

フマル酸ケトチフェンカプセル Ketotifen Fumarate Capsules

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)約1.5 μ gを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、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0.015g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ーク面積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。

フマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)の表示量に対する溶出率(%)

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

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(C₁₉H₁₉NOS·C₄H₄O₄)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0.5gを水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(700：300：1)1000mLに溶かした液にリン酸を加え、pH3.0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。

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|--------|------|-------|
| 1.38mg | 30分 | 80%以上 |

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ドライシロップ Ketotifen Fumarate Dry Syrup

溶出試験 本品の表示量に従いフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)約 0.55mg に対応する量を精密に量り，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 0.024g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．更にこの液 5mL 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 50μL 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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

フマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{4}$$

W_S：フマル酸ケトチフェン標準品の量(mg)

W_T：フマル酸ケトチフェンドライシロップの秤取量(g)

C：1g 中のフマル酸ケトチフェン(C₁₉H₁₉NOS・C₄H₄O₄)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 5μm 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 0.5g を水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液(700：300：1)1000mL に溶かした液にリン酸を加え，pH3.0 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．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50μL 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 50μL 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 .

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|----------|------|--------|
| 1.38mg/g | 15 分 | 85% 以上 |

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) .