

1 ドキシサイクリン塩酸塩錠

2 Doxycycline Hydrochloride Tablets

3 塩酸ドキシサイクリン錠

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0 %に
5 対応するドキシサイクリン(C₂₂H₂₄N₂O₈ : 444.43)を含む。

6 **製法** 本品は「ドキシサイクリン塩酸塩水和物」をとり、錠剤
7 の製法により製する。

8 **確認試験** 本品を粉末とし、「ドキシサイクリン塩酸塩水和
9 物」1 mg (力価)に対応する量を取り、0.01 mol/L塩酸・メ
10 タノール試液を加えて100 mLとし、よく振り混ぜ、ろ過す
11 る。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収
12 スペクトルを測定するとき、波長266～271 nm及び347～
13 353 nmに吸収の極大を示す。

14 **純度試験** 4-エピドキシサイクリン 定量法の試料溶液を試
15 料溶液とする。この液2 mLを正確に量り、0.01 mol/L塩酸
16 試液を加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶
17 液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体ク
18 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液
19 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
20 溶液のドキシサイクリンに対する相対保持時間約0.6のピー
21 ク面積は、標準溶液のドキシサイクリンのピーク面積の1.5
22 倍より大きくない。

23 **試験条件**

24 定量法の試験条件を準用する。

25 **システム適合性**

26 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、0.01 mol/L
27 塩酸試液を加えて正確に20 mLとする。この液10 µL
28 から得たドキシサイクリンのピーク面積が、標準溶液
29 のドキシサイクリンのピーク面積の7～13 %になるこ
30 とを確認する。

31 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
32 操作するとき、ドキシサイクリンのピークの理論段数
33 及びシンメトリー係数は、それぞれ2200段以上、1.6
34 以下である。

35 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
36 で試験を6回繰り返すとき、ドキシサイクリンのピー
37 ク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

38 **製剤均一性** (6.02) 質量偏差試験又は次の方法による含量均
39 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

40 本品1個をとり、0.01 mol/L塩酸試液を加え、超音波処理
41 した後、15分間振り混ぜ、1 mL中にドキシサイクリン塩酸
42 塩約1 mg (力価)を含む液となるように0.01 mol/L塩酸試液
43 を加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離し、上澄液
44 を孔径0.45 µm以下のメンブランフィルターでろ過し、初め
45 のろ液10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。以下定量
46 法を準用する。

47 ドキシサイクリン(C₂₂H₂₄N₂O₈)の量[mg (力価)]

$$48 = M_S \times A_T / A_S \times V / 20$$

49 M_S : ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg (力価)]

50 **溶出性** (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
51 毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は

52 85 %以上である。

53 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
54 20 mL以上をとり、孔径0.45 µm以下のメンブランフィルタ
55 ーでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液V mL
56 を正確に量り、1 mL中に「ドキシサイクリン塩酸塩水和
57 物」約11 µg (力価)を含む液となるように水を加えて正確に
58 V' mLとし、試料溶液とする。別にドキシサイクリン塩酸
59 塩標準品約22 mg (力価)に対応する量を精密に量り、水に溶
60 かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水
61 を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
62 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試
63 験を行い、波長274 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

64 ドキシサイクリン(C₂₂H₂₄N₂O₈)の表示量に対する溶出率(%)
65 $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

66 M_S : ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg (力価)]

67 C : 1 錠中のドキシサイクリン(C₂₂H₂₄N₂O₈)の表示量[mg
68 (力価)]

69 **定量法** 本品10個をとり、0.01 mol/L塩酸試液を加え、超音波
70 処理した後、15分間振り混ぜ、1 mL中にドキシサイクリン
71 塩酸塩約2 mg (力価)を含む液となるように0.01 mol/L塩酸
72 試液を加えて正確にV mLとする。この液を必要ならば遠心
73 分離し、上澄液10 mLを正確にとり、0.01 mol/L塩酸試液で
74 正確に20 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液を孔径
75 0.45 µm以下のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液
76 10 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にドキシサイ
77 クリン塩酸塩標準品約20 mg (力価)に対応する量を精密に量
78 り、0.01 mol/L塩酸試液に溶かし、正確に20 mLとし、標準
79 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、
80 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
81 い、それぞれの液のドキシサイクリンのピーク面積A_T及び
82 A_Sを測定する。

83 本品1個中のドキシサイクリン(C₂₂H₂₄N₂O₈)の量[mg (力価)]
84 $= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

85 M_S : ドキシサイクリン塩酸塩標準品の秤取量[mg (力価)]

86 **試験条件**

87 検出器：紫外吸光度計(測定波長：270 nm)

88 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
89 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
90 化シリカゲルを充填する。

91 カラム温度：30℃付近の一定温度

92 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.0 gを水450
93 mLに溶かす。この液にメタノール/N,N-ジメチル
94 -n-オクチルアミン混液(550 : 3) 553 mLを加えた
95 後、水酸化ナトリウム溶液(43→200)を加えてpH 8.0
96 に調整する。

97 流量：ドキシサイクリンの保持時間が約6分になるよう
98 に調整する。

99 **システム適合性**

100 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
101 操作するとき、ドキシサイクリンのピークの理論段数
102 及びシンメトリー係数は、それぞれ2200段以上、1.6

- 103 以下である。
- 104 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
- 105 で試験を6回繰り返すとき、ドキシサイクリンのピー
- 106 ク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である。
- 107 **貯法** 容器 気密容器。
- 108
- 109