

1 セファレキシン複合顆粒

2 製法, 確認試験, 製剤均一性, 溶出性及び定量法の項を次のように改める.

4 製法 本品は「セファレキシン水和物」をとり、顆粒剤の製法
5 により製し、分包する.

6 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
7 水和物」30 mg(力価)に対応する量を取り、水100 mLを加
8 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
9 に水を加えて20 mLとする. この液につき、紫外可視吸光度
10 測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長
11 260 ~ 264 nmに吸収の極大を示す.

12 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
13 き、適合する.

14 (1) 全力価 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、
15 少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉碎した
16 後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V/5 mLを加え、
17 10分間激しく振り混ぜ、表示全力価に従い1 mL中に「セ
18 ファレキシン水和物」約2 mg(力価)を含む液となるように
19 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
20 し、遠心分離する. 上澄液2 mLを正確に量り、内標準溶液
21 20 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝
22 液を加えて200 mLとし、試料溶液とする. 以下定量法(1)全
23 力価を準用する.

24 セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の量[mg(力価)]
25 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

26 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

27 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
28 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

29 (2) 胃溶性顆粒の力価 本品1包をとり、その内容物の全
30 量を取り出し、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V/5
31 mLを加え、5分間緩やかに振り混ぜ、表示された胃溶性顆
32 粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン水和物」約0.6
33 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
34 緩衝液を加えて正確にV mLとし、遠心分離する. 上澄液7
35 mLを正確に量り、内標準溶液20 mLを正確に加えた後、pH
36 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし、試料
37 溶液とする. 以下定量法(1)全力価を準用する.

38 セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の量[mg(力価)]
39 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$

40 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

41 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
42 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

43 溶出性 (6.10) 試験液に溶出試験第1液900 mLを用い、パド
44 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間
45 の溶出率は25 ~ 35%である.

46 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、試験を開始し、
47 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
48 のメンブランフィルターでろ過する. 初めのろ液10 mL以上
49 を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示された胃溶性顆

50 粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン水和物」約22
51 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
52 とし、試料溶液とする. 別にセファレキシン標準品約22
53 mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に溶かし、正
54 確に50 mLとする. この液5 mLを正確に量り、試験液を加
55 えて正確に100 mLとし、標準溶液とする. 試料溶液及び標
56 準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を
57 行い、波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

58 セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の表示力価に対する溶出率(%)
59 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

60 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

61 C: 1包中の「セファレキシン水和物」の表示全力価
62 [mg(力価)]

63 また、試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パドル法に
64 より、毎分50回転で試験を行うとき、200 mg(力価)製剤の
65 60分間の溶出率は80%以上であり、500 mg(力価)製剤の45
66 分間の溶出率は75%以上である.

67 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、試験を開始し、
68 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
69 のメンブランフィルターでろ過する. 初めのろ液10 mL以上
70 を除き、次のろ液V mLを正確に量り、表示全力価に従い1
71 mL中に「セファレキシン水和物」約22 μg(力価)を含む液と
72 なるように試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液と
73 する. 別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に対応する
74 量を精密に量り、試験液に溶かし、正確に50 mLとする. こ
75 の液5 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に100 mLとし、
76 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
77 光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長262 nmにおける
78 吸光度A_T及びA_Sを測定する.

79 セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の表示力価に対する溶出率(%)
80 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

81 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

82 C: 1包中の「セファレキシン水和物」の表示全力価
83 [mg(力価)]

84 定量法

85 (1) 全力価 本品20包以上をとり、その内容物を粉末と
86 し、「セファレキシン水和物」約0.5 g(力価)に対応する量を
87 精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液150 mLを加
88 え、10分間激しく振り混ぜた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸
89 塩緩衝液を加えて正確に250 mLとし、遠心分離する. この
90 液2 mLを正確に量り、内標準溶液20 mLを正確に加え、pH
91 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし、試料
92 溶液とする. 別にセファレキシン標準品約20 mg(力価)に対
93 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
94 に溶かし、正確に100 mLとする. この液10 mLを正確に量
95 り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1
96 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、標準溶液とす
97 る. 試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の条件で液体ク
98 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液
99 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
100 面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

- 101 セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
 102 $= M_s \times Q_T / Q_s \times 25$
- 103 M_s : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
- 104 内標準溶液 m -ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
 105 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)
- 106 試験条件
- 107 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)
 108 カラム : 内径3.0 mm, 長さ7.5 cmのステンレス管に3
 109 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 110 化シリカゲルを充填する.
 111 カラム温度 : 25°C付近の一定温度
 112 移動相 : リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶
 113 かし, 薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整す
 114 る. この液800 mLにメタノール200 mLを加える.
 115 流量 : セファレキシンの保持時間が約6分になるように
 116 調整する.
- 117 システム適合性
- 118 システムの性能 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
 119 操作するとき, セファレキシンの内標準物質の順に溶
 120 出し, その分離度は8以上である.
 121 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件
 122 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
 123 に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準
 124 偏差は1.0%以下である.
- 125 (2) 胃溶性顆粒の力価 本品20包以上をとり, 表示され
 126 た胃溶性顆粒の力価に従い, 「セファレキシン水和物」約
 127 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
 128 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
 129 後, pH 4.5の0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に300
 130 mLとし, 遠心分離する. この液2 mLを正確に量り, 内標準
 131 溶液10 mLを正確に加え, pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝
 132 液を加えて100 mLとし, 試料溶液とする. 以下定量法(1)全
 133 力価を準用する.
- 134 セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
 135 $= M_s \times Q_T / Q_s \times 15$
- 136 M_s : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
- 137 内標準溶液 m -ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
 138 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)
 139
 140