

別添 1

フマル酸ケトチフェン 1mg 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（ただし，シンカーを用いる）により毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 30 分後，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 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.015 g 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 100mL とし，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法により試験を行い，それぞれの液のケトチフェンのピ - 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 80% 以上のときは適合とする．

フマル酸ケトチフェン ($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : フマル酸ケトチフェン標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のフマル酸ケトチフェン ($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：299nm）

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：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5 g を水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液（700 : 300 : 1）1000mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．

流量：ケトチフェンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システムの適合性

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，ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリ - 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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ケトチフェンのピ - ク面積の相対標準偏差は，2.0% 以下である．

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン（日局）．

フマル酸ケトチフェン 1mg/g ドライシロップ

溶出試験 本品約 0.4 g 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（ただし，試料は試験液に分散するように投入する）．溶出試験開始 15 分後，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 10mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にフマル酸ケトチフェン標準品を 105 で 4 時間乾燥し，その約 0.015 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 2mL 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 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法により試験を行い，それぞれの液のケトチフェンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

フマル酸ケトチフェン ($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

W_S : フマル酸ケトチフェン標準品の量 (mg)

W_T : 本品の採取量 (g)

C : 1g 中のフマル酸ケトチフェン ($C_{19}H_{19}NOS \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：299nm）

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：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5 g を水 / アセトニトリル / トリエチルアミン混液（700 : 300 : 1）1000mL に溶かし，リン酸を加えて pH を 3.0 に調整する．

流量：ケトチフェンの保持時間が約 8 分になるように調整する．

システムの適合性

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，ケトチフェンのピークの理論段数及びシンメトリ - 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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，ケトチフェンのピーク面積の相対標準偏差は，2.0% 以下である．

フマル酸ケトチフェン標準品 フマル酸ケトチフェン（日局）．