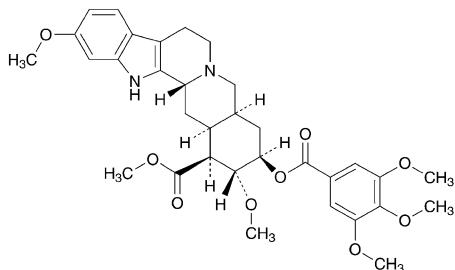


レセルピン

Reserpine



$C_{33}H_{40}N_2O_9$: 608.68

Methyl ($3S, 16S, 17R, 18R, 20R$)-11, 17-dimethoxy-18-(3, 4, 5-trimethoxybenzoyloxy)yohimban-16-carboxylate
[50-55-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、レセルピン ($C_{33}H_{40}N_2O_9$) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) 又はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリルに溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

確認試験

- (1) 本品 1 mg にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えて加温するとき、液はあざやかな赤紫色を呈する。
- (2) 本品のアセトニトリル溶液 (1 → 50000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はレセルピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。
- (3) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したレセルピン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -114 ~ -127 ° (乾燥後、0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 100 mm).

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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、試料溶液のレセルピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のレセルピンのピーク面積より大きくなり。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）
カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm 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 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム

試液/アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量：レセルピンの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.01 g 及びバラオキシ安息香酸ブチル 4 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす。この液 5 mL にアセトニトリルを加えて 50 mL とする。この液 20 μL につき、定量法の操作条件で操作するとき、レセルピン、バラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たレセルピンのピーク高さが約 20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：レセルピンの保持時間の約 2 倍の範囲
乾燥減量 0.5 % 以下 (0.2 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.25 % 以下 (0.2 g)。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品及びレセルピン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え、次いでアセトニトリル 5 mL を加えた後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL 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い、内標準物質のピーク面積に対するレセルピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

レセルピン ($C_{33}H_{40}N_2O_9$) の量 (mg)

$$= \text{レセルピン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 バラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (1 → 50000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：268 nm）

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm 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 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム

試液/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量：レセルピンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、レセルピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。