

医薬品の検査結果(2009年度)

八田 秀樹、山之内 公子、濱野 敏一

Survey Report of Medicine (2009)

Hideki YATSUDA, Kimiko YAMANOUCHI and Toshikazu HAMANO

Key words: cold medicine, aspirin, acetaminophen, caffeine, bromvalerylurea

キーワード: 医薬品、風邪薬、アスピリン、アセトアミノフェン、カフェイン、ブロモバレリル尿素

はじめに

平成21年度医薬品等一斉監視指導の実施に伴う県内製造医薬品の収去検査において、崩壊試験及び製剤均一性試験(4成分の定量検査含む。)を行なったので報告する。

調査方法

1 試料及び試薬

試料は県内の許可施設で製造された感冒薬であり、表1に1日量(6カプセル)中の成分を示す。

表1 試料1日量(6カプセル)中の各成分とその分量

| 成分名 | 分量 (mg) |
|-----------|---------|
| アスピリン | 900 |
| アセトアミノフェン | 600 |
| 無水カフェイン | 200 |
| ブロモバレリル尿素 | 200 |
| その他 | 440 |
| 計 | 2340 |

アスピリン(アセチルサリチル酸)、アセトアミノフェン及びカフェイン(ともに高速液体クロマトグラフ用)は和光純薬(株)のものを使用した。ブロモバレリル尿素は局方品を使用した。アセトニトリル、メタノール、蒸留水は関東化学(株)製の高速液体クロマトグラフ用を使用し、リン酸二水素ナトリウムは関東化学(株)製を使用した。

標準原液(1000ppm)は承認書に記載されている方法で調製し、それぞれ適宜混合希釈して混合標準溶液を調製した。

2 分析方法

(1) 崩壊試験

第十五改正日本薬局方に規定する崩壊試験法、即放性製剤の項に基づき検査を行った。

崩壊試験器は、富山産業株式会社製 NT-20 を使用した。

(2) 有効成分の定量

アスピリン、アセトアミノフェン、カフェイン及びブロモバレリル尿素的の定量は高速クロマトグラフ法(HPLC)により行った。

試料10個をとり、それぞれの内容物の量を精密に量った後、均一になるよう混和した。その0.100gを精密に秤取りし、メタノールに溶解させた後に水を加えて正確に50mLとした。これを適宜希釈して試験溶液とした。

試験溶液を0.45 μ m フィルター(Millipore社製)でろ過後、HPLCに注入した。

(3) 製剤均一性試験法

第十五改正日本薬局方に規定する製剤均一性試験法、質量偏差試験の項に基づき試験を行った。

本品10個について、それぞれの内容物の質量及び平均含有量を求め、また(2)の定量結果より各有効成分の平均含量を求め、判定値により適合かどうか判定した。

3 HPLCの分析条件

H P L C: (株)島津製作所製 LC-10VP システム

分析カラム: TSKgel ODS-80TM (4.6mm i.d.×150mm)

カラム温度: 45°C

検出波長: 210nm

移動相: 0.05Mリン酸二水素ナトリウム:メタノール (6:4)

流速: 1.0mL/min

試料注入量: 10 μ L

検査結果

1 崩壊試験

6カプセルについて崩壊試験法に従い試験を行なったところ、すべての試料の規定時間内における崩壊を確認

し、これに適合した。

2 定量及び製剤均一性試験

各試料について、アスピリン、アセトアミノフェン、カフェイン及びプロモバレリル尿素の定量を行ったところ、それぞれの含量推定値は103.4、97.0、94.6及び102.7であり、製造承認書に規定する含量規格(表示量の90%~110%)に適合した(表2)。

また製剤均一性試験を行なったところ、平均重量値は0.395gであった。アスピリン、アセトアミノフェン、カフェイン及びプロモバレリル尿素について判定値を求めると、それぞれ10.9、10.0、12.2及び10.1であり、日本薬局方の製剤均一性試験法、質量偏差試験(判定値が15.0%以下)に適合した。

表2 各有効成分の含量推定値

| | アスピリン (%) | アセトアミノフェン (%) | カフェイン (%) | プロモバレリル 尿素(%) |
|----|--------------|------------------|--------------|------------------|
| 1 | 102.7 | 95.1 | 98.9 | 111.7 |
| 2 | 107.2 | 97.2 | 89.0 | 104.1 |
| 3 | 105.2 | 95.9 | 94.0 | 93.5 |
| 4 | 101.5 | 93.5 | 97.1 | 101.3 |
| 5 | 98.3 | 99.2 | 102.9 | 111.3 |
| 6 | 108.1 | 94.1 | 89.2 | 106.7 |
| 7 | 105.1 | 95.5 | 90.7 | 94.7 |
| 8 | 100.5 | 101.0 | 101.3 | 102.0 |
| 9 | 102.4 | 101.1 | 89.6 | 100.7 |
| 10 | 103.0 | 97.7 | 93.0 | 100.6 |
| 平均 | 103.4 | 97.0 | 94.6 | 102.7 |

参考文献

- 1) 第十五改正日本薬局方製剤均一性試験法: 2006、厚生労働省
- 2) 改訂かぜ薬・解熱鎮痛薬の試験法: 日本公定書協会