

## アセグラトン 187.5 mg 錠

**溶出性 (6.10)** 本品1個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 120 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 8 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、5 分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にアセグラトン標準品約 16mg を精密に量り、水 100 mL を加え、次いで水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、5 分間超音波を照射する。これにフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希硫酸で中和した後、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のアセグラトンをアルカリ分解して得られた酢酸のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

アセグラトン ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_8$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 1125$$

$W_S$ : アセグラトン標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1 錠中のアセグラトン( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_8$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム: 内径 8 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 9 $\mu\text{m}$  の水素イオン型の 8% 架橋度を有するスチレンジビニルベンゼン共重合体カチオン交換樹脂を充てんする。(例えば, Aminex HPX-87H カラム (BIO RAD 製) 又はこれに相当するもの)

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: 水にリン酸を加えて pH を 2.8 に調整する。

流量: 酢酸の保持時間が約 12 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 50  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、酢酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 10000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

アセグラトン標準品 日本薬局方外医薬品規格「アセグラトン」。ただし、定量するとき、アセグラトン ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_8$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## プラゾシン塩酸塩 0.55mg錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 5mL を正確に量り、メタノール 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプラゾシン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。さらにこの液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

プラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (27 / 10) \times 0.913$$

$W_S$ : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 246nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 3.4g を水 500mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 10) で pH を 3.0 に調整する。この液 450mL にメタノール 550mL を加える。

流量: プラゾシンの保持時間が約 4 分と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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上; 2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

プラゾシン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸プラゾシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゾシン塩酸塩 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ : 419.86) 99.0% 以上を含むもの。

## プラゾシン塩酸塩 1.10mg錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 10mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノール 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にプラゾシン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 3mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100mL とする。さらにこの液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

プラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (27 / 5) \times 0.913$$

$W_S$ : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプラゾシン ( $C_{19}H_{21}N_5O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 246nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 3.4g を水 500mL に溶かし、薄めたリン酸 (1→10) で pH を 3.0 に調整する。この液 450mL にメタノール 550mL を加える。

流量: プラゾシンの保持時間が約 4 分と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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プラゾシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

プラゾシン塩酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸プラゾシン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プラゾシン塩酸塩 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ : 419.86) 99.0% 以上を含むもの。

エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 100mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験開始90分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.5 $\mu$ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液15mLを除き、次のろ液2.5mLを正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。

エルゴタミン酒石酸塩

別にエルゴタミン酒石酸塩標準品を60°Cで4時間減圧乾燥し、その約22mgを精密に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に200mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に50mLとし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び酒石酸溶液(1→100)/pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(9:1)につき、蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い、励起の波長330nm、蛍光の波長485nmにおける蛍光強度 $F_T$ 、 $F_S$ 及び $F_B$ を測定する。

本品のエルゴタミン酒石酸塩の90分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

エルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{SE} \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1 / C_E) \times (9 / 2)$$

$W_{SE}$  : エルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

$C_E$  : 1錠中のエルゴタミン酒石酸塩( $(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$ )の表示量(mg)

無水カフェイン

別に無水カフェイン標準品を80°Cで4時間乾燥し、その約28mgを精密に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に50mLとする。この液10mLを正確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に50mLとする。更にこの液5mLを正確に量り、酒石酸溶液(1→100)を加えて正確に50mL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〈2.24〉により試験を行い、波長273nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の無水カフェインの90分間の溶出率が、75%以上のときは適合とする。

無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{SC} \times (A_T / A_S) \times (1 / C_C) \times 360$$

$W_{SC}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

$C_C$  : 1錠中の無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )の表示量(mg)

エルゴタミン酒石酸塩標準品 エルゴタミン酒石酸塩(日局).

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局).

## ベタネコール塩化物 50mg/g 散

**溶出性〈6.10〉** 本品約 1g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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。別にベタネコール塩化物標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のベタネコールのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

ベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 180$$

$W_S$  : ベタネコール塩化物標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C$  : 本品 1g 中のベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 190nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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 : 30°C 付近の一定温度

移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液 (1 $\rightarrow$ 383) / アセトニトリル / リン酸 混液 (980 : 20 : 1)

流量 : ベタネコールの保持時間が約 8 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ベタネコールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ベタネコールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

**ベタネコール塩化物標準品** ベタネコール塩化物 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ベタネコール塩化物( $C_7H_{17}ClN_2O_2$ )99.0% 以上を含むもの。

