

## フェンジゾ酸ペルフェナジン 25.76mg/g散

**溶出試験** 本品約 0.4gを精密に量り、試験液に薄めたpH6.8 のリン酸塩緩衝液（1→2）900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験 45 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 4mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 10mLとし、試料溶液とする。別にフェンジゾ酸ペルフェナジン標準品を 105 $^{\circ}$ Cで 3 時間乾燥し、その約 0.038g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、移動相を加えて正確に 50mLとする。更にこの液 6mLを正確に量り、薄めたpH6.8 のリン酸塩緩衝液（1→2）を加えて正確に 10mL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により試験を行い、それぞれの液のペ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 45 分間の溶出率が 70%以上のときは適合とする。

フェンジゾ酸ペルフェナジン ( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 27$$

$W_S$ : フェンジゾ酸ペルフェナジン標準品の量 (mg)

$W_T$ : フェンジゾ酸ペルフェナジン散の秤取量 (g)

$C$ : 1g中のフェンジゾ酸ペルフェナジン

( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O_4$ ) の表示量 (mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 256nm)

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: 30 $^{\circ}$ 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 300mL 及び過塩素酸 1mL を加える。

流量: ペルフェナジンの保持時間が約 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ペ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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペ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。

**フェンジゾ酸ペルフェナジン標準品**  $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O_4$ : 1040.61 4-[3-(2-クロロフェノチアジン-10-イル)プロピル]-1-ピペラジンエタノール ジ-2-[(6-ヒドロキシ-(1,1' ビフェニル)-3-イル)カルボニル]ベンゾエイトで、下記の規格に適合するもの。

本品を乾燥したものは定量するとき、フェンジゾ酸ペルフェナジン ( $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O_4$ ) 99.0%以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

本品はアセトンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) または酢酸

(100) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。  
本品は光により変化する。

融点 約 210°C (分解)

#### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1→100000) につき、紫外可視吸光度測定法により紫外吸収スペクトルを測定するとき、波長 253～257nm 及び 285～291nm 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の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1649cm<sup>-1</sup>、1583cm<sup>-1</sup>、1458cm<sup>-1</sup>、1393cm<sup>-1</sup>及び 1129cm<sup>-1</sup>付近に吸収を認める。

#### 純度試験

- (1) 塩化物：本品 1.0g に水 50mL を加え、70°C で 5 分間加温した後、急冷しろ過する。ろ液 25mL をとり、希硝酸 6mL 及び水を加えて 50mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01mol/L 塩酸 0.20mL を加える (0.014%以下)。
- (2) 重金属：本品 1.0g 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 2.0mL を加える (20ppm 以下)。
- (3) 類縁物質：本操作は、直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.01g をとり、移動相を加えて溶かした後、正確に 20mL 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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 7μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。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、試料溶液の保持時間約 6 分のペルフェナジン以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のペルフェンジンのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液のペルフェンジンのピーク面積の 2 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：254nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管に 5μm 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：リン酸二水素カリウム 1.361g を水に溶かし、1000mL とする。この液に水酸化カリウム 1g を水に溶かし 10mL とした液を加えて、pH6.5 になるよう調整する。この液 300mL をとり、アセトニトリル 700mL を加える。

流量：ペルフェンジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

#### システム適合性

検出の確認：標準溶液 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 7μL から得たペルフェンジンのピーク面積が標準溶液のペルフェンジンのピーク面積の 14～26%になることを確認する。

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸 n-プロピル各 10mg をとり、移動相を加えて 200mL とする。この液 7μL につき、上記の条件で操作するとき、フェンジゾ酸、パラオキシ安息香酸 n-プロピル、ペルフェンジンの順に溶出し、パラオキシ安息香酸 n-プロピル、ペルフェンジンの分離度が 10 以上のものを用いる。

システムの再現性：標準溶液 7μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ペルフェンジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

面積測定範囲：フェンジゾ酸のピークの後からペルフェンジンの保持時間の約 5 倍の範囲。

乾燥減量：1.0%以下（0.5g, 105°C, 3時間）.

強熱残分：0.10%以下（1g）.

定量法：本品を乾燥し, その約 1.0g を精密に量り, アセトン 30mL を加えて溶かし, 酢酸 (100) 30mL を加え, 0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (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過塩素酸 1mL=52.03mg  $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O_4$