

## ピブメシリナム塩酸塩錠

Pivmecillinam Hydrochloride Tablets

塩酸ピブメシリナム錠

本品は定量するとき、表示された力価の 93.0 ~ 107.0% に対応するメシリナム ( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$  : 325.43) を含む。

**製法** 本品は「ピブメシリナム塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

**確認試験** 本品を粉末とし、表示量に従い「ピブメシリナム塩酸塩」35 mg (力価) に対応する量を取り、アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 4 mL に溶かし、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 2 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品 25 mg をアセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 2 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2  $\mu\text{L}$  ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにアセトン/水/酢酸 (100) 混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として、約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

**水分** (2.48) 3.0% 以下 (本品を粉末としたもの 1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

**製剤均一性** (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 40 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 50 mL とする。「ピブメシリナム塩酸塩」約 10 mg (力価) に対応する容量  $V$  mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する。

メシリナム ( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ ) の量 [mg(力価)] =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (25/V)$

$W_s$ : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液 (1 → 12500)

**崩壊性** (6.09) 補助盤を使用して試験を行うとき、適合する。

**定量法** 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。「ピブメシリナム塩酸塩」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、移動相 50 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、孔径 0.45  $\mu\text{m}$  以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にピブメシリナム塩酸塩標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。以下「ピブメシリナム塩酸塩」の定量法を準用する。

メシリナム ( $C_{15}H_{23}N_3O_3S$ ) の量 [mg(力価)] =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times 5$

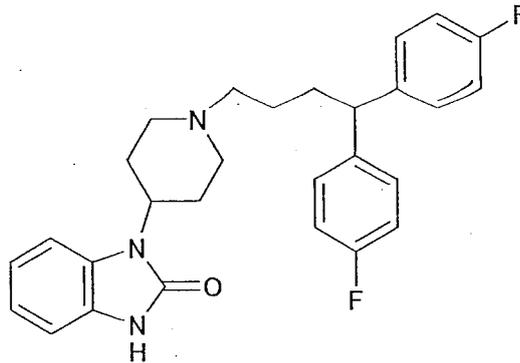
$W_s$ : ピブメシリナム塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 ジフェニルの移動相溶液 (1 → 12500)

**貯法** 容器 気密容器。

# ピモジド

Pimozide



$C_{28}H_{29}F_2N_3O$  : 461.55

1-{1-[4,4-Bis(4-fluorophenyl)butyl]piperidin-4-yl}-1,3-dihydro-2H-benzimidazol-2-one  
[2062-78-4]

本品は定量するとき、ピモジド ( $C_{28}H_{29}F_2N_3O$ ) 98.5 ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色～微黄白色の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

## 確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 25000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** (2.60) 216 ~ 220°C

## 純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える。ただし、硫酸は 5 mL を用いる (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のピモジド以外のピーク面積は、標準溶液のピモジドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のピモジド以外のピークの合計面積は、標準溶液のピモジドのピーク面積の 1.5 倍より大きくない。

## 試験条件

検出器：紫外可視吸光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 10 cm のステンレス管に 3  $\mu$ 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：25°C 付近の一定温度

移動相 A：酢酸アンモニウム 2.5 g 及び硫酸水素テトラブチルアンモニウム 8.5 g を水に溶かし、1000 mL とする。

移動相 B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ~ 10	80 → 70	20 → 30
10 ~ 15	70	30

流量：毎分 2.0 mL

面積測定範囲：ピモジドの保持時間の 1.5 倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とする．この液 10  $\mu$ L から得たピモジドのピーク面積が，標準溶液のピモジドのピーク面積の 8 ～ 12% になることを確認する．

システムの性能：本品 5 mg 及びメベンダゾール 2 mg をメタノールに溶かし，100 mL とする．この液 10  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，メベンダゾール，ピモジドの順に溶出し，その分離度は 5 以上である．

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，ピモジドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である．

(4) 残留溶媒 別に規定する．

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 105°C, 3 時間) ．

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g) ．

定量法 本品を乾燥し，その約 70 mg を精密に量り，非水滴定用酢酸 25 mL に溶かし，0.02 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴) ．同様の方法で空試験を行い，補正する．

