

塩酸ロメフロキサシン 200mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 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 1 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ロメフロキサシン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 288 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ロメフロキサシン($C_{17}H_{19}F_2N_3O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900 \times \frac{351.35}{387.81}$$

W_S : 塩酸ロメフロキサシン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のロメフロキサシン($C_{17}H_{19}F_2N_3O_3$)の表示量(mg)

塩酸ロメフロキサシン標準品 $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$ (±)-1-エチル-6,8-ジフルオロ-1,4-ジヒドロ-7-(3-メチル-1-ピペラジニル)-4-オキソ-3-キノリンカルボン酸塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 本品 10 g に水 150 mL を加え、加熱して溶かし、必要ならば活性炭を加えてかき混ぜた後、熱時ろ過する。ろ液をかき混ぜながら、40 °C 以上の温度で結晶の析出を開始させる。晶析完了後、結晶をろ取し、同様の操作を行い再結晶して、得られた結晶を 105 °C で 2 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3060 cm^{-1} 、2700 cm^{-1} 、2460 cm^{-1} 、1725 cm^{-1} 、1615 cm^{-1} 及び 808 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.010g を pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液 (3 : 2) 50mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液 (3 : 2) を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 7 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。そ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るとき、試料溶液のロメフロキサシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメフロキサシンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280nm）

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ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：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール一定量に pH2.5 のリン酸塩緩衝液を加えて 1000mL とし、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87g を加え、振り混ぜて溶かし、移動相とする。ただし、メタノールの量は 370～420mL の範囲で選ぶ。

流量：ロメフロキサシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品を 105℃で 2 時間乾燥し、その 0.05g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、50mL とする。この液 5mL に pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）を加えて 50mL とする。この液 10mL にテオフィリンの pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）溶液（3→20000）10mL を加えた後、pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）を加えて 50mL とする。この液 7μL につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリン、ロメフロキサシンの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 7μL から得たロメフロキサシンのピーク高さが 5～15mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメフロキサシンの保持時間の約 2 倍の範囲
乾燥減量 0.30%以下（0.5g, 105℃, 2 時間）。

含量 99.5 %以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール・エチレングリコール混液（1：1）20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、100 °Cの油浴中で 90 分間加熱する。冷後、メタノール 10 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行う。

1mol/L 過塩素酸 1mL = 38.781mg $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$

試薬・試液

リン酸塩緩衝液, pH2.5 リン酸二水素アンモニウム 3.45g を水に溶かし 1000mL とした後、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。

塩酸ロメフロキサシン 100mg カプセル

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 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 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ロメフロキサシン標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、吸光度測定法により試験を行い、波長 288 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ロメフロキサシン($\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450 \times \frac{351.35}{387.81}$$

W_S : 塩酸ロメフロキサシン標準品の量(mg)

C : 1 カプセル中のロメフロキサシン($\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3$)の表示量(mg)

塩酸ロメフロキサシン標準品 $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{F}_2\text{N}_3\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$ (±)-1-エチル-6,8-ジフルオロ-1,4-ジヒドロ-7-(3-メチル-1-ピペラジニル)-4-オキソ-3-キノリンカルボン酸塩酸塩で、下記の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 本品 10 g に水 150 mL を加え、加熱して溶かし、必要ならば活性炭を加えてかき混ぜた後、熱時ろ過する。ろ液をかき混ぜながら、40 $^{\circ}\text{C}$ 以上の温度で結晶の析出を開始させる。晶析完了後、結晶をろ取し、同様の操作を行い再結晶して、得られた結晶を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3060 cm^{-1} 、2700 cm^{-1} 、2460 cm^{-1} 、1725 cm^{-1} 、1615 cm^{-1} 及び 808 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.010g を pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液 (3:2) 50mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液 (3:2) を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 7 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。そ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るとき、試料溶液のロメフロキサシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメフロキサシンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280nm)

カラム：内径約 4mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ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：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール一定量に pH2.5 のリン酸塩緩衝液を加えて 1000mL とし、1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87g を加え、振り混ぜて溶かし、移動相とする。ただし、メタノールの量は 370～420mL の範囲で選ぶ。

流量：ロメフロキサシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：塩酸ロメフロキサシン標準品を 105℃で 2 時間乾燥し、その 0.05g を 0.01mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、50mL とする。この液 5mL に pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）を加えて 50mL とする。この液 10mL にテオフィリンの pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）溶液（3→20000）10mL を加えた後、pH2.5 のリン酸塩緩衝液・メタノール混液（3：2）を加えて 50mL とする。この液 7μL につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリン、ロメフロキサシンの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 7μL から得たロメフロキサシンのピーク高さが 5～15mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメフロキサシンの保持時間の約 2 倍の範囲
乾燥減量 0.30%以下（0.5g, 105℃, 2 時間）。

含量 99.5 %以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール・エチレングリコール混液（1：1）20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、100 °Cの油浴中で 90 分間加熱する。冷後、メタノール 10 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 38.781mg $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$

試薬・試液

リン酸塩緩衝液, pH2.5 リン酸二水素アンモニウム 3.45g を水に溶かし、1000mL とした後、リン酸を加えて pH を 2.5 に調整する。