

ベプリジル塩酸塩錠 Bepridil Hydrochloride Tablets

溶出性 <6.10> 本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。試験を開始し、規定時間後、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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にベプリジル塩酸塩(C₂₄H₃₄N₂O·HCl)約11 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV'mLとし、試料溶液とする。別にベプリジル塩酸塩標準品(別途0.5gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分<2.48>を測定しておく)約20mg精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとする。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法<2.24>により試験を行い、波長248nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ベプリジル塩酸塩(C₂₄H₃₄N₂O·HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W_S : 脱水物に換算したベプリジル塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のベプリジル塩酸塩(C₂₄H₃₄N₂O·HCl)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50 mg	30 分	75%以上
100 mg	45 分	75%以上

ベプリジル塩酸塩標準品 C₂₄H₃₄N₂O·HCl·H₂O : 421.02(±)-N-Benzyl-N-[3-isobutoxy-2-(1-pyrrolidinyl)propyl]aniline hydrochloride hydrate で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品のジクロロメタン溶液(1→10)は旋光性がない。

確認試験

(1)本品3mgをジクロロメタン3滴に溶かし、2,4-ジニトロクロルベンゼンのエーテル溶液(1→100)3滴を加え、溶媒を留去するとき、残留物は黄色を呈する。

(2)本品20mgに0.1mol/L塩酸のエタノール溶液(1→100)を加えて溶かし、1000mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法<2.24>により吸収ス

ペクトルを測定するとき，波長 247～249nm 及び 294～297nm に吸収の極大を示す．

(3)本品 1mg をとり，赤外吸収スペクトル測定法 <2.25> の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2950cm^{-1} ， 1597cm^{-1} ， 1501cm^{-1} ， 1067cm^{-1} 及び 745cm^{-1} 付近に吸収を認める．

(4)本品の水溶液(1→500)は塩化物の定性反応 <1.09> を呈する．

融点 <2.60> 89～93℃

類縁物質 本品 0.25g 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 500mL 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ィー <2.03> 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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．直ちにジクロロメタン/メタノール/酢酸(100)混液(50 : 10 : 1)を展開溶媒として約 15cm 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，試料溶液から得た青紫色の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．またこの薄層板に 噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し，室温で風乾した後，亜硝酸ナトリウム溶液(1→50)を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た赤褐色の主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない(0.2%以下)．

水分 <2.48> 4.1～4.4%(0.5g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 <2.44> 0.1% 以下(1.0g)．

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上 定量法 本品約 0.60g を精密に量り，水 15mL 及び水酸化ナトリウム試液 10mL を加え，ジクロロメタン 30mL ずつで 3 回抽出する．ジクロロメタン抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム約 3g をおいた漏斗でろ過する．全ジクロロメタン抽出液にジクロロメタンを加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．この液 60mL を正確に量り，酢酸(100)10mL を加え，0.1mol/L 過塩素酸で滴定 <2.50> する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第一当量点とする．同様の方法で空試験を行い補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.30mg $\text{C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_2\text{O}\cdot\text{HCl}$