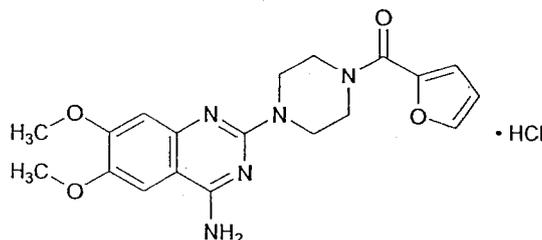
0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.231 mg  $C_{28}H_{29}F_2N_3O$

貯法 容器 密閉容器．

## プラゾシン塩酸塩

Prazosin Hydrochloride

塩酸プラゾシン



$C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$  : 419.86

1-(4-Amino-6,7-dimethoxy-quinazolin-2-yl)-4-(2-furoyl)piperazine monohydrochloride

[19237-84-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、プラゾシン塩酸塩 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ ) 97.0 ~ 103.0%を含む。

**性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に微黄白色になる。

融点：約 270°C (分解)。

### 確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液溶液 (1 → 200000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はプラゾシン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g に水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に酢酸 (100) を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応 (1.09) を呈する。

### 純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 20 mg を移動相 20 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 とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、試料溶液のプラゾシン以外のピーク面積は、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 2 倍より大きくない。また、試料溶液のプラゾシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 5 倍より大きくない。

### 試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する。

移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.484 g 及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド 18 mL を水 900 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて pH 5.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とした液に、メタノール 1000 mL を加える。

流量：プラゾシンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：プラゾシンの保持時間の約 6 倍の範囲

### システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たプラゾシンのピーク面積が、標準溶液のプラゾシンのピーク面積の 35 ~ 65% になることを確認する。

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 4000 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。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 1.0%以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.2%以下 (1 g)。

定量法 本品及びプラゾシン塩酸塩標準品を乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノール/水混液 (7 : 3) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。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、それぞれの液のプラゾシンのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

プラゾシン塩酸塩 ( $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (A_T / A_S)$

$W_S$  : プラゾシン塩酸塩標準品の秤取量 (mg)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフィー用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 : メタノール/水/酢酸 (100) / ジエチルアミン混液 (3500 : 1500 : 50 : 1)

流量 : プラゾシンの保持時間が約 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  $\mu$ 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 5000 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、プラゾシンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

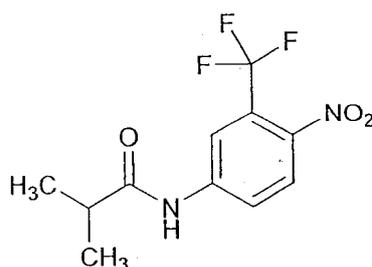
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

## フルタミド

Flutamide



$C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$  : 276.21

2-Methyl-N-[4-nitro-3-(trifluoromethyl)phenyl]propanamide

[13311-84-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルタミド ( $C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$ ) 98.5 ~ 101.5%を含む。

**性状** 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 50000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミド標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルタミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

**融点** (2.60) 109 ~ 113°C

### 純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 40 mg をメタノール 50 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10  $\mu$ L につき、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。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、フルタミド以外のピークの量は 0.3% 以下である。また、フルタミド以外のピークの合計量は 0.5% 以下である。

### 試験条件

カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からフルタミドの保持時間の約 2 倍の範囲

### システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 10  $\mu$ L から得たフルタミドのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のフルタミドのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルタミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

**乾燥減量** (2.41) 0.5% 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60°C, 3 時間)。

**強熱残分** (2.44) 0.1% 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

**定量法** 本品及びフルタミド標準品を乾燥し、その約 40 mg ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L につき、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、内標準物質のピーク高さに対するフルタミドのピーク高さの比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

フルタミド ( $C_{11}H_{11}F_3N_2O_3$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (Q_T / Q_S)$

$W_S$ : フルタミド標準品の秤取量 (mg)

内標準溶液 テストステロンのメタノール溶液 (9 → 10000)

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10  $\mu$ 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: 25°C 付近の一定温度

移動相: メタノール/0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (7:4)

