

1 ラフチジン錠

2 Lafutidine Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 ラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S : 431.55)を含む。

5 **製法** 本品は「ラフチジン」をとり、錠剤の製法により製す
6 る。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「ラフチジン」10 mgに対応する
8 量をとり、メタノール10 mLを加え、よく振り混ぜた後、遠
9 心分離する。上澄液5 mLにメタノールを加えて100 mLとし
10 た液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペ
11 クトルを測定するとき、波長271～275 nmに吸収の極大を
12 示す。

13 **純度試験** 類縁物質 本品10個をとり、移動相4V/5 mLを加
14 えて超音波処理により崩壊させ、更に30分間以上激しく振
15 り混ぜた後、1 mL中にラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)約1 mgを
16 含む液となるように移動相を加えてV mLとする。この液を
17 遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。この液1 mLを正確
18 に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とす
19 る。試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にとり、次の条
20 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。そ
21 れぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定す
22 るとき、試料溶液のラフチジン及びラフチジンに対する相対保
23 持時間約0.85のピーク以外のピークの面積は、標準溶液のラ
24 フチジンのピーク面積の1/5より大きくない。また、試料
25 溶液のラフチジン及びラフチジンに対する相対保持時間約
26 0.85のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のラフチ
27 ジンのピーク面積の3/5より大きくない。

試験条件

29 カラム、カラム温度、移動相及び流量は、定量法の試験
30 条件を準用する。

31 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

32 面積測定範囲：ラフチジンの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

34 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
35 えて正確に20 mLとする。この液5 μLから得たラフ
36 チジンのピーク面積が、標準溶液のラフチジンのピー
37 ク面積の3.5～6.5%になることを確認する。

38 システムの性能：標準溶液5 μLにつき、上記の条件で
39 操作するとき、ラフチジンのピークの理論段数及びシ
40 ンメトリー係数は、それぞれ8000段以上、1.5以下で
41 ある。

42 システムの再現性：標準溶液5 μLにつき、上記の条件
43 で試験を6回繰り返すとき、ラフチジンのピーク面積
44 の相対標準偏差は2.0%以下である。

45 **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
46 き、適合する。

47 本品1個をとり、1 mL中にラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)約2
48 mgを含む液となるように内標準溶液V mLを正確に加え、
49 超音波処理により崩壊させ、更に30分間激しく振り混ぜる。
50 この液を遠心分離し、上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブ
51 ランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用
52 ラフチジンをデシケーター(減圧・0.7 kPa以下、酸化リン

53 (V)で4時間乾燥し、その約0.1 gを精密に量り、内標準溶液
54 50 mLを正確に加えて溶かし、標準溶液とする。以下定量法
55 を準用する。

56 ラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)の量(mg)
57
$$= M_s \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

58 M_s : 定量用ラフチジンの秤取量(mg)

59 内標準溶液 アミノ安息香酸エチルのアセトニトリル/水
60 混液(4 : 1)溶液(3→10000)

61 **溶出性**(6.10) 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パドル
62 法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の
63 溶出率は75%以上である。

64 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
65 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
66 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mLを
67 正確に量り、1 mL中にラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)約5.6 μgを
68 含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし、試
69 料溶液とする。別に定量用ラフチジンをデシケーター(減
70 圧・0.7 kPa以下、酸化リン(V))で4時間乾燥し、その約25
71 mgを精密に量り、試験液に溶かし、正確に100 mLとする。
72 この液2 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100 mLと
73 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μLずつを正
74 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)によ
75 り試験を行い、それぞれの液のラフチジンのピーク面積A_T
76 及びA_Sを測定する。

77 ラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)の表示量に対する溶出率(%)
78
$$= M_s \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$$

79 M_s : 定量用ラフチジンの秤取量(mg)

80 C : 錠中のラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)の表示量(mg)

試験条件

81 定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

84 システムの性能：標準溶液25 μLにつき、上記の条件で
85 操作するとき、ラフチジンのピークの理論段数及びシ
86 ンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、1.5以下で
87 ある。

88 システムの再現性：標準溶液25 μLにつき、上記の条件
89 で試験を6回繰り返すとき、ラフチジンのピーク面積
90 の相対標準偏差は2.0%以下である。

91 **定量法** 本品20個をとり、内標準溶液を4V/5 mL加え、超音
92 波処理により崩壊させ、更に30分間激しく振り混ぜる。1
93 mL中にラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)約2 mgを含む液となるよ
94 うに内標準溶液を加えて正確にV mLとする。この液を遠心
95 分離し、上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
96 ーでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用ラフチジンを
97 デシケーター(減圧・0.7 kPa以下、酸化リン(V))で4時間乾
98 燥し、その約0.1 gを精密に量り、内標準溶液に溶かし、正
99 確に50 mLとし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5
100 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)に
101 より試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するラフチジ
102 ンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

103 本品1個中のラフチジン(C₂₂H₂₉N₃O₄S)の量(mg)

2 ラフチジン錠 (043-1112.pdf)

104 $= M_s \times Q_r / Q_s \times V / 1000$

105 M_s : 定量用ラフチジンの秤取量(mg)

106 内標準溶液 アミノ安息香酸エチルのアセトニトリル/水
107 混液(4 : 1)溶液(3→10000)

108 試験条件

109 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 275 nm)

110 カラム : 内径6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
111 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化
112 シリカゲルを充填する.

113 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

114 移動相 : 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム0.87 gを薄
115 めたリン酸(1→1000)1000 mLに溶かす. この液850
116 mLにアセトニトリル150 mLを加える.

117 流量 : ラフチジンの保持時間が約15分になるように調
118 整する.

119 システム適合性

120 システムの性能 : 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件で
121 操作するとき, ラフチジン, 内標準物質の順に溶出し,
122 その分離度は6以上である.

123 システムの再現性 : 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件
124 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
125 に対するラフチジンのピーク面積の比の相対標準偏差
126 は1.0%以下である.

127 貯法 容器 気密容器.

128 -----

129

130 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

131

132 **ラフチジン, 定量用** $C_{22}H_{29}N_3O_4S$ [医薬品各条, 「ラフチ
133 ジン」ただし, 乾燥したものを定量するとき, ラフチジン
134 ($C_{22}H_{29}N_3O_4S$)99.5%以上を含むもの]