

タンニン酸ジフェンヒドラミン散
Diphenhydramine Tannate Powder

溶出性〈6.10〉 本品の表示量に従いジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$)約 30mg に対応する量を精密に量り、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、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 0.45 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。別にジフェンヒドラミン塩酸塩標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、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を加えて正確に 25mL 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、それぞれの液のジフェンヒドラミンのピーク面積 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。

ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$)の表示量に対する溶出率(%)

$$=(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 180 \times 0.875$$

W_S : ジフェンヒドラミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1g 中のジフェンヒドラミンの表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

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：40℃ 付近の一定温度

移動相：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 900mL にトリメチルアミン(30) 3mL 及びアセトニトリル 600mL を加える。

流量：ジフェンヒドラミンの保持時間が約 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 20 μ L につき、上記条件で操作するとき、ジフェンヒド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 2000 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、ジフェンヒドラミンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

溶出規格

表示量*	規定時間	溶出率
30mg/g	45 分	75%以上

*ジフェンヒドラミンとして

ジフェンヒドラミン塩酸塩標準品 ジフェンヒドラミン塩酸塩(日局). ただし, 乾燥したものを定量したとき, ジフェンヒドラミン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの.

トリメチルアミン(30) $(CH_3)_3N$ 無色澄明な液である. 水又はエタノール(95)と混合する.

比重 $\langle 2.56 \rangle$ $d_4^{20} : 0.67$

含量 29.0~31.0%. 定量法 本品約 1.5g を, 0.5mol/L 硫酸 25 mL を正確に入れたフラスコに精密に量り, 過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 $\langle 2.50 \rangle$ する (指示薬: メチルレッド試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行う.

0.5mol/L 硫酸 1 mL = 59.11 mg C_3H_9N