

ヒベンズ酸プロメタジン165mg / g散

溶出試験 本品約0.25gを精密に量り，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，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60分後に溶出液20mL以上をとり，孔径0.45 μm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5 mL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25mLとし，試料溶液とする．別にヒベンズ酸プロメタジン標準品を105 ℃で3時間乾燥し，その約0.023gを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に50mLとする．この液2 mL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につき，pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長249nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

本品の60分間の溶出率が70%以上のときは適合とする．

ヒベンズ酸プロメタジン ($C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : ヒベンズ酸プロメタジン標準品の量 (mg)

W_T : ヒベンズ酸プロメタジン散の秤取量 (g)

C : 1 g中のヒベンズ酸プロメタジン ($C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$) の表示量 (mg)

ヒベンズ酸プロメタジン標準品 $C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$: 526.65 N,N-ジメチル-1-[(フェノチアジン-10-イル)メチル]エチルアミン-ヒベンズ酸塩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．

融点 約 196 (分解)

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) の紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 253 ~ 256nm 及び 287 ~ 291nm に吸収の極大を示す．
- (2) 本品を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 3230cm^{-1} , 1654cm^{-1} , 1602cm^{-1} , 1460cm^{-1} , 1360cm^{-1} , 1050cm^{-1} , 835cm^{-1} 及び 751cm^{-1} 付近に吸収を認める．

類縁物質 本品 0.01g をとり，N,N-ジメチルホルムアミド 1 mL に溶かした後，アセトニトリルを加えて正確に 50mL とし，試料溶液とする．この液 1 mL を正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μL 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，試料溶液の保持時間約 7 分のプロメタジン以外のピーク面積は，それぞれの標準溶液のプロメタジンのピーク面積より小さくなく，それらのピークの合計面積は，標準溶液のプロメタ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 5 μm 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：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56g を水 900mL に溶かし，0.05mol/L

水酸化カリウム試液で pH を正確に 6.8 に調整し，水を加えて 1000mL とする。

この液 400mL にアセトニトリル 600mL を加える。

流量：プロメタジンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプロメタジンの保持時間の約 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，アセトニトリルを加えて 25mL とする。

この液 10 μ L から得たプロメタジンのピーク面積が標準溶液のプロメタジンのピーク面積の 10~30% 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メチル 5 mg ずつをジメチルホルム

アミド 1 mL に溶かした後，アセトニトリルを加えて正確に 250mL とする。

この液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ヒベンズ酸，パラオキシ安息香酸メチル，プロメタジンの順に溶出し，パラオキシ安息香酸メチルとプロメタジンの分離度は 10 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，プロメタジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下 (0.5g，105 ， 3 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し，その約 1.0g を精密に量り，酢酸 (100) 50mL に溶かした後，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 1 mL = 52.67mg $C_{17}H_{20}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 酢酸 (100) 3.0 g に水を加えて

1000mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4 g を水に溶かして 500mL とした液を加え，pH4.0 に調整する。