流量: フルタミドの保持時間が約 12 分になるように調整する。

#### システム適合性

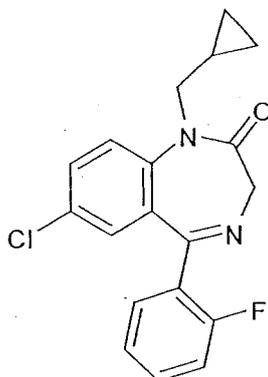
システムの性能: 標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルタミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 2.0 以上である。

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、内標準物質のピーク高さに対するフルタミドのピーク高さの比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

貯法 容器 気密容器。

## フルトプラゼパム

Flutoprazepam



$C_{19}H_{16}ClFN_2O$  : 342.79

7-Chloro-1-cyclopropylmethyl-5-(2-fluorophenyl)-1,3-dihydro-2H-1,4-benzodiazepin-2-one

[25967-29-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) 99.0% ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸エチルに溶けやすく、エタノール (99.5) 又は無水酢酸にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 200 mL に溶かした液につき、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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) (1.04) を行うとき、緑色を呈する。

**融点** (2.60) 118 ~ 122°C

### 純度試験

(1) 塩化物 (1.03) 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加え 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036%以下)。

(2) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を酢酸エチル 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (3 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットよりも濃くない。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

**乾燥減量** (2.41) 0.20%以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

**強熱残分** (2.44) 0.1%以下 (1 g, 白金るつぼ)。

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸 70 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 = 34.28 mg  $C_{19}H_{16}ClFN_2O$



## フルトプラゼパム錠

Flutoprazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93.0 ~ 107.0% に対応するフルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ : 342.79) を含む。

**製法** 本品は「フルトプラゼパム」をとり、錠剤の製法により製する。

**確認試験** 本品を粉末とし、表示量に従い「フルトプラゼパム」10 mg に対応する量を取り、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL をとり、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 100 mL とする。この液につき、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、波長 240 ~ 244 nm, 279~285 nm 及び 369 ~ 375 nm に吸収の極大を示す。

**製剤均一性 (6.02)** 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、移動相 60 mL を加えて 15 分間振り混ぜて崩壊させ、超音波処理により粒子を小さく分散させた後、1 mL 中にフルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) 約 20  $\mu$ g を含む液となるように移動相を加えて正確に  $V$  mL とする。この液を孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量法を準用する。

フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V/1000)$

$W_s$ : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

**溶出性 (6.10)** 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 90 分間の溶出率は 70% 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 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  $V'$  mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にフルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) 約 2.2  $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別に定量用フルトプラゼパムを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 22 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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、それぞれの液のフルトプラゼパムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) の表示量に対する溶出率 (%) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 9$

$W_s$ : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のフルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

定量法の試験条件を準用する。

#### 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、フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 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、フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

**定量法** 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、移動相 60 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液を孔径 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 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用フルトプラゼパムを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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トプラゼパムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フルトプラゼパム ( $C_{19}H_{16}ClFN_2O$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T/A_S) \times (1/10)$

$W_s$ : 定量用フルトプラゼパムの秤取量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 230nm)

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (3 : 1)

流量：フルトプラゼパムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

#### システム適合性

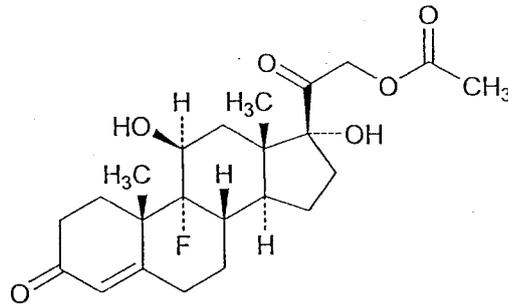
システムの性能：標準溶液 20  $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フルトプラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 段以上，1.5 以下である。

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，フルトプラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

## フルドロコルチゾン酢酸エステル

Fludrocortisone Acetate  
酢酸フルドロコルチゾン



$C_{23}H_{31}FO_6$  : 422.49

9-Fluoro-11 $\beta$ ,17,21-trihydroxypregn-4-ene-3,20-dione 21-acetate

[514-36-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、フルドロコルチゾン酢酸エステル ( $C_{23}H_{31}FO_6$ ) 97.5 ~ 102.5%を含む。

