イブプロフェンピコノール軟膏

Ibuprofen Piconol Ointment

本品は定量するとき，表示量の 95.0～105.0%に対応するイブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$：297.39)を含む.

製法　本品は「イブプロフェンピコノール」をとり，軟膏剤の製法により製する.

確認試験　本品の表示量に従い「イブプロフェンピコノール」50mgに対応する量をとり，メタノール 10mLを加え，水浴中で 60℃に加温してよく振り混ぜ，冷後，ろ過する．ろ液 1mLをとり，メタノールを加えて 100mLとし，試料溶液とする．別にイブプロフェンピコノール 50mgをメタノール 10mLに溶かし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液 10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／酢酸エチル／酢酸(100)混液(15：5：1)を展開溶媒として約 13cm展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長 254nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

定量法　本品のイブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)約 15mgに対応する量を精密に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロラン 10mLを加え，激しく振り混ぜた後，内標準溶液 10mLを正確に加える．更にメタノールを加えて 30mLとし, 激しく振り混ぜた後, 孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用イブプロフェンピコノール(別途「イブプロフェンピコノール」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約 0.15gを精密に量り，液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフランに溶かし，正確に 100mLとする．この液 10mLを正確に量り，内標準溶液 10mLを正確に加えた後，メタノールを加えて 30mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5μLにつき，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，内標準物質のピーク面積に対するイブプロフェンピコノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)の量(mg)＝M_S × Q_T／Q_S × 1／10

M_S：脱水物に換算した定量用イブプロフェンピコノールの秤取量(mg)

内標準溶液　トリフェニルメタンのメタノール溶液(1→200)

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 15cm のステンレス管に 5μm 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：メタノール／pH4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(3：1)

流量：イブプロフェンピコノールの保持時間が約 6.5 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 5μL につき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェンピコノール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 8 以上である.

システムの再現性：標準溶液 5μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するイブプロフェンピコノールのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0%以下である.

貯法

保存条件　　遮光して保存する.

容器　　気密容器.

9．41 試薬･試液の項に次を追加する.

イブプロフェンピコノール，定量用　$C_{19}H_{23}NO_2$　〔医薬品各条，「イブプロフェンピコノール」ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，イブプロフェンピコノール($C_{19}H_{23}NO_2$)99.0%以上を含み，次の試験に適合するもの〕

純度試験　類縁物質　本品 0.15g を移動相に溶かし, 100mL とする. この液 10mL を量り, 移動相を加えて 30mL 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 100mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5μL 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，試料溶液のイブプロフェンピコノール以外のピークの合計面積は，標準溶液のイブプロフェンピコノールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「イブプロフェンピコノール軟膏」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：イブプロフェンピコノールの保持時間の約 2 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 20mL とする．この液 5μL から得たイブプロフェンピコノールのピーク面積が，標準溶液のイブプロフェンピコノールのピーク面積の 3.5～6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液 5μL につき，上記の条件で操作するとき，イブプロフェンピコノ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 5000 段以上，1.3 以下である．

システムの再現性：標準溶液 5μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，イブプロフェンピコノールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

イブプロフェンピコノール $C_{19}H_{23}NO_2$ 〔医薬品各条〕

トリフェニルメタン $C_{19}H_{16}$ 白色～微黄色の結晶性の粉末である．

融点〈*2.60*〉 93～95℃