

## 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 及びブドウ糖硫酸ナトリウム 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てんする。

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℃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<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>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<sub>S</sub> / W<sub>T</sub>) × (A<sub>T</sub> / A<sub>S</sub>) × (1 / C) × 9

W<sub>S</sub>: トリフロペラジンマレイン酸塩標準品の量 (mg)

W<sub>T</sub>: 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 $^{\circ}$ 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。

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

$W_S$ : 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。

## 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°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°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 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ 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 0.765mg 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。

$$\begin{aligned} & \text{フルフェナジンマレイン酸塩 (C}_{22}\text{H}_{26}\text{F}_3\text{N}_3\text{OS} \cdot 2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1/C) \times (9/5) \end{aligned}$$

$W_S$ : 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<sub>22</sub>H<sub>26</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>OS · 2C<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>) 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<sub>22</sub>H<sub>26</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>OS · 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 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 $\rightarrow$ 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 μm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℃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。

$$\begin{aligned} & \text{ペモリン (C}_9\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 45 \end{aligned}$$

$W_S$  : ペモリン標準品の秤取量 (mg)

$C$  : 1錠中のペモリン (C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 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<sub>9</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) 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  $\mu$  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°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 ( $C_9H_8N_2O_2$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : 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。



## フロプロピオン 40mg カプセル

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（ただし、シンカーを用いる）により毎分 100 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 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液 1mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 4mL を正確に加えて、試料溶液とする。別にフロプロピオン標準品（あらかじめ水分〈2.48〉を測定しておく）約 22mg を精密に量り、メタノールに溶かし正確に 50mL とする。この液 2mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長 284nm 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。

フロプロピオン( $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$  : 脱水物に換算したフロプロピオン標準品の秤取量(mg)

$C$  : 1 カプセル中のフロプロピオン( $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$ )の表示量(mg)

フロプロピオン標準品 定量用フロプロピオン (日局)。

クロルフェニラミンマレイン酸塩 3 mg/g・サリチルアミド 270 mg/g・アセトアミノフェン 150 mg/g・無水カフェイン 30 mg/g 散

溶出性〈6.10〉 本品 1 g を精密に量り、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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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(1)とする。試料溶液(1)の 15 容量を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 容量を正確に加えたものを試料溶液(2)とする。

本品の 15 分間の溶出率が以下を満たすときは適合とする。

クロルフェニラミンマレイン酸塩

別に、クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 16.7 mg を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 100 mL とする。この液 15 容量を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 容量を正確に加えたものを標準溶液とする。試料溶液(2)及び標準溶液 50 μL 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、それぞれの液のクロルフェニラミンのピーク面積  $A_T$  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。

クロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量に対する溶出率(%)

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

$W_S$ : クロルフェニラミ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 中のクロルフェニラミンマレイン酸塩( $C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$ )の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 225nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸 (1→1000) 溶液 (1→500) / アセトニトリル混液 (7:3)

流量: クロルフェニラミンの保持時間が、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 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェニラミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

サリチルアミド・アセトアミノフェン・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 16.7 mg を精密に量り、試

験液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。また、デシケーター（シリカゲル）中で 4 時間減圧乾燥したサリチルアミド標準品約 30 mg 及び 105°C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 16.7 mg を精密に量り、試験液約 50 mL に溶かした後、標準原液 20 mL を正確に加え、更に試験液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)及び標準溶液 10 μL 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、それぞれの液のサリチルアミド、アセトアミノフェン及び無水カフェインのピーク面積  $A_{Ta}$ 、 $A_{Tb}$  及び  $A_{Tc}$  並びに  $A_{Sa}$ 、 $A_{Sb}$  及び  $A_{Sc}$  を測定する。

本品の 15 分間の溶出率がそれぞれ 80% 以上、80% 以上及び 85% 以上のときは適合とする。

サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 900$$

アセトアミノフェン( $C_8H_9NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= (W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 900$$

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

$$= (W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 180$$

$W_{Sa}$  : サリチルアミド標準品の秤取量 (mg)

$W_{Sb}$  : アセトアミノフェン標準品の秤取量 (mg)

$W_{Sc}$  : 無水カフェイン標準品の秤取量 (mg)

$W_T$  : 本品の秤取量 (g)

$C_a$  : 1g 中のサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量 (mg)

$C_b$  : 1g 中のアセトアミノフェン( $C_8H_9NO_2$ )の表示量 (mg)

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

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270nm)

カラム：内径 3.9mm、長さ 15cm のステンレス管に 10 μm 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：水/メタノール/酢酸(100)混液(88 : 11 : 1)

流量：無水カフェインの保持時間が、約 13 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及び無水カフェインの順に溶出し、それぞれのピークは完全に分離する。また、それぞれのピークの理論段数及びシンメトリー係数がそれぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アセトアミノフェン、サリチルアミド及び無水カフェインのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 クロルフェニラミンマレイン酸塩標準品 (日局).

サリチルアミド標準品 日本薬局方外医薬品「サリチルアミド」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )99.0%以上含むもの.

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン標準品 (日局).

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, 無水カフェイン( $C_8H_{10}N_4O_2$ )99.0%以上含むもの.