

リンゴ酸クレボプリド0.5mg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。溶出試験開始15分後、溶出液10 mL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。初めのろ液約5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にリンゴ酸クレボプリド標準品を105 で4時間乾燥し、その約0.019gを精密に量り、水に溶かし、正確に250mLとする。この液1 mL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、試料溶液及び標準溶液のクレボプリドのピーク面積A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。

クレボプリド (C₂₀H₂₄ClNO₂) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{373.88}{507.96} \times \frac{9}{250}$$

W_s: リンゴ酸クレボプリド標準品の量 (mg)

C: 1錠中のクレボプリド (C₂₀H₂₄ClNO₂) の表示量 (mg)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 306nm)

カラム: 内径約4 mm, 長さ約15cmのステンレス管に約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: 40 付近の一定温度

移動相: 0.1mol/L酢酸アンモニウム溶液/メタノール混液(2:3)

流量: クレボプリドの保持時間が約7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、クレボプリドのピークのシンメトリー係数が1.5以下で、理論段数が4000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、クレボプリドのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である。

リンゴ酸クレボプリド標準品 $C_{20}H_{24}ClNO_2 \cdot C_6H_5O_5$

4 - アミノ - N - (1 - ベンジル - 4 - ピペリジル) - 5 - クロロ - O - アニサミド水素マレイン酸で、下記の規格に適合するもの。必要ならば105℃, 4時間で乾燥する。
性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を105℃で4時間乾燥し、その1mgをとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、 3450cm^{-1} , 3360cm^{-1} , 1720cm^{-1} , 1640cm^{-1} , 1545cm^{-1} , 750cm^{-1} 及び 700cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質

薄層クロマトグラフ法 本品0.10 gをとり、メタノールを加えて溶かし、正確に5mLとし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液5 μL 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。次にクロロホルム・酢酸(100)・メタノール混液(10 : 3 : 2)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした密閉容器中に30分間放置するとき、褐色の単一スポットを認める。

乾燥減量 0.5%以下(1 g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.10%以下(1 g)。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し、その約0.5 gを精密に量り、非水滴定用酢酸(100)30mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1 mL = 50.80mg $C_{20}H_{24}ClNO_2 \cdot C_6H_5O_5$