

エルゴタミン酒石酸塩 1mg・無水カフェイン 100mg 錠
Ergotamine Tartrate 1mg and Anhydrous Caffeine 100mg
Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(別途 0.1 g につき、60°C で 4 時間減圧乾燥し、その減量〈2.41〉を測定しておく)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 における蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定する。

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(%)
 $= W_S \times \{(F_T - F_B) / (F_S - F_B)\} \times (1/C) \times (9/2)$

W_S : 乾燥物に換算したエルゴタミン酒石酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 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、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 273nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

無水カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
 $= W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times 360$

W_s : 無水カフェイン標準品の秤取量(mg)

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

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
エルゴタミン酒石酸塩	1mg	90分	75%以上
無水カフェイン	100mg		80%以上

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). ただし, 乾燥したものを定量するとき, エルゴタミン酒石酸塩($(C_{33}H_{35}N_5O_5)_2 \cdot C_4H_6O_6$)99.0%以上を含むもの.

無水カフェイン標準品 無水カフェイン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, カフェイン($C_8H_{10}N_4O_2$)99.0%以上を含むもの.

ベタネコール塩化物散 Bethanechol Chloride Powder

溶出性 (6.10) 本品の表示量に従いベタネコール塩化物($C_7H_{17}ClN_2O_2$) 約 50mg に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 μ 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 : 1 g 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 μ 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→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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg/g	15分	70%以上

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カプセル
Emedastine Difumarate Extended-release Capsules

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.5\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にエメダスチンフマル酸塩 ($\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 約 $0.56\mu\text{g}$ を含む液となるように溶出試験液第 1 液を加えて $V'\text{mL}$ 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 25mg を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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 10mL 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、それぞれの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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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 (%) ($n = 1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times (9/5)$$

W_s : エメダスチンフマル酸塩標準品の秤取量 (mg)

C : 1 カプセル中の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 (mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	60 分	15~45%
	90 分	35~65%
	6 時間	75%以上
2mg	30 分	10~40%
	90 分	35~65%
	6 時間	75%以上

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 μ 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：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.9 g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5g を水 1000mL に溶かし, リン酸を加えて pH 2.4 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL 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 μ 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 μ 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 $C_{17}H_{26}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$: 534.56
1-(2-ethoxyethyl)-2-(hexahydro-4-methyl-1H-1,
4-diazepin-1-yl)benzimidazole difumarate で, 下記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。

精製方法 本品をエタノール(95)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 cm^{-1} , 1613 cm^{-1} , 1121 cm^{-1} 及び 983 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

類縁物質 本品 5mg を移動相 5mL に溶かし, 試料溶液とする。この 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。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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：280nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μ 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：リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.9g 及びラウリル硫酸ナトリウム 2.5g を水 1000mL に溶かし，リン酸を加えて pH2.4 に調整する。この液 500mL にアセトニトリル 500mL 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

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 5mL とする。この液 10 μ L から得たエメダスチンのピーク面積が，標準溶液のエメダスチンの面積の 15~25% になることを確認する。

システム性能：本品約 20mg をとり，0.1mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，100mL とする。この液 2mL をとり 4-メチルベンゾフェノンの移動相溶液(1 \rightarrow 30000)4mL を加える。この液 10 μ 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 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 3 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 5.0% 以下である。

乾燥減量 <2.41> 0.5% 以下(0.5g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)

含量 99.5%以上 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，酢酸(100) 50mL に溶かし，0.1mol/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。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 26.73 mgC₁₇H₂₆N₄O \cdot 2C₄H₄O₄

4-メチルベンゾフェノン C₁₄H₁₂O 白色の結晶である。

融点 <2.60> 54~58 $^{\circ}$ C

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
Propantheline Bromide 15mg/g, Sodium Copper Chlorophylli
n 30mg/g and Magnesium Silicate 831.2mg/g Powder

溶出性〈6.10〉 本品約 1g を精密に量り、試験液に溶出試験第 1 液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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、プロパンテリン臭化物標準品を 105 $^{\circ}$ 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 μ 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のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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秤取量(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 μ 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 : ラウリル硫酸ナトリウム 17.3g に薄めたリン酸(1 \rightarrow 200)を加え 1000mL とした液に、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、pH3.5 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロパンテリ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 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, プロパンテリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15mg/g	60 分	75%以上

プロパンテリン臭化物標準品 プロパンテリン臭化物(日局). 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散 Trifluoperazine Maleate Powder

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約 4mg に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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。別にトリフロペラジンマレイン酸塩標準品($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)を 105°C で 3 時間乾燥し、約 22mg 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 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 18$$

W_S : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(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($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
15.7mg/g	15 分	70%以上

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 「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錠 Trifluoperazine Maleate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトリフロペラジンマレイン酸塩($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$)約 4.3 μ g を含む液となるように 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 V' mL 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 22mg 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 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、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、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。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 18$$

W_S : トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の秤取量(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)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3.90mg	30 分	80%以上
7.80mg	30 分	80%以上

トリフロペラジンマレイン酸塩標準品 「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。

フルフェナジンマレイン酸塩散 Fluphenazine Maleate Powder

溶出性 (6.10) 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いフルフェナジンマレイン酸塩($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$)約 0.765mg に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 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 で 2 時間減圧乾燥し、その約 17mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL 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 μ 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$$

W_S : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の秤取量(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 μ 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 : 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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
3.06mg/g	15 分	70%以上

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 「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錠 Fluphenazine Maleate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL にフルフェナジンマレイン酸塩 ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) 約 0.42 μ g を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/移動相混液(1:1)を加えて正確に V' mL 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 で 2 時間減圧乾燥し、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 μ 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (9/5)$$

W_S : フルフェナジンマレイン酸塩標準品の秤取量(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 μ 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 : 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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
0.3825mg	15 分	75%以上
0.765mg	15 分	70%以上
1.53mg	15 分	75%以上

フルフェナジンマレイン酸塩標準品 「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ドライシロップ Hydroxyzine Pamoate Dry Syrup

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いヒドロキシジン塩酸塩($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)約 25mg に対応する量を精密に量り、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。規定時間後、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 2mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 20mL 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

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($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
25mg/g	15 分	80%以上

*ヒドロキシジン塩酸塩として

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 4.6mm、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→10)で pH を 2.4 に調整した後、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 μ 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 μ 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($C_{21}H_{27}ClN_2O_2 \cdot 2HCl$)99.0%以上を含むもの。

ペモリン錠 Pemoline Tablets

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液に溶出試験第 2 液 900mL を用い，パドル法により，毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 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 V mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にペモリン($C_9H_8N_2O_2$)約 11 μ g を含む液となるように溶出試験第 2 液を加えて正確に V mL とする。この液 5mL を正確に量り，エタノール(99.5)5mL を正確に加え，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とし，試料溶液とする。別に，ペモリン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し，その約 22mg を精密に量り，エタノール(99.5)に溶かし，正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，エタノール(99.5)5mL を正確に量り，溶出試験第 2 液を加えて正確に 20mL とした溶液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉より試験を行い，波長 215nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ペモリン($C_9H_8N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

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)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15 分	85%以上
25mg	45 分	85%以上
50mg	60 分	85%以上

ペモリン標準品 「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。