

マブテロール塩酸塩錠 Mabuterol 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。溶出試験を開始し、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中にマブテロール塩酸塩(C₁₃H₁₈ClF₃N₂O · HCl)約 28ng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。別にマブテロール塩酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として 60°Cで 3 時間減圧乾燥し、その約 28mgを精密に量り、水に溶かし、正確に 200mLとする。この液 2mLを正確に量り、水を加えて正確に 100mLとする。更にこの液 2mLを正確に量り、水を加えて正確に 200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 200 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のマブテロールのピーク面積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。

マブテロール塩酸塩(C₁₃H₁₈ClF₃N₂O · HCl)の表示量に対する溶出率(%)
= $W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$

W_S : マブテロール塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のマブテロール塩酸塩(C₁₃H₁₈ClF₃N₂O · HCl)の表示量(μ g)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 244nm)

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ィー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°C付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液(3 : 2)に過塩素酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量 : マブテロールの保持時間が約 6 分に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 200 μ L につき、上記の条件で操作するとき、マブテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 200 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マブテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25 μ g	15分	80%以上
50 μ g	15分	80%以上

マブテロール塩酸塩標準品 「マブテロール塩酸塩」。ただし、次に示す方法により精製したもので、下記の規格に適合するもの。

精製法 マブテロール塩酸塩を 2-プロパノールを用いて 3 回再結晶を行った後、石油エーテルで洗浄し、得られた結晶を酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧乾燥する。

吸光度 〈2.24〉 $E_{1\text{cm}}^{1\%}(245\text{nm})$: 369~373(乾燥後, 10mg, 薄めたメタノール(1→2), 500mL). $E_{1\text{cm}}^{1\%}(306\text{nm})$: 109~113(乾燥後, 10mg, 薄めたメタノール(1→2), 500mL).

ただし、デシケーター (減圧, 酸化リン (V), 60℃) で3時間乾燥したもの。含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 80mL を加えて溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定 〈2.50〉 する(電位差適定)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸 1mL = 34.72 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$