

フレロキサシン 100mg 錠

溶出試験法： 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 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，水を加えて正確に 25 mL とし，試料溶液とする。別にフレロキサシン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.02 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フレロキサシン ($C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 450$$

W_s : フレロキサシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフレロキサシン ($C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$) の表示量 (mg)

フレロキサシン標準品 $C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$: 369.34 6,8-ジフルオロ-1-(2-フルオロエチル)-1,4-ジヒドロ-7-(4-メチル-1-ピペラジニル)-4-オキソ-3-キノリンカルボン酸で，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。

精製方法 フレロキサシンを酢酸溶液に溶かした後，ろ過する。ろ液を合成吸着剤（メタクリル酸エステル系重合体）を充てんしたカラムに入れ，流出させ，この流出液をろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液を滴加し，pH 約 6.8 として，冷却後，析出した結晶をろ取する。得られた結晶を 105 で減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

融点：約 274 (分解). 265 の溶液中に挿入し，1 分間に約 3 上昇するように加熱を続ける。

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} , 2850 cm^{-1} , 1718 cm^{-1} , 1627 cm^{-1} , 1480 cm^{-1} 及び 1281 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g を薄めたリン酸 (1 1000) 50 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸 (1 1000) を加えて正確に 100 mL とし，更にこの液 3 mL を正確に量り，薄めたリン酸 (1 1000) を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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，試料溶液のフレロキサシン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積より小さくなく（それぞれ 0.3 %以下），かつ，試料溶液のフレロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積の 2 倍より大きくない（0.6 %以下）。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm 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：20 付近の一定温度

移動相：薄めたジエチルアミン（1 100）/薄めたリン酸（7 500）/テトラヒドロフラン混液（10：10：1）

流量：フレロキサシンの保持時間が約 10 分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フレロキサシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システムの適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μL から得たフレロキサシンのピーク面積が，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積の 40～60% になることを確認する。

システムの性能：本品 0.010 g をとり，薄めたリン酸（1 1000）に溶かして 50 mL とする。この液 0.3 mL 及び 4-アミノ安息香酸の薄めたリン酸（1 1000）溶液（1 10000）1 mL をとり，薄めたリン酸（1 1000）を加えて 100 mL とする。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ安息香酸，フレロキサシンの順に溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.5 %以下（1 g，105 ，2 時間）。

含量 99.0 %以上。 定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.934 mg $C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$

フレロキサシン 150mg 錠

溶出試験法： 本品 1 個をとり，試験液に水 900 mL を用い，溶出試験法第 2 法により，毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45 μ m 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，水を加えて正確に 20 mL とし，試料溶液とする。別にフレロキサシン標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.02 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

フレロキサシン ($C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 720$$

W_s : フレロキサシン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフレロキサシン ($C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$) の表示量 (mg)

フレロキサシン標準品 $C_{17}H_{18}F_3N_3O_3$: 369.34 6,8-ジフルオロ-1-(2-フルオロエチル)-1,4-ジヒドロ-7-(4-メチル-1-ピペラジニル)-4-オキソ-3-キノリンカルボン酸で，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。

精製方法 フレロキサシンを酢酸溶液に溶かした後，ろ過する。ろ液を合成吸着剤（メタクリル酸エステル系重合体）を充てんしたカラムに入れ，流出させ，この流出液をろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液を滴加し，pH 約 6.8 として，冷却後，析出した結晶をろ取する。得られた結晶を 105 で減圧乾燥する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

融点：約 274 (分解). 265 の浴液中に挿入し，1 分間に約 3 上昇するように加熱を続ける。

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} , 2850 cm^{-1} , 1718 cm^{-1} , 1627 cm^{-1} , 1480 cm^{-1} 及び 1281 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本操作は直射日光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g を薄めたリン酸 (1 : 1000) 50 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り，薄めたリン酸 (1 : 1000) を加えて正確に 100 mL とし，更にこの液 3 mL を正確に量り，薄めたリン酸 (1 : 1000) を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L 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，試料溶液のフレロキサシン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積より小さくなく（それぞれ 0.3 %以下），かつ，試料溶液のフレロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積の 2 倍より大きくない（0.6 %以下）。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：288 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 15 cm 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：20 付近の一定温度

移動相：薄めたジエチルアミン（1 100）/薄めたリン酸（7 500）/テトラヒドロフラン混液（10：10：1）

流量：フレロキサシンの保持時間が約 10 分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フレロキサシンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システムの適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μL から得たフレロキサシンのピーク面積が，標準溶液のフレロキサシンのピーク面積の 40～60% になることを確認する。

システムの性能：本品 0.010 g をとり，薄めたリン酸（1 1000）に溶かして 50 mL とする。この液 0.3 mL 及び 4-アミノ安息香酸の薄めたリン酸（1 1000）溶液（1 10000）1 mL をとり，薄めたリン酸（1 1000）を加えて 100 mL とする。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノ安息香酸，フレロキサシンの順に溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.5 %以下（1 g，105 ，2 時間）。

含量 99.0 %以上。 定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，酢酸（100）60 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.934 mg C₁₇H₁₈F₃N₃O₃