

トシル酸プラタスト 50mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 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 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。別にトシル酸プラタスト標準品（別途本品 0.5g につき、水分測定法の直接滴定法により、水分を測定しておく）約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 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により試験を行い、波長 265 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 80% 以上のときは適合とする。

トシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 脱水物に換算したトシル酸プラタスト標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のトシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量(mg)

トシル酸プラタスト標準品 $C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$: 499.64 (RS)-[2-[4-(3-エトキシ-2-ヒドロキシプロポキシ)フェニルカルバモイル]-エチル]ジメチルスルホニウム *p*-トルエンスルホン酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 トシル酸プラタスト 100g に、エタノール (99.5) 800mL を加えて溶かした後、イソプロピルエーテル 800mL を加え、氷冷下放置し、析出した結晶をろ取し、冷エタノール (99.5) で洗う。更に同様の操作を 2 回繰り返し、デシケーター (減圧、シリカゲル) 中で 2 日間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素ジメチルスルホキシド溶液 (1 : 10) につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき、 $\delta 1.1$ ppm 付近に三重線のシグナル A を、 $\delta 2.3$ ppm 付近に単一線のシグナル B を、 $\delta 3.0$ ppm 付近に中央に鋭いシグナルがある多重線のシグナル C を、 $\delta 3.5$ ppm 付近に多重線のシグナルを、 $\delta 3.9$ ppm 付近に多重線のシグナル D を、 $\delta 5.0$ ppm、 $\delta 6.9$ ppm 及び $\delta 7.1$ ppm 付近に二重線のシグナル E、F 及び G を、 $\delta 7.5$ ppm 付近に多重線のシグナル H を、 $\delta 10.1$ ppm 付近に単一のシグナル I を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E : F : G : H : I は、ほぼ 3 : 3 : 8 : 3 : 1 : 2 : 2 : 4 : 1 である。

融点 86～90

類縁物質 本品 0.025g をとり，移動相を加えて溶かし 50mL とし，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それぞれ 10 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う．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 *p*-トルエンスルホン酸及びスプラタスト以外のピークの合計面積は，標準溶液のスプラタストのピーク面積の 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：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用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 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 3.12g を水に溶かして 1000mL とし，リン酸を加えて pH2.0 に調整した液に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を溶解する．この液 740mL にアセトニトリル 200mL 及びメタノール 60mL を加える．

流量：スプラタストの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：スプラタストの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とし，感度標準液とする．感度標準液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，スプラタストのピーク面積を検出することを確認する．

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，*p*-トルエンスルホン酸，スプラタストの順に溶出し，その分離度は 13 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 6 回繰り返すとき，スプラタストのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である．

水分 1.0%以下（0.5g，容量滴定法，直接滴定）

含量 換算した脱水物に対し 99.0%以上． 定量法 本品約 0.5g を精密に量り，新たに煮沸し冷却した水 50mL に溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 30mL を正確に加えて，5 分間かき混ぜた後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05mol/L 硫酸で滴定する（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 水酸化ナトリウム液 1mL = 49.964mg $C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$

トシル酸プラタスト 100mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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，水 3mL を正確に加え，試料溶液とする．別にトシル酸プラタスト標準品（別途本品 0.5g につき，水分測定法の直接滴定法により，水分を測定しておく）約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 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により試験を行い，波長 265 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．

トシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

W_s : 脱水物に換算したトシル酸プラタスト標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のトシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量(mg)

トシル酸プラタスト標準品 $C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$: 499.64 (RS)-[2-[4-(3-エトキシ-2-ヒドロキシプロポキシ)フェニルカルバモイル]-エチル]ジメチルスルホニウム *p*-トルエンスルホン酸塩で，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 トシル酸プラタスト 100g に，エタノール (99.5) 800mL を加えて溶かした後，イソプロピルエーテル 800mL を加え，氷冷下放置し，析出した結晶をろ取し，冷エタノール (99.5) で洗う．更に同様の操作を 2 回繰り返し，デシケーター（減圧，シリカゲル）中で 2 日間乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素ジメチルスルホキシド溶液 (1 : 10) につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき， δ 1.1ppm 付近に三重線のシグナル A を， δ 2.3ppm 付近に単一線のシグナル B を， δ 3.0ppm 付近に中央に鋭いシグナルがある多重線のシグナル C を， δ 3.5ppm 付近に多重線のシグナルを， δ 3.9ppm 付近に多重線のシグナル D を， δ 5.0ppm， δ 6.9ppm 及び δ 7.1ppm 付近に二重線のシグナル E，F 及び G を， δ 7.5ppm 付近に多重線のシグナル H を， δ 10.1ppm 付近に単一のシグナル I を示し，各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E : F : G : H : I は，ほぼ 3 : 3 : 8 : 3 : 1 : 2 : 2 : 4 : 1 である．