**性状** 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 220°C (分解)。

### 確認試験

(1) 本品 10 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法 (1.06) により得た検液はフッ化物の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 (2.49)  $[\alpha]_D^{25}$  : +131 ~ +138° (乾燥後, 0.1 g, アセトン, 20 mL, 100 mm)。

### 純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (30ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 20 mg を移動相 10 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 50 mL 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、試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピーク面積は、標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1/4 より大きくない。また、試料溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は、標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルのピーク面積の 1/2 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：254nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 20 cm 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填する。

カラム温度：25°C 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン混液 (13 : 7)

流量：フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間が約 10 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フルドロコルチゾン酢酸エステルの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 20  $\mu$ L から得たフルドロコルチゾン酢酸エステルピーク面積が、標準溶液のフルドロコルチゾン酢酸エステルピーク面積の 4.0 ～ 6.0% になることを確認する。

システムの性能：本品及び酢酸ヒドロコルチゾン 2 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 20  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロコルチゾン酢酸エステル、フルドロコルチゾン酢酸エステルの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

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、フルドロコルチゾン酢酸エステルピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 1.0% 以下 (1 g, 減圧, 100°C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びフルドロコルチゾン酢酸エステル標準品を乾燥し、その約 25 mg ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 4 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。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 238 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フルドロコルチゾン酢酸エステル ( $C_{23}H_{31}FO_6$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (A_T / A_S)$

$W_S$ : フルドロコルチゾン酢酸エステル標準品の秤取量 (mg)

#### 貯法

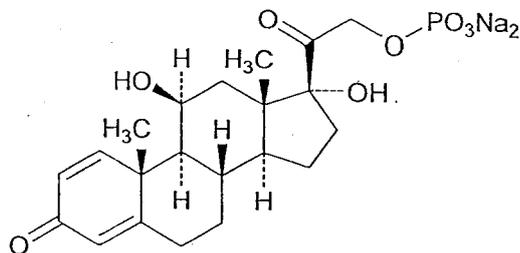
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

# プレドニゾンリン酸エステルナトリウム

Prednisolone Sodium Phosphate

リン酸プレドニゾンナトリウム



$C_{21}H_{27}Na_2O_8P$  : 484.39

Disodium 11 $\beta$ ,17,21-trihydroxypregna-1,4-diene-3,20-dione 21-phosphate  
[125-02-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、プレドニゾンリン酸エステルナトリウム ( $C_{21}H_{27}Na_2O_8P$ ) 97.0 ~ 103.0%を含む。

**性状** 本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

## 確認試験

(1) 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物を希硝酸 10 mL に溶かし、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、必要ならばろ過する。この液はリン酸塩の定性反応 (1.09) を呈する。

(2) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かし、2 分間放置するとき、液は暗赤色を呈し、蛍光を發しない。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(5) (1) で得た液はナトリウム塩の定性反応 (1.09) を呈する。

**旋光度** (2.49)  $[\alpha]_D^{20}$  : +96 ~ +103° (脱水物に換算したもの 1 g, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm) .

**pH** (2.54) 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 9.0 である。

## 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 塩化コバルト (II) の色の比較原液 3.0 mL, 塩化鉄 (III) の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅 (II) の色の比較原液 2.4 mL の混液に薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 10 mL とした液 2.5 mL をとり、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 100 mL とする。

(2) 重金属 (1.07) 本品 0.5 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (40 ppm 以下) .

(3) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、20 ± 1°C で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0% 以下である。

遊離リン酸 ( $H_3PO_4$ ) の量 (%) =  $(1/W) \times (A_T/A_S) \times 257.8$

$W$ : 脱水物に換算した本品の秤取量 (mg)

(4) 類縁物質 本品 10 mg を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 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 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、試料溶液のプレドニゾンリン酸エステル以外のピークの面積は、標準溶液のプレドニゾンリン酸エステルのピーク面

積の1.5倍より大きくない。また、試料溶液のプレドニゾンリン酸エステル以外のピークの合計面積は、標準溶液のプレドニゾンリン酸エステルのピーク面積の2.5倍より大きくない。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：245 nm）

カラム：内径4.6 mm、長さ10 cmのステンレス管に3 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℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.80 gを水に溶かし1000 mLとし、リン酸を加えてpH 2.5に調整した液1000 mLにアセトニトリル250 mLを加える。

