

スピペロン錠

Spiperone Tablets

溶出試験 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にスピペロン($C_{23}H_{26}FN_3O_2$)約 0.28 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にスピペロン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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、それぞれの液のスピペロンのピーク面積 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。

スピペロン($C_{23}H_{26}FN_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_S : スピペロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のスピペロン($C_{23}H_{26}FN_3O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：248nm)

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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 710mL にアセトニトリル 290mL を加えた液にリン酸を加え、pH2.3 に調整する。

流量：スピペロンの保持時間が約 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 100 μ L につき、上記の条件で操作するとき、スピペロ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、1.5 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 回繰り返し

返すとき、スピペロ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
0.25mg	90 分	75%以上
1mg	90 分	75%以上

チミペロン細粒 Timiperone Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いチミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)約 3mg 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、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。別にチミペロン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.017g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL 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 200mL 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 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。

チミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : チミペロン標準品の量(mg)

W_T : チミペロン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のチミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650mL にアセトニトリル 180mL 及びメタノール 170mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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、チミペロ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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、チミペロ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
10mg/g	15 分	85%以上

チミペロン標準品 「チミペロン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、チミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

チミペロン錠 Timiperone Tablets

溶出試験 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、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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にチミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)約 0.56 μ g 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 とし、試料溶液とする。別にチミペロン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 100mL とする。更にこの液 4mL 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 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、それぞれの液のチミペロンのピーク面積 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。

チミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : チミペロン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のチミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

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：0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 650mL にアセトニトリル 180mL 及びメタノール 170mL を加える。

流量：チミペロンの保持時間が約 9 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、チミペロ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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，チミペロ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
0.5mg	30 分	80% 以上
1mg	30 分	80% 以上
3mg	45 分	80% 以上

チミペロン標準品 「チミペロン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，チミペロン($C_{22}H_{24}FN_3OS$)99.0% 以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え，pH4.0 に調整する。

ネモナプリド細粒 Nemonapride Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いネモナプリド($C_{21}H_{26}ClN_3O_2$)約0.01g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、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 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にネモナプリド標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL 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 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 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、それぞれの液のネモナプリドのピーク面積 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。

ネモナプリド($C_{21}H_{26}ClN_3O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : ネモナプリド標準品の量(mg)

W_T : ネモナプリド細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のネモナプリド($C_{21}H_{26}ClN_3O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 314nm)

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 : 25℃付近の一定温度

移動相 : 水 970mL にトリエチルアミン 30mL を加えた液に、リン酸を加え、pH2.0 に調整する。この液 700mL にアセトニトリル 300mL を加える。

流量 : ネモナプリドの保持時間が約 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ネモナプリド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、ネモナプリド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
20mg/g	15分	80%以上

ネモナプリド標準品 $C_{21}H_{26}ClN_3O_2$: 387.90 (±)-シス-N-(1-ベンジル-2-メチルピロリジン-3-イル)-5-クロロ-2-メトキシ-4-メチルアミノベンズアミドで、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 ネモナプリド 10g にエタノール(99.5)50mLを加え、加熱して解かし、ろ過する。ろ液を0～5℃とした後、2～3時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、冷却したエタノール(99.5)10mLで洗い、室温で10～15時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3390 cm^{-1} 、1624 cm^{-1} 、1602 cm^{-1} 、1284 cm^{-1} 及び 1244 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 150～153℃

類縁物質 本品 0.05g を移動相 10mL に溶かし、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 10 μ Lにつき、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、試料溶液のネモナプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のネモナプリドのピーク面積の 3/5 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：285nm)

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：25℃付近の一定温度

移動相：水 970mL にトリエチルアミン 30mL を加えた液に、リン酸を加え、pH2.0 に調整する。この液 700mL にアセトニトリル 300mL を加える。

流量：ネモナプリドの保持時間が約 7 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ネモナプリドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 10 μ L から得たネモナプリドのピーク面積が標準溶液のネ

モナプリドのピーク面積の 8~12%になることを確認する。

システムの性能：本品 5mg 及び塩酸ニカルジピン 0.025g をメタノール 100mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ネモナプリド、ニカルジピンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ネモナプリドのピーク面積の相対標準偏差は 3% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下(1g, 105℃, 2 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.6g を精密に量り、酢酸(100)50mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(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 = 38.790mg $C_{21}H_{26}ClN_3O_2$

塩酸ニカルジピン $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

ネモナプリド錠

Nemonapride Tablets

溶出試験 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V_mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にネモナプリド(C₂₁H₂₆ClN₃O₂)約1.1 μ gを含む液となるように移動相を加えて正確にV'_mLとし、試料溶液とする。別にネモナプリド標準品を105℃で2時間乾燥し、その約0.022gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に100mLとする。この液5mL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5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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、それぞれの液のネモナプリドのピーク面積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。

ネモナプリド(C₂₁H₂₆ClN₃O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : ネモナプリド標準品の量(mg)

C : 1錠中のネモナプリド(C₂₁H₂₆ClN₃O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 314nm)

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填する。

カラム温度 : 25℃付近の一定温度

移動相 : 水970mLにトリエチルアミン30mLを加えた液に、リン酸を加え、pH2.0に調整する。この液700mLにアセトニトリル300mLを加える。

流量 : ネモナプリドの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ネモナプリド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、ネモナプリド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
3mg	45 分	80%以上
10mg	45 分	70%以上

