ピオグリタゾン塩酸塩錠

Pioglitazone Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95.0 ～ 105.0%に対応するピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$：392.90）を含む.

製 法 本品は「ピオグリタゾン塩酸塩」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「ピオグリタゾン塩酸塩」2.8 mg に対応する量をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．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 267 ～ 271 nm 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，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて崩壊させ，メタノール 70 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，遠心分離する．上澄液 V mL を正確に量り，1 mL 中にピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）約 26 μg を含む液となるようにメタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（9：1）を加え，正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品（別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 33 mg を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びメタノールに溶かし，正確に 100 mL とする．この液 4 mL を正確に量り，メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（9：1）を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（9：1）を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

ピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）の量（mg）＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (2 / 25)$

W_S：ピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

溶 出 性〈*6.10*〉 試験液に 0.2 mol/L 塩酸試液 50 mL に塩化カリウム溶液（3 → 20）150 mL 及び水を加えて 1000 mL とし，5 mol/L 塩酸試液を加えて pH 2.0 に調整した液 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 1 個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液 10 mL をとり，孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液 5 mL を除き，次のろ液 V mL を正確に量り，表示量に従い 1 mL 中にピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）約 18 μg を含む液となるように，試験液を加えて正確に V' mL とし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品（別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 23 mg を精密に量り，メタノール 10 mL に溶かし，試験液を加えて正確に 50 mL とする．この液 2 mL を正確に量り，試験液を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

ピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）の表示量に対する溶出率（%）
＝ $W_S \times (A_T / A_S) \times (V' / V) \times (1 / C) \times 72$

W_S：ピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量（mg）
C：1 錠中のピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）の表示量（mg）

定 量 法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．ピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）約 25 mg に対応する量を精密に量り，メタノール 45 mL を加え，内標準溶液 5 mL を正確に加え，超音波処理して分散させた後，遠心分離する．上澄液 2 mL をとり，移動相を加えて 20 mL とし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品（別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく）約 25 mg を精密に量り，メタノール 45 mL に溶かした後，内標準溶液 5 mL を正確に加える．この液 2 mL を量り，移動相を加えて 20 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ピオグリタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

ピオグリタゾン塩酸塩（$C_{19}H_{20}N_2O_3S\cdot HCl$）の量（mg）＝ $W_S \times (Q_T / Q_S)$

W_S：ピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量（mg）

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液（1 → 750）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：269 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：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム溶液（77 → 10000）/アセトニトリル/酢酸（100）混液（25：25：1）

流量：ピオグリタゾンの保持時間が約 7 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，ピオグリタゾン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は 10 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ピオグリタゾ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.

9．01 標準品の(1)の項に次を追加する.

ピオグリタゾン塩酸塩標準品 製剤均一性，溶出性，定量法