流量：プレドニゾンリン酸エステルの保持時間が約7分になるように調整する。

面積測定範囲：プレドニゾンリン酸エステルの保持時間の約4倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとする。この液20 μLから得たプレドニゾンリン酸エステルのピーク面積が、標準溶液のプレドニゾンリン酸エステルのピーク面積の7～13%になることを確認する。

システムの性能：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、プレドニゾンリン酸エステ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3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、プレドニゾンリン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 8.0%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約0.1 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mLを正確にとり、アルカリ性ホスファターゼ試液1 mLを加え、時々穏やかに振り混ぜながら2時間放置する。この液に1-オクタノール20 mLを正確に加え、激しく振り混ぜる。その後、遠心分離し、1-オクタノール層10 mLを正確にとり、1-オクタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にプレドニゾン標準品を105℃で3時間乾燥し、その約25 mgを精密に量り、1-オクタノールに溶かし、正確に100 mLとする。この液6 mLを正確にとり、水2 mLにアルカリ性ホスファターゼ試液1 mLを加え時々穏やかに振り混ぜながら2時間放置した液を加え、更に1-オクタノール14 mLを正確に加え、激しく振り混ぜる。以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、1-オクタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長245 nmにおける吸光度 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

プレドニゾンリン酸エステルナトリウム ( $C_{21}H_{27}Na_2O_8P$ ) の量 (mg) =  $W_S \times (A_T/A_S) \times 3 \times 1.3439$

$W_S$  : プレドニゾン標準品の秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

## フロセミド注射液

Furosemide Injection

本品は水性の注射剤である。

本品は定量するとき、表示量の 95.0 ~ 105.0 % に対応するフロセミド ( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$  : 330.74) を含む。

**製法** 本品は「フロセミド」をとり、注射剤の製法により製する。

**性状** 本品は無色澄明の液である。

### 確認試験

(1) 本品の表示量に従い「フロセミド」2.5 mg に対応する容量をとり、2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は、芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。ただし、液は赤色～赤紫色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い「フロセミド」20 mg に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 2 mL をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とした液につき、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、波長 227 ~ 231 nm, 269 ~ 273 nm 及び 330 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。

**浸透圧比** 別に規定する。

**pH** 別に規定する。

**純度試験** 本品の表示量に従い「フロセミド」40 mg に対応する容量を正確に量り、アセトン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 1.0 mL に水 3.0 mL を加えて氷冷した後、希塩酸 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜ、1 分間放置する。この液にアミド硫酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜ、3 分間放置した後、*N,N*-ジエチル-*N'*-1-ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液 1.0 mL を加え、よく振り混ぜ、5 分間放置する。この液につき、アセトン 1.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 530 nm における吸光度は 0.10 以下である。

**エンドトキシン (4.01)** 1.25 EU/mg 未満。

**採取容量 (6.05)** 試験を行うとき、適合する。

**不溶性異物 (6.06)** 第 1 法により試験を行うとき、適合する。

**不溶性微粒子 (6.07)** 試験を行うとき、適合する。

**無菌 (4.06)** メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

**定量法** 本品のフロセミド ( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ ) 約 20 mg に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 20 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 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 271 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

フロセミド ( $C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (A_T / A_S)$

$W_s$  : フロセミド標準品の秤取量 (mg)

### 貯法

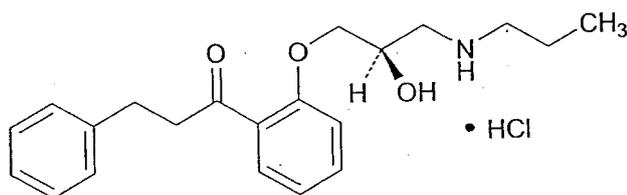
**保存条件** 遮光して保存する。

**容器** 密封容器。

# プロパフェノン塩酸塩

Propafenone Hydrochloride

塩酸プロパフェノン



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$  : 377.90

1-{2-[(2*RS*)-2-Hydroxy-3-(propylamino)propyloxy]phenyl}-3-phenylpropan-1-one monohydrochloride

[34183-22-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) 98.5 ~ 101.0%を含む。

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (99.5) に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

