

イブプロフェンピコノールクリーム

Ibuprofen Piconol Cream

本品は定量するとき、表示量の 95.0～105.0%に対応するイブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂ : 297.39)を含む。

製法 本品は「イブプロフェンピコノール」をとり、クリーム剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「イブプロフェンピコノール」50mgに対応する量を取り、メタノール 10mLを加え、水浴中で加温してよく振り混ぜ、冷後、ろ過する。ろ液を試料溶液とする。別にイブプロフェンピコノール 50mgをメタノール 10mL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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10μL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。次にヘキサン/酢酸エチル/酢酸(100)混液(15 : 5 : 1)を展開溶媒として約 13cm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、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

pH 別に規定する。

定量法 本品のイブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂)約 15mgに対応する量を精密に量り、液体クロマトグラフィー用テトラヒドロラン 10mLを加え、激しく振り混ぜた後、内標準溶液 10mLを正確に加える。更にメタノールを加えて 30mLとし、激しく振り混ぜた後、孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に定量用イブプロフェンピコノール(別途「イブプロフェンピコノール」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約 0.15gを精密に量り、液体クロマトグラフィー用テトラヒドロランに溶かし、正確に 100mLとする。この液 10mLを正確に量り、内標準溶液 10mLを正確に加えた後、メタノールを加えて 30mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5μL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イブプロフェンピコノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S : 脱水物に換算した定量用イブプロフェンピコノールの秤取量(mg)

内標準溶液 トリフェニルメタンのメタノール溶液(1→200)

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 5μm 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℃付近の一定温度

移動相 : メタノール/pH4.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(3 : 1)

流量 : イブプロフェンピコノールの保持時間が約 6.5 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 5μLにつき、上記の条件で操作するとき、イブプロフェンピコノール、内標準物質の順で溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 5μL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イブプロフェンピコノールのピーク面積比の相対標準偏差は 1.0%以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

イブプロフェンピコノール C₁₉H₂₃NO₂ [医薬品各条]

イブプロフェンピコノール, 定量用 C₁₉H₂₃NO₂ [医薬品各条, 「イブプロフェンピコノール」ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、イブプロフェンピコノール(C₁₉H₂₃NO₂)99.0%以上を含み、次の試験に適合するもの]

46 純度試験 類縁物質 本品 0.15g を移動相に溶かし 100mL とする. この液 10mL を量り, 移動相を加えて 30mL
47 とし, 試料溶液とする. この液 1mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする. 試料溶
48 液及び標準溶液 5 μ L ずつを正確にとり, 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. それぞれ
49 の液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のイブプロフェンピコノール以外のピークの
50 合計面積は, 標準溶液のイブプロフェンピコノールのピーク面積より大きくない.

51 試験条件

52 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は「イブプロフェンピコノール軟膏」の定量法の試験条件を準
53 用する.

54 面積測定範囲: イブプロフェンピコノールの保持時間の約 2 倍の範囲

55 システム適合性

56 検出の確認: 標準溶液 1mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 20mL とする. この液 5 μ L から得たイブブ
57 ロフェンピコノールのピーク面積が, 標準溶液のイブプロフェンピコノールのピーク面積の 3.5~6.5% にな
58 ることを確認する.

59 システムの性能: 標準溶液 5 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, イブプロフェンピコノールのピークの
60 理論段数及びシンメトリー係数は, それぞれ 5000 段以上, 1.3 以下である.

61 システムの再現性: 標準溶液 5 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, イブプロフェンピコノー
62 ルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である.

63 **トリフェニルメタン** C₁₉H₁₆ 白色~微黄色の結晶性の粉末である.

64 融点 (2.60) 93~95°C

65

66