

d-マレイン酸クロルフェニラミン 10 mg/g 散

溶出試験 本品約 0.2 g を精密に量り，試験液に水 900 mL 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 15 分後，溶出液 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65 で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL 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 *d*-クロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．
本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

d-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量 (mg)

W_T : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン散の秤取量 (g)

C : 1 g 中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：10 mmol/L ラウリル硫酸ナトリウムを含む薄めたリン酸 (1 : 1000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 7 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 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*-クロルフェニラミ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 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

***d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品** *d*-マレイン酸クロルフェニラミン (日局)．

d-マレイン酸クロルフェニラミン 2 mg 錠剤

溶出試験 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL 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 15 分後，溶出液 20 mL 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 10 mL を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65 で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 μL 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 *d*-クロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

d-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm 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：10 mmol/L ラウリル硫酸ナトリウムを含む薄めたリン酸 (1 : 1000) / アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 7 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 100 μL につき，上記の条件で操作するとき，*d*-クロルフェニラミ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 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

***d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品** *d*-マレイン酸クロルフェニラミン (日局)．

d-マレイン酸クロルフェニラミン2mg/gドライシロップ

溶出試験法 本品の表示量に従い *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)約 2m g に対応する量を精密に量り，試験液に水 900m L 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 15 分後，溶出液 20m L 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 10m L を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，その約 0.022 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 200m L とする．この液 2m L を正確に量り，水を加えて正確に 100m L とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 100 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 *d*-クロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

d-マレイン酸クロルフェニラミン($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量に対する溶出率 (%)

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

W_S : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)標準品の量 (m g)

W_T : ポララミンドライシロップの秤取量 (g)

C : 1 g 中の*d*-マレイン酸クロルフェニラミン($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$)の表示量 (m g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：262 nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15 cm のステンレスカラム管に 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：10mmol/L ラウリル硫酸ナトリウムを含む薄めたリン酸 (1/1000) / アセトニトリル混液 (1:1)

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 7 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 100 μ L につき，上記の条件で操作するとき，*d*-クロルフェニラミ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 3000 段以上，2.0 以下である．

システムの再現性：標準溶液 100 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

d-マレイン酸クロルフェニラミン標準品 *d*-マレイン酸クロルフェニラミン
(日局).

d-マレイン酸クロルフェニラミン 6mg 徐放錠

溶出試験 [pH1.2] 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 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 120 分後、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 10mL 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 20mL とし、試料溶液とする。別に *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65°C で 4 時間乾燥し、その約 0.033g を精密に量り、崩壊試験法の第 1 液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 10mL 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 20mL 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 *d*-クロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 120 分間の溶出率が 40～60% のときは適合とする。

d-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量(mg)

[pH6.8] 本品 1 個をとり、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 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 4 時間及び、24 時間後、溶出液 20mL を正確にとり、直ちに 37±0.5°C に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 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、次のろ液を試料溶液とする。別に *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品を 65°C で 4 時間乾燥し、その約 0.033g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液 (1→2) に溶かし、正確に 100mL とする。この液 2mL 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 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 *d*-クロルフェニラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 4 時間の溶出率が 30～60%、24 時間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

n 回目の溶出液採取時における *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2$)

$$= W_S \times \left(\frac{A_T(n)}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_T(i)}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right) \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_S : *d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品の量(mg)

C : 1 錠中の *d*-マレイン酸クロルフェニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2 \cdot C_4H_4O_4$) の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：262nm）

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：ラウリル硫酸ナトリウム 3.0g 及びリン酸 1mL を水に溶かし 1000mL とする。この液 900mL にアセトニトリル 1100mL を加える。

流量：*d*-クロルフェニラミンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

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、*d*-クロルフェニラミ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 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、*d*-クロルフェニラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

***d*-マレイン酸クロルフェニラミン標準品** *d*-マレイン酸クロルフェニラミン（日局）。