

セレギリン塩酸塩錠 Selegiline 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にセレギリン塩酸塩 (C₁₃H₁₇N · HCl) 約 2.8 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。別にセレギリン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。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 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ィー 〈2.01〉 により試験を行い、それぞれの液のセレギリンのピーク面積 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。

セレギリン塩酸塩 (C₁₃H₁₇N · HCl) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 9$$

W_S : セレギリン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 錠中のセレギリン塩酸塩 (C₁₃H₁₇N · HCl) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長: 205nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 25cm 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 : 25°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素アンモニウム 11.5g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加えて pH3.1 に調整する。この液 800mL にアセトニトリル 200mL を加える。

流量 : セレギリンの保持時間が約 10 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セレギ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、セレギリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|-------|------|-------|
| 2.5mg | 15分 | 80%以上 |

セレギリン塩酸塩標準品 $C_{13}H_{17}N \cdot HCl$: 223.74 (–)-(R)-N,α-ジメチル-N-2-プロピニルフェネチルアミン塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

精製法 セレギリン塩酸塩をアセトンを用いて3回再結晶し、得られた結晶を105°Cで2時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→2000)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251～254nm、256～259nm及び262～265nmに吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、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3220 cm^{-1} 、2930 cm^{-1} 、2120 cm^{-1} 及び1598 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点〈2.60〉 140～144 °C

類縁物質 本品0.1g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100mLとする。この液5mL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、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を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/2-プロパノール/アンモニア水(28)混液(100:10:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た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。

乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1g, 105°C, 2時間)。

含量 99.5%以上。定量法 本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(7:3)50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定〈2.50〉する(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=22.37mg $C_{13}H_{17}N \cdot HCl$