mL を加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する．
- (3) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) 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 221 ~ 225nm 及び 359 ~ 363nm に吸収の極大を示す．

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (361nm) 840 ~ 870 (乾燥後, 5 mg, メタノール, 1000 mL)

類縁物質 本品 0.1g をとり, エタノールに溶かし, 正確に 100mL とする. この溶液 5mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 50mL とし, 試料溶液とする. この溶液 1mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 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, 試料溶液のマロチラート以外のピーク面積の合計は, 標準溶液のマロチラートのピーク面積の 1/2 より大きくない.

試験条件

定量法の試験条件を準用する.

システムの適合性

定量法のシステムの適合性を準用する.

乾燥減量 0.3%以下 (2g, シリカゲル, 24 時間)

含量 99.0%以上 含量測定法 本品 0.1g をとり, エタノールに溶かし, 正確に 100mL とする. この溶液 5mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 50mL とし, 試料溶液とする. この液 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. 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率によりマロチラートの量を求める.

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 361nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に約 5 μ m の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: 40 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (7:3) に 10%リン酸を加え, pH2.5 に調整する.

流量: マロチラートの保持時間が約 10 分となるように調整する.

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からマロチラートの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 試料溶液 1mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 100mL とし, システム適合性試験用溶液とする. システム適合性試験用溶液 5mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 50mL とする. この液 10 μ L から得たマロチラートのピーク面積が, システム適合性試験用溶液のマロチラートのピーク面積の 9.0 ~ 11.0%になることを確認する.

システムの性能: 本品 10mg 及びイソプロピル 1,3-ジチオール-2-イリデンアセテート 10mg をエタノール 100mL に溶かす. この液 10 μ L につき, 上記条件で操作するとき, イソプロピル 1,3-ジチオール-2-イリデンアセテート, マロチラートの順に溶出し, その分離度は 2.0 以上である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マロチラートのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

イソプロピル 1,3- ジチオール-2-イリデンアセテート $C_8H_{10}O_2S_2$

性状 黄赤色の澄明の液

類縁物質 本品 0.1g をとり，エタノールに溶かし，正確に 100mL とする．この溶液 5mL を正確に量り，エタノールを加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．この液 10 μ Lにつき，マロチラート標準品の含量測定法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率によりそれらの量を求めるとき，イソプロピル 1,3- ジチオール-2-イリデンアセテート以外のピークの総量は3.0%以下である．