

フェキソフェナジン塩酸塩錠

Fexofenadine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95.0～105.0%に対応するフェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$: 538.12)を含む。

製法 本品は「フェキソフェナジン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「フェキソフェナジン塩酸塩」40mg に対応する量を取り、メタノール 100mL を加え、よく振り混ぜる。この液をろ過し、初めのろ液 10mL を除き、次のろ液につき、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 257～261nm に吸収の極大を示す。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、薄めた酢酸(100) (17→10000) $V/5$ mLを加え、崩壊するまで振り混ぜる。次に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル $3V/5$ mLを加え、よく振り混ぜた後、1mL中にフェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$)約 0.3mgを含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/薄めた酢酸(100) (17→10000)混液 (3 : 1)を加えて正確に V mLとする。この液 5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 100mLとし、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 2mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にフェキソフェナジン塩酸塩標準品(別途「フェキソフェナジン塩酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約 50mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/薄めた酢酸(100) (17→10000)混液(3 : 1)に溶かし、正確に 200mLとする。この液 6mL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。以下定量法を準用する。

フェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 3V / 500$

M_S : 脱水物に換算したフェキソフェナジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性 (6.10) 試験液に水 900mL 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 30 分間の溶出率は 80%以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 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中にフェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$)約 30 μ gを含む液となるように水を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とする。別にフェキソフェナジン塩酸塩標準品(別途「フェキソフェナジン塩酸塩」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約 30mgを精密に量り、メタノール 5mLに溶かし、水を加えて正確に 100mLとする。この液 5mLを正確に量り、水を加えて正確に 50mL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ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のフェキソフェナジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

フェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

= $M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S : 脱水物に換算したフェキソフェナジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のフェキソフェナジン塩酸塩($C_{32}H_{39}NO_4 \cdot HCl$)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 10cm 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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.1g, リン酸 0.3mL 及び過塩素酸ナトリウム 0.5g を水 300mL に溶かし、液体クロマトグラフィー用アセトニトリル 700mL を加える。

流量 : フェキソフェナジンの保持時間が約 3.5 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 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フェキソフェナジ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、フェキソフェナジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

47 **定量法** 本品 20 個をとり、薄めた酢酸(100)(17→10000) V/5mLを加え、錠剤が崩壊するまで振り混ぜる。次に液
48 体クロマトグラフィー用アセトニトリル 3V/5mLを加え、よく振り混ぜた後、1mL中にフェキソフェナジン塩酸塩
49 (C₃₂H₃₉NO₄・HCl)約 1.2mgを含む液となるように液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/薄めた酢酸(100)(17
50 →10000)混液(3:1)を加えて正確に V mLとする。この液 15mLを正確に量り、移動相を加えて正確に 50mLとする。
51 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、孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ
52 過する。初めのろ液 2mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にフェキソフェナジン塩酸塩標準品(別途「フェキ
53 ソフェナジン塩酸塩」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約 45mgを精密に量り、液体クロマトグラフィー
54 用アセトニトリル/薄めた酢酸(100)(17→10000)混液(3:1)に溶かし、正確に 200mLとする。この液 20mLを正確に
55 量り、移動相を加えて正確に 250mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20μLずつを正確にとり、次の条
56 件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液のフェキソフェナジンのピーク面積A_T及びA_S
57 を測定する。

58 本品 1 個中のフェキソフェナジン塩酸塩(C₃₂H₃₉NO₄・HCl)の量(mg)=M_S × A_T/A_S × V/750

59 M_S : 脱水物に換算したフェキソフェナジン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

60 試験条件

61 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

62 カラム：内径 4.6mm、長さ 25cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを
63 充てんする。

64 カラム温度：35℃付近の一定温度

65 移動相：薄めた酢酸(100)(17→10000)1000mLにトリエチルアミン/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル
66 混液(1:1)15mLを加えた後、リン酸を加えて pH5.25 に調整した液 16 容量に液体クロマトグラフィー用アセ
67 トニトリル 9 容量を加える。

68 流量：フェキソフェナジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能：標準溶液 20μLにつき、上記の条件で操作するとき、フェキソフェナジンのピークの理論段数
71 及びシンメトリー係数は、それぞれ 7000 段以上、2.0 以下である。

72 システムの再現性：標準溶液 20μLにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フェキソフェナジンのピー
73 ク面積の相対標準偏差は 1.0%以下である。

74 **貯法** 容器 気密容器。

75

76