

トシル酸スルタミシリン細粒 Sultamicillin Tosilate Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトシル酸スルタミシリン約 0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、試験液にpH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mLを用い、溶出試験法第 2 法(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL以上をとり、孔径 0.45μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にp-トルエンスルホン酸一水和物を硫酸を乾燥剤として 18 時間乾燥し、その約 0.018gを精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100mLとする。この液 5mLを正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 25mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のp-トルエンスルホン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トシル酸スルタミシリンの表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180 \times 3.126$$

W_S : p-トルエンスルホン酸一水和物の量(mg)

W_T : トシル酸スルタミシリン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトシル酸スルタミシリンの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

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：35℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6g を水に溶かして 1000mL とした液に、水酸化カリウム試液を加えて pH5.5 に調整する。この液 950mL にアセトニトリル 50mL を加える。

流量：p-トルエンスルホン酸の保持時間が約 8 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 10μL につき、上記の条件で操作するとき、p-トルエンスルホン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，*p*-トルエンスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価) /g	30 分	85%以上

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL とした液に, 酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え, pH4.0 に調整する．

トシル酸スルタミシリン錠 Sultamicillin Tosilate Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトシル酸スルタミシリン約 0.42mg(力価)を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に *p*-トルエンスルホン酸一水和物を硫酸を乾燥剤として 18 時間乾燥し、その約 0.027g を精密に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の *p*-トルエンスルホン酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

トシル酸スルタミシリンの表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 450 \times 3.126$$

W_s : *p*-トルエンスルホン酸一水和物の量(mg)

C : 1 錠中のトシル酸スルタミシリンの表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m 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：35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 13.6g を水に溶かして 1000mL とした液に、水酸化カリウム試液を加えて pH5.5 に調整する。この液 950mL にアセトニトリル 50mL を加える。

流量：*p*-トルエンスルホン酸の保持時間が約 8 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*p*-トルエンスルホン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*p*-トルエンスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下で

ある.

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
375mg(力価)	15 分	75%以上

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH4.0 酢酸(100)3.0g に水を加えて 1000mL としての液に, 酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL としての液を加え, pH4.0 に調整する.