ネモナプリド標準品 $C_{21}H_{26}ClN_3O_2$: 387.90 (±)-シス-N-(1-ベンジル-2-メチルピロリジン-3-イル)-5-クロロ-2-メトキシ-4-メチルアミノベンズアミドで、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 ネモナプリド 10g にエタノール(99.5)50mL を加え、加熱して解かし、ろ過する。ろ液を 0～5℃とした後、2～3 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ取し、冷却したエタノール(99.5)10mL で洗い、室温で 10～15 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3390cm^{-1} 、 1624cm^{-1} 、 1602cm^{-1} 、 1284cm^{-1} 及び 1244cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 150～153℃

類縁物質 本品 0.05g を移動相 10mL に溶かし、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 10μL につき、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、試料溶液のネモナプリド以外のピークの合計面積は、標準溶液のネモナプリドのピーク面積の 3/5 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：285nm)

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：25℃付近の一定温度

移動相：水 970mL にトリエチルアミン 30mL を加えた液に、リン酸を加え、pH2.0 に調整する。この液 700mL にアセトニトリル 300mL を加える。

流量：ネモナプリドの保持時間が約 7 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ネモナプリドの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 10μL から得たネモナプリドのピーク面積が標準溶液のネモナプリドのピーク面積の 8～12% になることを確認する。

システムの性能：本品 5mg 及び塩酸ニカルジピン 0.025g をメタノール 100mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ネモナプリド、ニカルジピンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。
システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ネモナプリドのピーク面積の相対標準偏差は 3% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下(1g, 105℃, 2 時間)。

含量 99.0% 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.6g を精密に量り、酢酸 (100)50mL に溶かし、0.1mol/L 過塩素酸で滴定する(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 = 38.790mg $C_{21}H_{26}ClN_3O_2$

塩酸ニカルジピン $C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ (日局)。

ハロペリドール細粒

Haloperidol Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約 3mg 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 $0.45\mu m$ 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として $60^\circ C$ で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.017g 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、水を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $100\mu L$ 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、それぞれの液のハロペリドールのピーク面積 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。

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : 定量用ハロペリドールの量(mg)

W_T : ハロペリドール細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に $5\mu m$ 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：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95g を水 900mL に溶かし、希塩酸を加え pH3.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 250mL にメタノール 750mL を加え、更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0g を加えて溶かす。

流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

システムの適合性

システムの性能：標準溶液 $100\mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、ハロペリドールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000

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，ハロペリドール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
10mg/g	60 分	70% 以上

定量用ハロペリドール ハロペリドール(日局).

ハロペリドール錠 Haloperidol Tablets

溶出試験 a 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、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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約 0.83 μ g 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 とし、試料溶液とする。別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.017g 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、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 200mL 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、それぞれの液のハロペリドールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格 a を満たすときは適合とする。

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : 定量用ハロペリドールの量(mg)

C : 1 錠中のハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

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：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95g を水 900mL に溶かし、希塩酸を加え pH3.5 に調整した後、水を加えて 1000mL とする。この液 250mL にメタノール 750mL を加え、更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0g を加えて溶かす。

流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

システムの適合性

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、ハロペリドールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000

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、ハロペリドール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 a

表示量	規定時間	溶出率
0.75mg	30 分	75%以上
1mg	30 分	70%以上
1.5mg	15 分	75%以上
2mg	30 分	85%以上
3mg	45 分	70%以上

溶出試験 b 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、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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)約 0.83 μ g 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 とし、試料溶液とする。別に定量用ハロペリドールを酸化リン(V)を乾燥剤として 60℃で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.017g 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、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 200mL 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、それぞれの液のハロペリドールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格 b を満たすときは適合とする。

ハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : 定量用ハロペリドールの量(mg)

C : 1 錠中のハロペリドール($C_{21}H_{23}ClFNO_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245nm)

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：クエン酸三ナトリウム二水和物 2.95g を水 900mL に溶かし，希塩酸を加え pH3.5 に調整した後，水を加えて 1000mL とする．この液 250mL にメタノール 750mL を加え，更にラウリル硫酸ナトリウム 1.0g を加えて溶かす．

流量：ハロペリドールの保持時間が約 9 分になるように調整する．

システムの適合性

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，ハロペリドールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 4000 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，ハロペリドール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 b

表示量	規定時間	溶出率
1mg	15 分	85%以上
2mg	15 分	80%以上

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に，酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え，pH4.0 に調整する．

定量用ハロペリドール ハロペリドール(日局)．

ヒベンズ酸クロルプロマジン散 Chlorpromazine Hibenstate Powder

溶出試験 本品の表示量に従いヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約 0.16g に対応する量を精密に量り、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 5mL 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、試料溶液とする。別にヒベンズ酸クロルプロマジン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL 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につき、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 254nm 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。

ヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 720$$

W_s : ヒベンズ酸クロルプロマジン標準品の量(mg)

W_T : ヒベンズ酸クロルプロマジン散の秤取量(g)

C : 1g 中のヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
158mg/g	45 分	70%以上

ヒベンズ酸クロルプロマジン標準品 「ヒベンズ酸クロルプロマジン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)99.0%以上を含むもの。

ヒベンズ酸クロルプロマジン顆粒 Chlorpromazine Hibenzate Granules

溶出試験 本品の表示量に従いヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)約 0.16g に対応する量を精密に量り、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 5mL 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、試料溶液とする。別にヒベンズ酸クロルプロマジン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かした後、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL 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につき、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 254nm 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。

ヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 720$$

W_s : ヒベンズ酸クロルプロマジン標準品の量(mg)

W_T : ヒベンズ酸クロルプロマジン顆粒の秤取量(g)

C : 1g 中のヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
157.7mg/g	90 分	80%以上

ヒベンズ酸クロルプロマジン標準品 「ヒベンズ酸クロルプロマジン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、ヒベンズ酸クロルプロマジン($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$)99.0%以上を含むもの。