## エメダスチンフマル酸塩徐放性カプセル 1mg

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、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 をとり、直ちに同量の試験液を補う。採取した溶出液を孔径 0.5  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、溶出試験法第 1 液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にエメダスチンフマル酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、溶出試験法第 1 液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のエメダスチンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 15~45%、90 分間の溶出率が 35~65%、6 時間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるエメダスチンフマル酸塩 ( $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times (18/5)$$

$W_S$ : エメダスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー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: リン酸二水素ナトリウム 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.4 に調整する。この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量: エメダスチンの保持時間が約 5 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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、エメダスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エメダスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

エメダスチンフマル酸塩標準品  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ : 534.56 次の規格に適合するもの。

必要ならば下記の方法で精製する。

本品を乾燥したものは定量するとき、エメダスチンフマル酸塩 ( $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) 99.5% 以上を含むもの。

精製方法 本品をエタノール (99.5) で再結晶する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3440\text{ cm}^{-1}$ 、 $1613\text{ cm}^{-1}$ 、 $1121\text{ cm}^{-1}$  及び  $983\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 類縁物質 本品 5 mg を移動相 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉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、試料溶液のエメダスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のエメダスチンのピーク面積の 1/5 より大きくない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ～ 30 cm のステンレス管に 5 ～ 10  $\mu\text{m}$  のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40°C付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.4 に調整し、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターを用いてろ過する。このろ液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量：エメダスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：フマル酸のピークの後からエメダスチンの保持時間の約 2 倍の範囲。

#### システム適合性

検出感度：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  から得たエメダスチンのピークの高さが、記録紙のフルスケールの約 10% になるように調整する。

カラムの選定：本品約 20 mg をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液（1→30000）4 mL を加え、カラム選定溶液とする。この液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作すると、エメダスチン、4-メチルベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

システムの性能：カラム選定溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、エメダスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2400 段以上、0.6 ～ 1.8 である。

システムの再現性：カラム選定溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、4-メチルベンゾフェノンのピーク面積に対するエメダスチンのピーク面積比の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量〈2.41〉 0.5% 以下（0.5g、105°C、3時間）

定量法 本品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸（100）50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.73 mg  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

4-メチルベンゾフェノン  $C_{14}H_{12}O$  : 196.24 白色の結晶である.



## エメダスチンフマル酸塩徐放性カプセル 2mg

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、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 をとり、直ちに同量の液を補う。採取した溶出液を孔径 0.5  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、溶出試験法第 1 液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にエメダスチンフマル酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、溶出試験法第 1 液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のエメダ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 10~40%、90 分間の溶出率が 35~65%、6 時間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時におけるエメダスチンフマル酸塩 ( $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times (18/5)$$

$W_S$ : エメダスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー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: リン酸二水素ナトリウム 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.4 に調整する。この液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量: エメダスチンの保持時間が約 5 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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、エメダスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 100  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エメダスチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

エメダスチンフマル酸塩標準品  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ : 534.56 次の規格に適合するもの。

必要ならば下記の方法で精製する。

本品を乾燥したものは定量するとき、エメダスチンフマル酸塩 ( $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$ ) 99.5% 以上を含むもの。

精製方法 本品をエタノール (99.5) で再結晶する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数  $3440\text{ cm}^{-1}$ 、 $1613\text{ cm}^{-1}$ 、 $1121\text{ cm}^{-1}$  及び  $983\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 類縁物質 本品 5 mg を移動相 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、試料溶液のエメダスチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のエメダスチンのピーク面積の 1/5 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10  $\mu\text{m}$  のオクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 2.4 に調整し、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  のメンブランフィルターを用いてろ過する。このろ液 500 mL にアセトニトリル 500 mL を加える。

流量：エメダスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：フマル酸のピークの後からエメダスチンの保持時間の約 2 倍の範囲。

システム適合性

検出感度：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  から得たエメダスチンのピークの高さが、記録紙のフルスケールの約 10% になるように調整する。

カラムの選定：本品約 20 mg をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液 (1→30000) 4 mL を加え、カラム選定溶液とする。この液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作すると、エメダスチン、4-メチルベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

システムの性能：カラム選定溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、エメダスチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2400 段以上、0.6 ~ 1.8 である。

システムの再現性：カラム選定溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、4-メチルベンゾフェノンのピーク面積に対するエメダスチンのピーク面積比の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (0.5g, 105°C, 3時間)

定量法 本品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.73 mg  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

4-メチルベンゾフェノン  $C_{14}H_{12}O$  : 196.24 白色の結晶である.

