

デスメディファム試験法

1. 分析対象化合物

デスメディファム

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ及び液体クロマトグラフ・質量分析計を用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

デスメディファム 本品はデスメディファム99%以上を含む。

融点 本品の融点は118～119℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

検体約1 kgを精密に量り、3%リン酸溶液500 mLを加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採り、300 mLのナス型フラスコに移す。これに、アセトン100 mLを加え、還流冷却器を付け、ホットプレート上で1時間沸騰させる。放冷後、還流冷却器をアセトン10 mLで洗い、洗液を上記のナス型フラスコに合わせる。これを、ろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。次いで、アセトン15 mLを用いて上記のナス型フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約40 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン50 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、*n*-ヘキサン層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に*n*-ヘキサン50 mLを加え、上記と同様に操作して、*n*-ヘキサン層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで*n*-ヘキサン20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にエーテル及び*n*-ヘキサンの混液(1:4) 10 mLを加えて溶かす。

b 精製法

内径19 mm、長さ300 mmのクロマトグラフ管に、カラムクロマトグラフィー用シリカゲル（粒径63~200 μm ）5 gを*n*-ヘキサンに懸濁したもの、次いでその上に無水硫酸ナトリウム約5 gを入れ、カラムの上端に少量の*n*-ヘキサンが残る程度まで*n*-ヘキサンを流出させる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、エーテル及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）50 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでエーテル及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）200 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40°C以下でエーテル及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトニトリル及び0.01%リン酸溶液の混液（9：11）を加えて溶かし、正確に2 mLとして、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm ）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.6 mm、長さ150 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40°C

検出器 波長250 nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液（9：11）を用いる。デスメディファムが約14分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

c 確認試験

a 定性試験と同様の操作条件で液体クロマトグラフィー・質量分析を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。また、必要に応じ、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.01 mg/kg

8. 留意事項

デスメディファムは含水アセトニトリル中では不安定であり、標準溶液はアセトニトリル-0.01%リン酸の混液（9：11）で調製すること。

9. 参考文献

なし

10. 類型

A