テルビナフィン塩酸塩錠
Terbinafine Hydrochloride Tablets

溶出性〈*6.10*〉　本品 1 個をとり，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，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL以上をとり，孔径 0.5μm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*V*mLを正確に量り，表示量に従い 1mL中にテルビナフィン($C_{21}H_{25}N$)約 0.14mgを含む液となるように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*V′* mLとする．この液 2mLを正確に量り，薄めた酢酸(100)(1→100)を加えて正確に 20mLとし，試料溶液とする．別にテルビナフィン塩酸塩標準品を 105℃で 4 時間乾燥し，その約 16mgを精密に量り，薄めた酢酸(100)(1→100)に溶かし，正確に 100mLとする．この液 5mLを正確に量り，pH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5mLを加えた後, 薄めた酢酸(100)(1→100)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〈*2.24*〉により試験を行い，波長 283nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

テルビナフィン($C_{21}H_{25}N$)の表示量に対する溶出率(%)

$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 900 \times 0.889$

W_S：テルビナフィン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C　：1 錠中のテルビナフィン($C_{21}H_{25}N$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
125mg	30 分	75%以上

*テルビナフィンとして

テルビナフィン塩酸塩標準品　$C_{21}H_{25}N \cdot HCl$：327.89　(*E*)-*N*-(6,6-ジメチル-2-ヘプテン-4-イニル)-*N*-メチル-1-ナフタレンメチルアミン塩酸塩で，下記の規格に適合するもの．必要な場合には次に示す方法により精製する．

精製法　テルビナフィン塩酸塩 15g に薄めたエタノール(99.5)(17→50)50mL を加え，加温して溶かす．熱時ろ過し，放冷後テルビナフィン塩酸塩の種晶を加えて，更に冷却する．析出した結晶をろ取し，少量の冷却した薄めたエタノール

(99.5)(17→50)で洗う．得られた結晶を 50℃で 10 時間減圧乾燥し，更に 60℃で 5 時間減圧乾燥する．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1→40000)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 281～285nm に吸収の極大を示す．また，この液 3mL にメタノールを加えて 25mL とした液につき，吸収スペクトルを測定するとき，波長 221～225nm 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〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 2970cm^{-1}，2440cm^{-1}，2220cm^{-1}，1633cm^{-1}，1598cm^{-1}，1515cm^{-1}及び 959cm^{-1}付近に吸収を認める．

吸光度〈*2.24*〉　$E_{1cm}^{1\%}$ (283nm)：232～252(50mg，メタノール，2000mL).

類縁物質　本品 50mg をメタノール 20mL に溶かし，試料溶液とする．この液 1mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20μL 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，試料溶液のテルビナフィン以外のピークの合計面積は，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：282nm)

カラム：内径 4.0mm，長さ 10cm 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：25℃付近の一定温度

移動相 A：薄めたリン酸(1→25)を用いて pH8.0 に調整した薄めたテトラメチルアンモニウムヒドロキシド(9→2000)/アセトニトリル/テトラヒドロフラン混液(10：7：3)

移動相 B：アセトニトリル/テトラヒドロフラン/薄めたリン酸(1→25)を用いて pH8.0 に調整した薄めたテトラメチルアンモニウムヒドロキシド(9→2000)混液(63：27：10)

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 ～ 5	100	0
5 ～ 30	100 → 0	0 → 100
30 ～ 32	0	100

流量：テルビナフィンの保持時間が約 15 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テルビナフィンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認:標準溶液 2mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10mL とする．この液 20μL から得たテルビナフィンのピーク面積が，標準溶液のテルビナフィンのピーク面積の 14～26%になることを確認する．

システムの性能：本品 24mg 及びテルフェニル 4mg をメタノール 500mL に溶かす．この液 20μL につき，上記の条件で操作するとき，テルフェニル，テルビナフィンの順に溶出し，その分離度は 10 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, テルビナフィ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〈*2.41*〉　0.5%以下(1g，105℃，4 時間).

含量　99.0%以上．　定量法　本品を乾燥し，その約 0.26g を精密に量り，酢酸(100)5mL に溶かし，無水酢酸 50mL を加え，0.1mol/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．

0.1mol/L過塩素酸 1mL ＝ 32.79mg $C_{21}H_{25}N$・HCl