

塩酸アゼラスチン 2mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 0.5g を精密に量り，試験液に pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05 mol/L) 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．溶出試験開始 30 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸アゼラスチン標準品を 105℃で 2 時間乾燥し，その約 0.05g を精密に量り，pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) に溶かし，正確に 250mL とする．この液 1mL を正確に量り，pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 (0.05mol/L) 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法により試験を行い，アゼラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 30 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする．

塩酸アゼラスチン ($C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$) の溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 900$$

W_T ：本品の秤取量 (mg)

W_S ：塩酸アゼラスチン標準品の量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：285 nm)

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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：アセトニトリル／ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸 (100) (1→250) 溶液 (1→500) 混液 (11:9)

流量：アゼラスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 50 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アゼラスチンのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で，理論段数が 2000 以上のものを用いる．

試験の再現性：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，アゼラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 %以下である．

塩酸アゼラスチン標準品 $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$ ：418.37 (±) 4- (4-クロロベンジル) -2- (ヘキサヒドロ-1-メチル-1*H*-アゼピン-4-イル) -1 (2*H*) -フタラジノン塩酸塩で，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．

確認試験 本品につき，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 2930 cm^{-1} ，1655 cm^{-1} ，1590 cm^{-1} 及び 1490 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

純度試験 類縁物質 本品 0.05g を移動相 100mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標

標準溶液 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．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のアゼラスチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の $\frac{1}{10}$ より大きくない（0.1 %以下）．また，試料溶液のアゼラスチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のアゼラスチンのピーク面積の $\frac{1}{2}$ より大きくない（0.5%以下）．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径約 4mm，長さ約 15cm 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：35℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／過塩素酸混液（660：340：1）

流量：アゼラスチンの保持時間が約 10 分になるように調整する．

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たアゼラスチンのピーク高さが 4～10mm になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後ろからアゼラスチンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0%以下（1g，105℃，2 時間）．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.6g を精密に量り，ギ酸 5mL を加えて溶かした後，無水酢酸 70mL を加え，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 = 41.84mg $C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$