

いて調製し、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後、110°C で約 30 分間乾燥する。これに試料溶液及び標準溶液 15  $\mu$ L ずつをスポットする。次にクロロホルム/シクロヘキサン/メタノール/酢酸 (100) 混液 (6:4:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド・  
メタノール液 1 mL  
= 22.327 mg  $C_{12}H_{17}NO_3$

貯法 容器 気密容器。

## ブフェキサマク軟膏

Bufexamac Ointment

ブフェキサマク軟膏

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するブフェキサマク ( $C_{12}H_{17}NO_3$ : 223.27) を含む。

製法 本品は「ブフェキサマク」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「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量を取り、テトラヒドロフラン 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、更にエタノール (99.5) 5 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL 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法により試験を行う。薄層板は薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製し、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るまで噴霧した後、110°C で約 30 分間乾燥する。これに試料溶液及び標準溶液 5  $\mu$ L ずつをスポットする。次にペンタン/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (7:4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (III) 試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、赤褐色を呈し、それらの  $R_f$  値は等しい。

定量法 本品のブフェキサマク ( $C_{12}H_{17}NO_3$ ) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、テトラヒドロフラン 40 mL を加え、40°C に加温し、振り混ぜて溶かし、冷後、更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 mL とし、ろ過する。更に必要ならば孔径 0.45  $\mu$ m のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ブフェキサマクを 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g

を精密に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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、内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

ブフェキサマク ( $C_{12}H_{17}NO_3$ ) の量 (mg)  
= 定量用ブフェキサマクの量 (mg)  $\times \frac{Q_T}{Q_S}$

内標準溶液 ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液 (1 → 5000)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 275 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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: 25°C 付近の一定温度

移動相: 1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし、メタノール 400 mL, アセトニトリル 400 mL 及び酢酸 (100) 8 mL を加える。

流量: ブフェキサマクの保持時間が約 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  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ブフェキサマク、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 20  $\mu$ L 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ブフェキサマク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。

## ブフェキサマク乳剤性軟膏

Bufexamac Cream

ブフェキサマククリーム

ブフェキサマククリーム

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するブフェキサマク ( $C_{12}H_{17}NO_3$ : 223.27) を含む。

製法 本品は「ブフェキサマク」をとり、軟膏剤の製法により製する。

性状 本品は白色である。

pH: 4.0 ~ 6.0

確認試験 本品の表示量に従い「ブフェキサマク」0.05 g に対応する量を取り、テトラヒドロフラン 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量用ブフェキサマク 0.05 g をメタノール 10 mL 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法により試験を行う。薄層板は薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製し、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液を薄層板の表面が均等に湿るま

で噴霧した後、110℃で約30分間乾燥する。これに試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつをスポットする。次にペンタン/酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (7:4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (Ⅲ) 試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、赤褐色を呈し、それらの  $R_f$  値は等しい。

**定量法** 本品のブフェキサマク ( $C_{12}H_{17}NO_3$ ) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 40 mL に溶かし、更にメタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 mL とした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ブフェキサマクを 105℃で4時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 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法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ブフェキサマク } (C_{12}H_{17}NO_3) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用ブフェキサマクの量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 ジフェニルイミダゾールのメタノール溶液 (1 → 5000)

試験条件

検出器：紫外分光光度計 (測定波長：275 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：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 2.5 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.6 g を水 850 mL に溶かし、メタノール 400 mL、アセトニトリル 400 mL 及び酢酸 (100) 8 mL を加える。

流量：ブフェキサマクの保持時間が約 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、ブフェキサマク、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

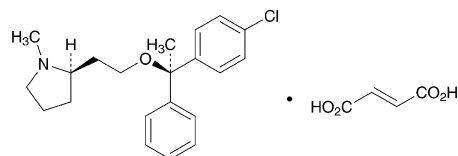
システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するブフェキサマクのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

貯法 容器 気密容器。

## フマル酸クレマスチン

Clemastine Fumarate

クレマスチンフマル酸塩



$C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$  : 459.96

(2*R*)-2-[2-[(1*R*)-1-(4-Chlorophenyl)-1-phenylethoxy]ethyl]-1-methylpyrrolidine monofumarate [14976-57-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、フマル酸クレマスチン ( $C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$ ) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又は酢酸 (100) にやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて振り混ぜて溶かすとき、液は黄色を呈する。この液を水 10 mL 中に徐々に滴加するとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品 0.01 g に発煙硝酸 1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、薄めた塩酸 (1 → 2) 2 mL 及び亜鉛粉末 0.2 g を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、ろ液に水 20 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50000) 5 mL に 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5 mL を加え、10 分間加温するとき、液は赤紫色を呈する。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

(5) 本品 0.04 g 及び薄層クロマトグラフ用フマル酸 0.01 g をとり、それぞれにエタノール (95) / 水混液 (4:1) 2 mL を加えて穏やかに加温して溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液 (90:7:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットのうち  $R_f$  値が大きい方のスポットは、標準溶液から得たスポットと  $R_f$  値が等しい。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +16 ~ +18° (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm).

融点 176 ~ 180℃ (分解).

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。