融点 86～90

類縁物質 本品 0.025g をとり，移動相を加えて溶かし 50mL とし，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それぞれ 10 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う．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 *p*-トルエンスルホン酸及びスプラタスト以外のピークの合計面積は，標準溶液のスプラタストのピーク面積の 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：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用フェニル化シリカゲルを充てんする．

カラム温度：25 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 3.12g を水に溶かして 1000mL とし，リン酸を加えて pH2.0 に調整した液に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を溶解する．この液 740mL にアセトニトリル 200mL 及びメタノール 60mL を加える．

流量：スプラタストの保持時間が約 5 分になるように調整する．

面積測定範囲：スプラタストの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とし，感度標準液とする．感度標準液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，スプラタストのピーク面積を検出することを確認する．

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，*p*-トルエンスルホン酸，スプラタストの順に溶出し，その分離度は 13 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 6 回繰り返すとき，スプラタストのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である．

水分 1.0%以下（0.5g，容量滴定法，直接滴定）

含量 換算した脱水物に対し 99.0%以上． 定量法 本品約 0.5g を精密に量り，新たに煮沸し冷却した水 50mL に溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 30mL を正確に加えて，5 分間かき混ぜた後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05mol/L 硫酸で滴定する（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 水酸化ナトリウム液 1mL = 49.964mg C₁₆H₂₆NO₄S · C₇H₇O₃S

トシル酸プラタスト 50mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 1g を精密に量り，試験液に水 900mL を用い，溶出試験法第 2 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 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．別にトシル酸プラタスト標準品（別途本品 0.5g につき，水分測定法の直接滴定法により，水分を測定しておく）約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 50mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 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により試験を行い，波長 265 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．

トシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : 脱水物に換算したトシル酸プラタスト標準品の量(mg)

W_T : トシル酸プラタストドライシロップの秤取量(g)

C : 1g 中のトシル酸プラタスト ($C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$) の表示量(mg)

トシル酸プラタスト標準品 $C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$: 499.64 (RS)-[2-[4-(3-エトキシ-2-ヒドロキシプロポキシ)フェニルカルバモイル]-エチル]ジメチルスルホニウム *p*-トルエンスルホン酸塩で，下記の規格に適合するもの．必要ならば次に示す方法で精製する．

精製法 トシル酸プラタスト 100g に，エタノール (99.5) 800mL を加えて溶かした後，イソプロピルエーテル 800mL を加え，氷冷下放置し，析出した結晶をろ取し，冷エタノール (99.5) で洗う．更に同様の操作を 2 回を行い，デシケーター（減圧，シリカゲル）中で 2 日間乾燥する．

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素ジメチルスルホキシド溶液 (1 : 10) につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき， $\delta 1.1$ ppm 付近に三重線のシグナル A を， $\delta 2.3$ ppm 付近に単一線のシグナル B を， $\delta 3.0$ ppm 付近に中央に鋭いシグナルがある多重線のシグナル C を， $\delta 3.5$ ppm 付近に多重線のシグナルを， $\delta 3.9$ ppm 付近に多重線のシグナル D を， $\delta 5.0$ ppm， $\delta 6.9$ ppm 及び $\delta 7.1$ ppm 付近に二重線のシグナル E，F 及び G を， $\delta 7.5$ ppm 付近に多重線のシグナル H を， $\delta 10.1$ ppm 付近に単一のシグナル I を示し，各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E : F : G : H : I は，

ほぼ 3 : 3 : 8 : 3 : 1 : 2 : 2 : 4 : 1 である。

融点 86 ~ 90

類縁物質 本品 0.025g をとり，移動相を加えて溶かし 50mL とし，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それぞれ 10 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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 *p*-トルエンスルホン酸及びスプラタスト以外のピークの合計面積は，標準溶液のスプラタストのピーク面積の 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：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用フェニル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 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 3.12g を水に溶かして 1000mL とし，リン酸を加えて pH2.0 に調整した液に 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.08g を溶解する。この液 740mL にアセトニトリル 200mL 及びメタノール 60mL を加える。

流量：スプラタストの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：スプラタストの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 20mL とし，感度標準液とする。感度標準液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，スプラタストのピーク面積を検出することを確認する。

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，*p*-トルエンスルホン酸，スプラタストの順に溶出し，その分離度は 13 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 6 回繰り返すとき，スプラタストのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

水分 1.0% 以下（0.5g，容量滴定法，直接滴定）

含量 換算した脱水物に対し 99.0% 以上。定量法 本品約 0.5g を精密に量り，新たに煮沸し冷却した水 50mL に溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 30mL を正確に加えて，5 分間かき混ぜた後，過量の水酸化ナトリウムを 0.05mol/L 硫酸で滴定する（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 水酸化ナトリウム液 1mL = 49.964mg $C_{16}H_{26}NO_4S \cdot C_7H_7O_3S$