

## 塩酸セリプロロール100mg錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水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45分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸セリプロロール標準品を80mg、減圧で4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、水に溶かして正確に200mL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323nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸セリプロロール( $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_S$  : 塩酸セリプロロール標準品の量(mg)

$C$  : 1錠中の塩酸セリプロロール( $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

塩酸セリプロロール標準品  $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$  : 415.95 (±) - 3 - [3-アセチル-4-[(3-(tert-ブチルアミノ)-2-ヒドロキシプロポキシ)フェニル]-1,1-ジエチルウレア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 塩酸セリプロロール1gをとり、薄めたアセトン(9:10)8mLを加え、15~20℃にて1時間以上攪拌し、ろ過する。更に、アセトン2mLで洗浄後、ろ取する。得られた結晶を、80℃、減圧で4時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は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、波数 $3290\text{cm}^{-1}$ ,  $2980\text{cm}^{-1}$ ,  $2780\text{cm}^{-1}$ ,  $1669\text{cm}^{-1}$ ,  $1637\text{cm}^{-1}$ 及び $1264\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.20gをとり、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25mLとする。この液2mL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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した2枚の薄層板にスポットする。1枚の薄層板は酢酸エチル/エタノール(95):薄めたアンモニア水(28)(13:100)混液(10:5:4)を展開溶媒として、約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、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。残りの薄層板は、2-プロパノール／アンモニア水(28)混液(10:1)を展開溶媒として、同様に試験を行う。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 減圧, 80, 4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)10mLを加え、加温して溶かす。これに無水酢酸100mL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 = 41.60 mg C20H33N3O4·HCl

## 塩酸セリプロロール200mg錠

溶出試験 本品1個をとり、試験液に水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45分後、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5mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に塩酸セリプロロール標準品を80mg、減圧で4時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、水に溶かして正確に200mL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323nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸セリプロロール( $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

$W_S$  : 塩酸セリプロロール標準品の量(mg)

$C$  : 1錠中の塩酸セリプロロール( $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$ )の表示量(mg)

塩酸セリプロロール標準品  $C_{20}H_{33}N_3O_4 \cdot HCl$  : 415.95 (±) - 3 - [3-アセチル-4- [3-(tert-ブチルアミノ)-2-ヒドロキシプロポキシ]フェニル] - 1, 1-ジエチルウレア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 塩酸セリプロロール1gをとり、薄めたアセトン(9:10)8mLを加え、15~20℃にて1時間以上攪拌し、ろ過する。更に、アセトン2mLで洗浄後、ろ取する。得られた結晶を、80℃、減圧で4時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は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、波数 $3290\text{cm}^{-1}$ ,  $2980\text{cm}^{-1}$ ,  $2780\text{cm}^{-1}$ ,  $1669\text{cm}^{-1}$ ,  $1637\text{cm}^{-1}$ 及び $1264\text{cm}^{-1}$ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品0.20gをとり、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25mLとする。この液2mL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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した2枚の薄層板にスポットする。1枚の薄層板は酢酸エチル/エタノール(95) / 薄めたアンモニア水(28)(13:100)混液(10:5:4)を展開溶媒として、約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長

254nm)を照射するとき, 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。残りの薄層板は, 2-プロパノール/アンモニア水(28)混液(10:1)を展開溶媒として, 同様に試験を行う。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 減圧, 80, 4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)10mLを加え, 加温して溶かす。これに無水酢酸100mL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。