プロパンテリン臭化物 15mg/g ・銅クロロフィリンナトリウム 30mg/g ・ケイ酸マグネシウム 831.2mg/g 散

溶出性 (6.10) 本品約 1g を精密に量り、試験液に溶出試験法第 1 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ 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、プロパンテリン臭化物標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験法第 1 液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のプロパンテリン臭化物のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

プロパンテリン臭化物 ( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 90$$

$W_S$ : プロパンテリン臭化物標準品の量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のプロパンテリン臭化物 ( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ ) の表示量 (mg)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 280nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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填する。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム 17.3g に 0.5vol% リン酸溶液を加え 1L とした液に、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、pH を 3.5 に調整する。この液 400mL にアセトニトリル 600mL を加える。

流量: プロパンテリン臭化物の保持時間が約 8 分と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 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、プロパンテリン臭化物のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロパンテリン臭化物のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

プロパンテリン臭化物標準品 「プロパンテリン臭化物」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロパンテリン臭化物 ( $C_{23}H_{30}BrNO_3$ ) 99.0% 以上を含むもの。

トリフロペラジンマレイン酸塩 15.7mg/g 散

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品約 0.25g を精密に量り、試験液に溶出試験第 2 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) を 105°C で 3 時間乾燥し、約 44mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、溶出試験第 2 液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、溶出試験第 2 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 256nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

トリフロペラジンマレイン酸塩 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 9$

$W_S$ : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のトリフロペラジンマレイン酸塩 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) の表示量 (mg)

トリフロペラジンマレイン酸塩準品 日本薬局方外医薬品規格「トリフロペラジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリフロペラジンマレイン酸塩 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) 99.0% 以上を含むもの。

トリフロペラジンマレイン酸塩 3.90mg 錠

溶出性〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、約 44mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 256nm における吸光度  $A_T$  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。

トリフロペラジンマレイン酸塩 ( $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 9$

$W_S$ : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$C$ : 1 錠中のトリフロペラジンマレイン酸塩 ( $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量 (mg)

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「トリフロペラジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリフロペラジンマレイン酸塩 ( $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## トリフロペラジンマレイン酸塩 7.80mg 錠

溶出性〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、約 44mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL 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〈2.24〉により試験を行い、波長 256nm における吸光度  $A_T$  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。

$$\begin{aligned} & \text{トリフロペラジンマレイン酸塩 (C}_{21}\text{H}_{24}\text{F}_3\text{N}_3\text{S} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 18 \end{aligned}$$

$W_S$ : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$C$ : 1 錠中のトリフロペラジンマレイン酸塩 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) の表示量 (mg)

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「トリフロペラジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリフロペラジンマレイン酸塩 (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>S · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) 99.0% 以上を含むもの。

## フルフェナジンマレイン酸塩 3.06mg/g 散

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品約 0.25g を精密に量り、試験液に水 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C、減圧で 2 時間乾燥し、その約 43mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 500mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $(W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/5)$

$W_S$ : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のフルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし、1000mL とする。この液 400mL をとり、アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量: フルフェナジンの保持時間が約 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「フルフェナジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 99.0% 以上を含むもの。



## フルフェナジンマレイン酸塩 0.383mg錠

**溶出性 (6.10)** 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験 15 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60°C、減圧で 2 時間乾燥し、その約 21mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 500mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/5)$

$W_S$ : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$C$ : 1錠中のフルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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: 25°C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし、1000mL とする。この液 400mL をとり、アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量: フルフェナジンの保持時間が約 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

**フルフェナジンマレイン酸塩標準品** 日本薬局方外医薬品規格「フルフェナジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## フルフェナジンマレイン酸塩 0.765mg 錠

溶出性〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験 15 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C、減圧で 2 時間乾燥し、その約 43 mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 500mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、移動相 3mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/5)$

$W_S$ : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$C$ : 1錠中のフルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 13.61g を水に溶かし、1000mL とする。この液 400mL をとり、アセトニトリル 400mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量: フルフェナジンの保持時間が約 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 50 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「フルフェナジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## フルフェナジンマレイン酸塩 1.53mg 錠

**溶出性〈6.10〉** 本操作は光を避けて行う。本品1個をとり、試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験15分後に溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ 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3mLを正確に量り、移動相3mLを正確に加えて試料溶液とする。別にフルフェナジンマレイン酸塩標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ C、減圧で2時間乾燥し、その約86mgを精密に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に500mLとする。この液2mLを正確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に200mLとする。更にこの液3mLを正確に量り、移動相3mLを正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のフルフェナジンのピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品の15分間の溶出率が75%以上のときは適合とする。

フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/5)$$

$W_S$ : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

$C$ : 1錠中のフルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258nm)