## 確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 20 mL に加温して溶かす。冷後、この液 3 mL に水を加えて 500 mL とした液につき、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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g を水 20 mL に加温して溶かす。冷後、この液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、生じる沈殿をろ過する。ろ液は塩化物の定性反応 (2) (1.09) を呈する。

**融点** (2.60) 172 ~ 175°C

## 純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g を試験条件 1 の移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、試験条件 1 の移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、フタル酸ジフェニルのメタノール溶液 (1 → 2000) 2.5 mL を加え、試験条件 1 の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  $\mu$ L ずつを正確にとり、試験条件 1 及び試験条件 2 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、試料溶液のプロパフェノン以外のピーク面積は、標準溶液のプロパフェノンのピーク面積より大きくない。

## 試験条件 1

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相：1-ノナンスルホン酸ナトリウム 4.6 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし 1000 mL とし、孔径 0.45  $\mu$ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 900 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約 39 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フタル酸ジフェニルの保持時間の範囲

## システム適合性 1

システムの性能：本品 12 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10  $\mu$ L につき、試験条件 1 で操作するとき、プロパフェノン、安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、試験条件 1 で試験を 6 回繰り返すとき、プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

## 試験条件 2

検出器，カラム及びカラム温度は試験条件 1 を準用する。

移動相：1-デカンスルホン酸ナトリウム 7.33 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし 1000 mL とし，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。ろ液 700 mL にアセトニトリル 700 mL を加える。

流量：フタル酸ジフェニルの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：フタル酸ジフェニルの保持時間からフタル酸ジフェニルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性 2

システムの性能：本品 12 mg 及び安息香酸イソプロピル 50 mg をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10  $\mu\text{L}$  につき，試験条件 2 で操作するとき，プロパフェノン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は 21 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき，試験条件 2 で試験を 6 回繰り返すとき，プロパフェノンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かした後，無水酢酸 50 mL を加えて 0.05 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。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.90 mg  $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 密閉容器。

プロパフェノン塩酸塩錠  
Propafenone Hydrochloride Tablets  
塩酸プロパフェノン錠

本品は定量するとき、表示量の 96.0 ~ 104.0% に対応するプロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ : 377.90) を含む。

**製法** 本品は「プロパフェノン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

**確認試験** 本品の表示量に従い「プロパフェノン塩酸塩」0.3 g に対応する個数をとり、水 60 mL を加え、加温しながら崩壊させる。冷後、遠心分離し、上澄液 3 mL に水を加えて 500 mL とした液につき、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、波長 247 ~ 251 nm 及び 302 ~ 306 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を  $A_1$  及び  $A_2$  とするとき、 $A_1/A_2$  は 2.30 ~ 2.55 である。

**製剤均一性 (6.02)** 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、水/アセトニトリル混液 (1:1) 30 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させ、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とし、遠心分離する。プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) 約 6 mg に対応する容量の上澄液  $V$  mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (10/V)$

$W_s$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液 (1 → 200)

**溶出性 (6.10)** 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 30 分間の溶出率は 75% 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液  $V$  mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) 約 67  $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$  mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロパフェノンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 13 mg を精密に量り、水に溶かして正確に 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 305 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 450$

$W_s$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

$C$ : 1 錠中のプロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) の表示量 (mg)

**定量法** 本品のプロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) 1.5 g に対応する個数をとり、水/アセトニトリル混液 (1:1) 70 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させ、更に 5 分間よく振り混ぜた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用塩酸プロパフェノンを 105°C で 2 時間乾燥し、その約 30 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ L につき、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、内標準物質のピーク面積に対するプロパフェノンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

プロパフェノン塩酸塩 ( $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$ ) の量 (mg) =  $W_s \times (Q_T/Q_S) \times 50$

$W_s$ : 定量用塩酸プロパフェノンの秤取量 (mg)

内標準溶液 安息香酸イソプロピルのメタノール溶液 (1 → 200)

**試験条件**

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相：1-ノナンスルホン酸ナトリウム 4.6 g 及びリン酸 2.3 g を水に溶かし、1000 mL とし、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。ろ液 900 mL にアセトニトリル 600 mL を加える。

流量：プロパフェノンの保持時間が約 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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、プロパフェノン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するプロパフェノンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

貯 法 容 器 気密容器。