

フレロキサシン錠

Fleroxacin Tablets

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中にフレロキサシン(C₁₇H₁₈F₃N₃O₃)約 8.9 μ gを含む液となるように水を加えて正確に V'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 0.022gを精密に量り，水に溶かし，正確に 100mLとする．この液 4mLを正確に量り，水を加えて正確に 100mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 280nmにおける吸光度 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．

フレロキサシン(C₁₇H₁₈F₃N₃O₃)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

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(C₁₇H₁₈F₃N₃O₃)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	60 分	80%以上
150mg	60 分	80%以上

フレロキサシン標準品 C₁₇H₁₈F₃N₃O₃：369.34 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．必要な場合には次に示す方法により精製する．

精製法 フレロキサシンを薄めた酢酸(100)(1→100)に溶かし，ろ過する．ろ液をカラムクロマトグラフ用メタクリル酸エステル重合物を充てんしたクロマトグラフ柱に入れ，流出させる．この液をろ過し，ろ液に水酸化ナトリウム溶液(1→4)を加え，pH 約 6.8 に調整する．この液を冷却し，析出した結晶をろ取し，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する．

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 3060cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1718cm^{-1} 、 1627cm^{-1} 、 1480cm^{-1} 及び 1281cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 0.010g を薄めたリン酸(1→1000)50mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2mL を正確に量り、薄めたリン酸(1→1000)を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 3mL を正確に量り、薄めたリン酸(1→1000)を加えて正確に 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $10\mu\text{L}$ 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大きくない。また、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。

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 4mm 、長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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： 20°C 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

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10mL とする。この液 $10\mu\text{L}$ 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：試料溶液 0.3mL 及び 4-アミノ安息香酸の薄めたリン酸(1→1000)溶液(1→10000)1mL に薄めたリン酸(1→1000)を加えて 100mL とする。この液 $10\mu\text{L}$ 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、その分離度は10以上である。

システムの再現性：標準溶液 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フレロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

乾燥減量 0.5%以下(1g 、 105°C 、2時間)。

含量 99.0%以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.6g を精密に量り、酢酸(100)60mL に溶かし、 0.1mol/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．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 36.934mg $\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_3$

カラムクロマトグラフ用メタクリル酸エステル重合体 カラムクロマトグラフ用に製したもの．