

プラゾシン塩酸塩錠 Prazosin Hydrochloride 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 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 中にプラゾシン($C_{19}H_{21}N_5O_4$)約 0.56 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 $^{\circ}$ 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。更にこの液 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 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、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積 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(%)

$$= W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times (27/10) \times 0.913$$

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 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 : 35 $^{\circ}$ 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)を加え、pH3.0 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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
0.5mg	60分	85%以上
1mg	60分	80%以上

*プラゾシンとして

プラゾシン塩酸塩標準品 「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($C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

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

Chlorpheniramine Maleate 3 mg/g, Salicylamide 270 mg/g, Acetaminophen 150 mg/g and Anhydrous Caffeine 30 mg/g Powders

溶出性 (6.10) 本品 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．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 25mL 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(1)とする．試料溶液(1)15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，試料溶液(2)とする．

本品が溶出規格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 $^{\circ}$ C で 3 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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．この液 15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(2)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．

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 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：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 μ L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 μ L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 $^{\circ}$ 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 とし、標準原液とする。また、シリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 30mg 及び 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を精密に量り、水約 50mL に溶かした後、標準原液 20mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液(1)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、それぞれの液のサリチルアミド、アセトアミノフェン及び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。

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(C₈H₁₀N₄O₂)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10μm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℃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：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 10μL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カフェインの順に溶出し，アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ3以上である。

システムの再現性：標準溶液 10μL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。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	3mg/g	15分	75%以上
サリチルアミド	270mg/g		80%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		80%以上
無水カフェイン	30mg/g		85%以上

サリチルアミド標準品 「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(C₇H₇NO₂)99.0%以上含むもの。

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(C₈H₁₀N₄O₂)99.0%以上含むもの。

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
顆粒

**Chlorpheniramine Maleate 3 mg/g, Salicylamide 270 mg/g,
Acetaminophen 150 mg/g and Anhydrous Caffeine 30 mg/g
Granules**

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．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 30mL を正確にとり，直ちに $37\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温した水 30mL を正確に注意して補う．溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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，次のろ液を試料溶液とする．溶出試験開始 15 分後及び 45 分後に採取した溶出液から得た試料溶液をそれぞれ試料溶液(1)及び試料溶液(2)とする．試料溶液(1)15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，試料溶液(3)とする．

本品が溶出規格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 17mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．この液 15mL を正確に量り，1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(3)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．

クロルフェニラミンマレイン酸塩($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\cdot\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)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($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClN}_2\cdot\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$)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 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：1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸(1 \rightarrow 1000)溶液(1 \rightarrow 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 μ L 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 μ L 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 $^{\circ}$ 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 とし，標準原液とする。また，シリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約 30mg 及び 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を精密に量り，水約 50mL に溶かした後，標準原液 20mL を正確に加え，更に水を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする。試料溶液(1)，試料溶液(2)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，それぞれの液のサリチルアミドのピーク面積 $A_{Ta(1)}$ ， $A_{Ta(2)}$ ，及び A_{Sa} ，アセトアミノフェンのピーク面積 $A_{Tb(1)}$ ， $A_{Tb(2)}$ 及び A_{Sb} ，並びにカフェインのピーク面積 $A_{Tc(1)}$ ， $A_{Tc(2)}$ 及び A_{Sc} を測定する。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sa}/W_T) \times \{(A_{Ta(1)}/A_{Sa}) \times (1/30) + (A_{Ta(2)}/A_{Sa})\} \times (1/C_a) \times 900$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sb}/W_T) \times \{(A_{Tb(1)}/A_{Sb}) \times (1/30) + (A_{Tb(2)}/A_{Sb})\} \times (1/C_b) \times 900$$

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

$$=(W_{Sc}/W_T) \times \{(A_{Tc(1)}/A_{Sc}) \times (1/30) + (A_{Tc(2)}/A_{Sc})\} \times (1/C_c) \times 180$$

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 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 : 水/メタノール/酢酸(100)混液(88 : 11 : 1)

流量 : 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 μ L 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カフェインの順に溶出し, アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ 3 以上である. 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 μ L 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カフェインのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5%以下である.

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	3mg/g	15 分	80%以上
サリチルアミド	270mg/g	45 分	80%以上
アセトアミノフェン	150mg/g		80%以上
無水カフェイン	30mg/g		85%以上

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(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, クロルフェニラミンマレイン酸塩($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)99.0%以上を含むもの.

サリチルアミド標準品 「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%以上を含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)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。

クロルフェニラミンマレイン酸塩 0.5 mg/g・サリチルアミド 45 mg/g・アセトアミノフェン 25 mg/g・無水カフェイン 5 mg/g 顆粒
Chlorpheniramine Maleate 0.5 mg/g, Salicylamide 45 mg/g, Acetaminophen 25 mg/g and Anhydrous Caffeine 5 mg/g Granules

溶出性 (6.10) 本品約 2g 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。ただし、試料は試験液に分散するように投入する。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 30mL を正確にとり、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(1)とする。試料溶液(1)15mL を正確に量り、1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え、試料溶液(2)とする。

本品が溶出規格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 $^{\circ}$ C で 3 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 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 300mL とする。この液 15mL を正確に量り、1mol/L 塩酸試液 1mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液(2)及び標準溶液 150 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。

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(%)

$$= (W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 6$$

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 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: 1-オクタンスルホン酸ナトリウムの薄めたリン酸(1 \rightarrow 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 150 μ L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 150 μ L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 $^{\circ}$ 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 とし, 標準原液とする。また,
シリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥したサリチルアミド標準品約
30mg 及び 105 $^{\circ}$ Cで 2 時間乾燥したアセトアミノフェン標準品約 17mg を
精密に量り, 水約 50mL に溶かした後, 標準原液 20mL を正確に加え,
更に水を加えて正確に 300mL とし, 標準溶液とする。試料溶液(1)及び
標準溶液 30 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, それぞれの液のサリチルアミドのピーク面
積 A_{Ta} 及び A_{Sa} , アセトアミノフェンのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} , 並びに
カフェインのピーク面積 A_{Tc} 及び A_{Sc} を測定する。

