

ペルフェナジンフェンジゾ酸塩散 Perphenazine Fendizoate Powder

溶出性 〈6.10〉 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いペルフェナジンフェンジゾ酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$)約 10mg に対応する量を精密に量り、試験液に溶出試験第2液 900mL を用い、パドル法により、毎分 75 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 0.45 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 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。別にペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 38mg 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、溶出試験第2液を加えて正確に 10mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ 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 〈2.01〉 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 27$$

W_S : ペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g中のペルフェナジンフェンジゾ酸塩($C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$)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 μ 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 μ 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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25.76mg/g	60分	70%以上

ペルフェナジンフェンジゾ酸塩標準品 $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$:

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。

性状：本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は光により変化する。

融点〈2.60〉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〈2.24〉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〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1649 cm^{-1} 、1583 cm^{-1} 、1458 cm^{-1} 、1393 cm^{-1} 及び 1129 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

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 10mg をとり、移動相を加えて溶かした後、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 7 μ 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〈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ナ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ナ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 μ 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：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：ペルフェナジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

面積測定範囲：フェンジゾ酸のピークの後からペルフェナジンの保
持時間の約 5 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、移動相を加えて正確に
10mL とする。この液 7 μ L から得たペルフェナジンのピーク面積が
標準溶液のペルフェナ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プロピル各 10mg を
とり、移動相を加えて 200mL とする。この液 7 μ L 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プロピ
ル、ペルフェナジンの順に溶出し、パラオキシ安息香酸プロピル
及びペルフェナジンの分離度が 10 以上である。

システムの再現性：標準溶液 7 μ 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。

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(0.5g, 105°C, 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、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〈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=52.03mg $C_{21}H_{26}ClN_3OS \cdot 2 C_{20}H_{14}O$