

試料 A の試験法（訂正済み）

確認試験 本品 20mL に水酸化ナトリウム試液 1mL を加え、ジエチルエーテル 10mL で抽出し、ジエチルエーテル層を分取する。この液 5mL をとり、溶媒を留去し、残留物をメタノール 5mL に溶かし、試料溶液とする。別に定量用ナファゾリン塩酸塩及び「クロルフェニラミンマレイン酸塩」0.01g ずつをそれぞれメタノール 10mL 及び 5mL に溶かし、標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする。これらの液に着き、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、標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μ L 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。次に酢酸エチル/メタノール/アセトン/アンモニア水(28)混液（20:15:10:1）を展開溶媒として約 12cm 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 2 個のスポットの Rf 値は、標準溶液（1）及び標準溶液（2）から得たそれぞれのスポットの Rf 値に等しい。

定量法 本品 5mL を正確に量り、内標準溶液 4mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25mL とし、試料溶液とする。別に 105°C で 2 時間乾燥した定量用ナファゾリン塩酸塩約 50mg 及び 105°C で 3 時間乾燥したクロルフェニラミンマレイン酸塩約 0.1g をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 4mL を正確に加え、更に移動相を加えて 25mL 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ィー<2.01>により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク面積の比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求める。

$$\text{ナファゾリン塩酸塩の表示量に対する含量 (\%)} = MSa \times \frac{QTa}{QSa} \times 2$$

$$\text{クロルフェニラミンマレイン酸塩の表示量に対する含量 (\%)} = MSb \times \frac{QTb}{Qsb}$$

MSa : 定量用ナファゾリン塩酸塩の秤取量(mg)

MSb : クロルフェニラミンマレイン酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（1 \rightarrow 10000）

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 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：40°C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 \rightarrow 1000）500mL にアセトニトリル 500mL を加えた液にラウリル硫酸ナトリウム 1g を溶かす。

流量：クロルフェニラミンの保持時間が約 10 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ナファゾリン、クロルフェニラミンの順に溶出し、それぞれの分離度が 2.0 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、内標準物質のピーク面積に対するナファゾリン及びクロルフェニラミンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ 1.0% 以下である。