サリチルアミド($C_7H_7NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sa}/W_T) \times (A_{Ta}/A_{Sa}) \times (1/C_a) \times 300$$

アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_{Sb}/W_T) \times (A_{Tb}/A_{Sb}) \times (1/C_b) \times 300$$

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

$$=(W_{Sc}/W_T) \times (A_{Tc}/A_{Sc}) \times (1/C_c) \times 60$$

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(C₈H₁₀N₄O₂)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 15 cm のステンレス管に 10μm 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℃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：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 30μL 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カフェインの順に溶出し，アセトアミノフェンとサリチルアミド及びサリチルアミドとカフェインの分離度はそれぞれ 3 以上である。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 30 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カフェインのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.5%以下である。

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クロルフェニラミンマレイン酸塩	0.5mg/g	15 分	85%以上
サリチルアミド	45mg/g		80%以上
アセトアミノフェン	25mg/g		80%以上
無水カフェイン	5mg/g		85%以上

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(日局)。ただし，乾燥したものを定量するとき，クロルフェニラミンマレイン酸塩(C₁₆H₁₉ClN₂·C₄H₄O₄)99.0%以上を含むもの。

サリチルアミド標準品 「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(C₇H₇NO₂)99.0%以上を含むもの。

アセトアミノフェン標準品 アセトアミノフェン(日局)。ただし，乾燥し

たものを定量するとき、アセトアミノフェン($C_8H_9NO_2$)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。

ロメリジン塩酸塩錠 Lomerizine Hydrochloride 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 0.45 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 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)約 5.6 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 V mL とし、試料溶液とする。別にロメリジン塩酸塩標準品を室温で 3 時間減圧乾燥し、その約 28mg 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 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、それぞれの液のロメリジンのピーク面積 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。

ロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)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 : ロメリジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のロメリジン塩酸塩($C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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 : 50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 250mL にメタノール 750mL を加える。

流量 : ロメリジンの保持時間が約 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロメリ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 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、ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5 mg	15 分	80%以上

ロメリジン塩酸塩標準品 $C_{27}H_{30}F_2N_2O_3 \cdot 2HCl$: 541.46 1-[Bis(4-fluorophenyl)methyl]-4-(2,3,4-trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride で、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験

- (1)本品のメタノール溶液(1→4000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、263～267nm 及び 270～274nm に吸収の極大を示す。
- (2)本品を乾燥し、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 2320cm^{-1} 及び 1512cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1)類縁物質 本品 0.50g を移動相 50mL に溶かし、試料溶液とする。この液 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、試料溶液のロメリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメリジンのピーク面積の 7/10 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：265nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 25cm 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：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 5g を水 1000mL に溶かし、リン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 250mL にメタノール 750mL を加える。

流量：ロメリジンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメリジンの保持時間の約 2

倍の範囲.

システム適合性

検出の確認：標準溶液 7mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10mL とする．この液 10 μ L から得たロメリジンのピーク面積が，標準溶液のロメリジンの面積の 65～75%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ロメリ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，0.4～1.2 である．

システムの再現性：試料溶液 10 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ロメリジンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である．

(2)アセトニトリル 本品 0.1g を精密に量り，内標準溶液 1mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別にアセトニトリル 6mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100mL とする．この液 1mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100mL とする．この液 1mL を正確に量り，内標準溶液を加えて正確に 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 0.5 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める(50ppm 以下)．

アセトニトリルの量(ppm) = $W_T \times (Q_T/Q_S) \times (0.782 \times 6)$

W_T ：試料の秤取量(g)

0.782：アセトニトリルの密度(g/mL)

内標準溶液 ドデカンの *N, N*-ジメチルホルムアミド溶液(1→100000)．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.75mm，長さ 60m のガラス管の内面にガスクロマトグラフィー用エチレングリコールポリマーを膜厚 1.0 μ m で被覆する．

カラム温度：100 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

注入部温度：140 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

検出器温度：220 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：アセトニトリルの保持時間が約 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 3 μ Lにつき，上記の条件で操作するとき，アセトニトリル，内標準物質の順に流出し，その分離度は 8.5 以上である．

システムの再現性：標準溶液 3 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するアセトニトリルのピーク面積の比の相対標準偏差は 10.0%以下である．

乾燥減量 <2.4I> 1.0% 以下(1g，減圧，室温，3 時間)．

含量 99.5%以上．定量法 本品を乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，無水酢酸 100mL を加えて溶かし，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．

0.1 mol/L 過塩素酸 1mL = 27.07mg C₂₇H₃₀F₂N₂O₃·2HCl

試薬・試液

ドデカン CH₃(CH₂)₁₀CH₃ 無色澄明の液体である．

密度 <2.56> (20°C) 0.749g/mL

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩細粒
Promethazine Methylenedisalicylate Fine Granules

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いプロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$)約 13.5mg 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。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 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 液を加えて正確に 10mL とし、試料溶液とする。別にプロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 15mg 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 5mL を正確に量り、溶出試験第 1 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 1 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 249nm 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。

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) 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 : プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のプロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
135mg/g	90 分	70%以上

プロメタジンメチレンジサリチル酸塩標準品 「プロメタジンメチレンジサリチル酸塩」。ただし、乾燥したものを定量するとき、プロメタジンメチレンジサリチル酸塩 ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) 99.0%以上を含むもの。