セファレキシン複合顆粒

Cefalexin Combination Granules

本品は1包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ90.0～110.0 %に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験　本品を粉末とし，表示全力価に従い「セファレキシン」30 mg (力価)に対応する量をとり，水100 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2 mLに水を加えて20 mLとする．この液につき，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260～264 nmに吸収の極大を示す．

水分〈2.48〉　5.0 %以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

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．

（1）　全力価　本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加え，10分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約2 mg (力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg (力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

（2）　胃溶性顆粒の力価　本品1包をとり，その内容物の全量を取り出し，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加え，5分間緩やかに振り混ぜ，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約0.6 mg (力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液7 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg (力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1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30分間の溶出率は25～35 %である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約22 μg (力価)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．別にセファレキシン標準品約22 mg (力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)

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

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

C：1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg (力価)]

また，試験液に溶出試験第2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，200 mg (力価)製剤の60分間の溶出率は80 %以上であり，500 mg (力価)製剤の45分間の溶出率は75 %以上である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示全力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約22 μg (力価)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．別にセファレキシン標準品約22 mg (力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)

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

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

C：1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg (力価)]

定量法

（1）　全力価　本品20包以上をとり，その内容物を粉末とし，「セファレキシン」約0.5 g (力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液150 mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に250 mLとし，遠心分離する．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20 mg (力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリ

ン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg (力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.0 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に3 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塡する．

カラム温度：25 ℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整する．この液800 mLにメタノール200 mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約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10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，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10 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セファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0 %以下である．

（２）　胃溶性顆粒の力価　本品20包以上をとり，表示された胃溶性顆粒の力価に従い，「セファレキシン」約0.3 g (力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液200 mLを加えて，5分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に300 mLとし，遠心分離する．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg (力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

貯法　容器　気密容器.