アゼラスチン塩酸塩顆粒

Azelastine Hydrochloride Granules

塩酸アゼラスチン顆粒

本品は定量するとき，表示量の 93.0 ～ 107.0%に対応するアゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl：418.36）を含む．

製 法 本品は「アゼラスチン塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験 本品の表示量に従い「アゼラスチン塩酸塩」2 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え，30 分間超音波処理し，冷後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す．

溶 出 性〈*6.10*〉 試験液に pH 4.0 の 0.05 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900 mL を用い，パドル法により，毎分 50 回転で試験を行うとき，本品の 45 分間の溶出率は 80%以上である．

本品の表示量に従いアゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl）約 1 mg に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.5 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．別に定量用塩酸アゼラスチンを 105℃で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，試験液に溶かし，正確に 250 mL とする．この液 1 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL 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，それぞれの液のアゼラスチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

アゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl）の表示量に対する溶出率（%）

$$= (W_S / W_T) \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times (9 / 5)$$

W_S：定量用塩酸アゼラスチンの秤取量（mg）

W_T：本品の秤取量（g）

C：1 g 中のアゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl）の表示量（mg）

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，アゼラスチ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，1.5 以下である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，アゼラスチンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である．

粒 度〈*6.03*〉 試験を行うとき，適合する．

定 量 法 本品のアゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl）約 2 mg に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 20 分間超音波処理し，エタノール（99.5）40 mL を加えた後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用塩酸アゼラスチンを 105℃で 2 時間乾燥し，その約 50 mg を精密に量り，水に溶かし，正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確にとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする．この液 10 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL 及びエタノール（99.5）40 mL を加えた後，内標準溶液 5 mL を正確に加え，更にエタノール（99.5）を加えて 100 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 20 μL 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アゼラスチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

アゼラスチン塩酸塩（$C_{22}H_{24}ClN_3O$・HCl）の量（mg）

$$= W_S \times (Q_T / Q_S) \times (1 / 25)$$

W_S：定量用塩酸アゼラスチンの秤取量（mg）

内標準溶液 パラオキシ安息香酸-2-エチルヘキシル 0.2 g をエタノール（99.5）に溶かし，100 mL とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：285 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：アセトニトリル/ラウリル硫酸ナトリウムの薄めた酢酸（100）（1 → 250）溶液（1 → 500）混液（11：9）

流量：アゼラスチンの保持時間が約 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 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アゼラスチン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である．

システムの再現性：標準溶液 20 μL 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アゼラスチン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　容　　器　気密容器．

9．41 試薬･試液の項に次を追加する．

塩酸アゼラスチン，定量用　$C_{22}H_{24}ClN_3O \cdot HCl$　〔医薬品各条，「アゼラスチン塩酸塩」〕