

リンゴ酸クレボプリド錠

Clebopride Malate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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 20 mL 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。初めのろ液約 10 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、表示量（クレボプリドとして）の 38 倍に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μ L 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_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。

クレボプリド ($C_{20}H_{24}ClN_3O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5} \times 0.736$$

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 ($C_{20}H_{24}ClN_3O_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：306 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m 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：メタノール / 0.1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液混液 (3 : 2)

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。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 100 μ L 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理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μ L 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。

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
0.5mg	15分	80%以上

*クレボプリドとして

リンゴ酸クレボプリド標準品 $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$: 507.96 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ある。

確認試験 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、 3450 cm^{-1} , 3360 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1545 cm^{-1} , 750 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 5 mL に溶かし、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 μ L 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 10 cm 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、主スポット以外のスポットを認めない。

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) 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/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。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.80 mg $C_{20}H_{24}ClN_3O_2 \cdot C_4H_6O_5$