カラム: 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 $\mu$ 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: 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム13.61gを水に溶かし、1000mLとする。この液400mLをとり、アセトニトリル400mL及び過塩素酸1mLを加える。

流量: フルフェナジンの保持時間が約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50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルフェナジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 日本薬局方外医薬品規格「フルフェナジンマレイン酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナジンマレイン酸塩 ( $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ヒドロキシジンパモ酸塩 42.6mg 錠

溶出性 (6.10) 本品1個 (ヒドロキシジン塩酸塩 25mg に相当) をとり、試験液に溶出試験第1液 900mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 120 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 $\mu$ 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。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 28mg を精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のヒドロキシジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 120 分後の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ヒドロキシジン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 90$$

$W_S$ : ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のヒドロキシジン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 232nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフィー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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸 3mL 及び水酸化ナトリウム試液 33mL を水 900mL に加え、薄めたリン酸 (1 $\rightarrow$ 10) を加えて pH2.4 に調整し、更に水を加えて 1000mL とする。この液 350mL にメタノール 650mL を加える。

流量: ヒドロキシジンの保持時間が約 4 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロキシジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒドロキシジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

ヒドロキシジン塩酸塩標準品 ヒドロキシジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ヒドロキシジンパモ酸塩 42.6mg/g ドライシロップ

**溶出性 (6.10)** 本品約 1.0 g (ヒドロキシジン塩酸塩約 25mg に相当) を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にヒドロキシジン塩酸塩標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、溶出試験第 1 液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のヒドロキシジンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 90$$

$W_S$ : ヒドロキシジン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

$W_T$ : 本品の秤取量 (g)

$C$ : 1g 中のヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 232 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフィー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: リン酸 3 mL 及び水酸化ナトリウム試液 33 mL を水 900 mL に加え、薄めたリン酸 (1→10) で pH を 2.4 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液 350 mL にメタノール 650 mL を加える。

流量: ヒドロキシジンの保持時間が約 4 分と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 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロキシジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒドロキシジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

**ヒドロキシジン塩酸塩標準品** ヒドロキシジン塩酸塩 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒドロキシジン塩酸塩 ( $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ : 447.83) 99.0 % 以上を含むもの。

## ペモリン 10mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に溶出試験第 2 液 900 mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) 5 mL を正確に加え、更に試験液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に、ペモリン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、エタノール (99.5) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。更に、エタノール (99.5) 5 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、空試験溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 215 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

ペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45$$

$W_S$  : ペモリン標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1 錠中のペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) の表示量 (mg)

ペモリン標準品 日本薬局方外医薬品規格「ペモリン」。ただし、乾燥したものを定量したとき、ペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) 99.0% 以上を含むもの。

## ペモリン 25 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始45分後、溶出液20 mL以上をとり、孔径0.45  $\mu$  m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、エタノール(99.5)5 mLを正確に加え、更に試験液を加えて正確に20 mLとし、試料溶液とする。別に、ペモリン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約22 mgを精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。更に、エタノール(99.5)5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20 mLとし、空試験溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長215 nm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85%以上のときは適合とする。

ペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (225 / 2)$$

$W_S$  : ペモリン標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) の表示量 (mg)

ペモリン標準品 日本薬局方外医薬品規格「ペモリン」。ただし、乾燥したものを定量したとき、ペモリン ( $C_9H_8N_2O_2$ ) 99.0%以上を含むもの。

## ペモリン 50 mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液 900 mLを用い、パドル法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始60分後、溶出液 20 mL以上をとり、孔径  $0.45\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mLを除き、次のろ液 1 mLを正確に量り、エタノール (99.5) 5 mLを正確に加え、更に試験液を加えて正確に 20 mLとし、試料溶液とする。別に、ペモリン標準品を  $105^{\circ}\text{C}$ で3時間乾燥し、その約 22 mgを精密に量り、エタノール (99.5)に溶かし、正確に 100 mLとする。この液 5 mLを正確に量り、エタノール (99.5)を加えて正確に 100 mLとする。この液 5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mLとし、標準溶液とする。更に、エタノール (99.5) 5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mLとし、空試験溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 215 nmにおける吸光度  $A_T$ 及び  $A_S$ を測定する。

本品の60分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

ペモリン ( $\text{C}_9\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 225$$

$W_s$  : ペモリン標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペモリン ( $\text{C}_9\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ) の表示量 (mg)

ペモリン標準品 日本薬局方外医薬品規格「ペモリン」。ただし、乾燥したものを定量したとき、ペモリン ( $\text{C}_9\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2$ ) 99.0%以上を含むもの。