

マレイン酸セチプチリン 1mg 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 0.45 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，希釈液 10mL を正確に加え，試料溶液とする．別にマレイン酸セチプチリン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，移動相に溶かし，正確に 100mL とする．この液 4mL 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 50mL とする．更にこの液 5mL を正確に量り，希釈液 10mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μ L 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，それぞれの液のセチプチリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする．

マレイン酸セチプチリン ($C_{19}H_{19}N \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率

$$(\%) = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

W_s : マレイン酸セチプチリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のマレイン酸セチプチリン ($C_{19}H_{19}N \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：262nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m 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：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール / 2.5mmol/L リン酸アンモニウム緩衝液 (pH 7.5) 混液 (3 : 1)

流量：セチプチリンの保持時間が約 8 分となるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，セチプチリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，セチプチリンのピーク面積の相対標準偏差は 2% 以下である．

2.5mmol/L リン酸アンモニウム緩衝液 (pH 7.5) : リン酸水素二アンモニウム 0.33g を水に溶かし 1000mL とした液に, リン酸二水素アンモニウム 0.29g を水に溶かし 1000mL とした液を加え, pH 7.5 に調整する.

希釈液 : メタノール / 0.15mol/L リン酸アンモニウム緩衝液 (pH 7.5) 混液 (1 : 1)

0.15mol/L リン酸アンモニウム緩衝液 (pH 7.5) : リン酸水素二アンモニウム 19.8g を水に溶かし 1000mL とした液に, リン酸二水素アンモニウム 17.3g を水に溶かし 1000mL とした液を加え, pH 7.5 に調整する.

マレイン酸セチプチリン標準品 本品を乾燥したものは定量するとき, マレイン酸セチプチリン ($C_{19}H_{19}N \cdot C_4H_4O_4$) 99.0% 以上を含有する. 必要な場合には次に示す方法で製する.

製法 マレイン酸セチプチリン 2g にエタノール(99.5)20mL を加え, 加温して溶かし, 熱時ろ過する. ろ液を冷却し, 析出した結晶をろ取し, 氷冷したエタノール(99.5)少量で洗う. 得られた結晶を風乾した後, 60℃, 減圧で 3 時間乾燥する.

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶性の粉末で, においはなく, 味は苦い. 本品は酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール(99.5)にやや溶けにくく, 水又は酢酸エチルに溶けにくく, エーテルに極めて溶けにくく, ヘキサンにほとんど溶けない.

確認試験

- (1)本品の水溶液 (1→2500) 5mL にドラーゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき, 液はだいたい色の沈殿を生じる.
- (2)本品 0.06g に重クロム酸カリウム・硫酸試液 10mL を加えて, 水浴中で 10 分間加熱するとき, 液は青緑色を呈する.
- (3)本品のメタノール溶液 (1→40000) につき, 日本薬局方一般試験法の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 261 ~ 263nm に吸収の極大を示す.

吸光度 $E_{1cm}^{1\%}$ (262nm) : 330 ~ 340 (乾燥後, 0.025g, メタノール, 2000mL)

融点 155～158

純度試験 類縁物質 本品 0.10g をとり，メタノール 5mL を正確に加えて溶かし，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 50mL 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 20mL とし，標準溶液とする．これらの液につき，日本薬局方一般試験法の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 10 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 n-プロパノール / 酢酸（100） / 水混液（4：1：1）を展開溶媒として約 10cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線（主波長：254nm）を照射するとき，試料溶液から得たセチプチリン（Rf 値約 0.45）及びマレイン酸（Rf 値約 0.60）のスポット以外のスポットは標準溶液から得たセチプチリンのスポットより濃くない．

乾燥減量 0.5% 以下（1g，105 $^{\circ}$ C，1 時間）

定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，酢酸（100）40mL を加えて溶かし，0.1mol/L 過塩素酸で滴定する（日本薬局方一般試験法の滴定終点検出法電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行い補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL=37.744mg C₁₉H₁₉N · C₄H₄O₄