

ベスナリノン錠
Vesnarinone Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 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 中にベスナリノン($C_{22}H_{25}N_3O_4$)約 6.7μg を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にベスナリノン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.034g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 200mL とする。この液 4mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 253nm 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。

ベスナリノン($C_{22}H_{25}N_3O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : ベスナリノン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のベスナリノン($C_{22}H_{25}N_3O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
60mg	15 分	80%以上

ベスナリノン標準品 $C_{22}H_{25}N_3O_4$: 395.45 3,4-ジヒドロ-6-[4-(3,4-ジメトキシベンジル)-1-ピペラジニル]-2(1*H*)-キノリノンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1→125000)につき、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 269～273nm に吸収の極大を示し、波長 235～239nm に吸収の極小を示す。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1664cm^{-1} , 1638cm^{-1} , 1513cm^{-1} , 1257cm^{-1} , 1227cm^{-1} 及び 1024cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 238～240°C

類縁物質 本品 0.06g をジメチルスルホキシド 10mL に溶かした後、メタノール

を加えて 100mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、主ピーク以外のピークの量はそれぞれ 0.1% 以下であり、それらの合計は 0.5% 以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

カラム：内径 6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の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 1.21g 及び無水リン酸水素二ナトリウム 0.64g を水 3000mL に溶かし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 2190mL にアセトニトリル 810mL を加える。

流量：ベスナリノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からベスナリノンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 5mL 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 10 μ L から得たベスナリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のベスナリンのピーク面積の 3~7% になることを確認する。

システムの性能：パラオキシ安息香酸メチル 0.03g をメタノール 100mL に溶かす。この液 1mL 及び試料溶液 1mL にメタノールを加えて 100mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベスナリノン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度は 3 以上であり、ベスナリノンの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、1.0~1.2 である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベスナリノンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0% 以下である。

乾燥減量 0.2% 以下(1g, 105°C, 3 時間)。

含量 99.0% 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.5g を精密に量り、酢酸(100)30mL 及び無水酢酸 70mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(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=39.545mgC₂₂H₂₅N₃O₄