

○医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験(案)等の訂正について

(平成16年5月26日)

(事務連絡)

(各都道府県薬務主管課あて厚生労働省医薬食品局審査管理課通知)

平成16年4月12日薬食審査発第0412007号審査管理課長通知「医療用医薬品の品質再評価に係る公的溶出試験(案)等について」に下記のとおり誤りがありましたので、別紙にそれぞれ差し替え訂正方よろしくお願いいたします。

記

1. 別添1、塩酸オキシブチニン1mg錠の溶出試験の項

誤	正
$=W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$ $C: \text{1錠中の塩酸オキシブチニン (C}_{22}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl) の表示量 (mg)}$	$=W_S \times (A_T/A_S) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$

2. 別添1、塩酸オキシブチニン2mg錠の溶出試験の項

誤	正
$=W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$ $C: \text{1錠中の塩酸オキシブチニン (C}_{22}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl) の表示量 (mg)}$	$=W_S \times (A_T/A_S) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$

3. 別添1、塩酸オキシブチニン3mg錠の溶出試験の項

誤	正
$=W_S \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$ $C: \text{1錠中の塩酸オキシブチニン (C}_{22}\text{H}_{31}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl) の表示量 (mg)}$	$=W_S \times (A_T/A_S) \times (9/2)$ $W_S: \text{塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)}$

以上

別紙

塩酸オキシブチニン1mg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。溶出試験を開始30分後、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。別に塩酸オキシブチニン標準品を105℃で4時間乾燥し、その約0.02gを精密に量り、移動相を加えて、正確に200mLとする。この液1mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50μL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、オキシブチニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸オキシブチニン(C₂₂H₃₁NO₃・HCl)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (9/2)$

W_S : 塩酸オキシブチニン標準品の量 (mg)

試験条件:

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 225nm)

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: 25℃付近の一定温度

移動相: トリエチルアミン溶液(1→500)に、リン酸溶液(1→10)を加えてpHを3.5に調整する。この液400mLにアセトニトリル600mLを加える。

流量: オキシブチニンの保持時間が約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50μLにつき、上記の条件で操作するとき、オキシブチニンのピークの理論段数およびシンメトリー係数は、それぞれ2500以上、2.0以下である。

システムの再現性: 標準溶液50μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキシブチニンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸オキシブチニン標準品 塩酸オキシブチニン(局外規)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸オキシブチニン(C₂₂H₃₁NO₃・HCl)99.0%以上を含むもの。

塩酸オキシブチニン2mg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。溶出試験を開始30分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸オキシブチニン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.02gを精密に量り、移動相を加えて、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 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、オキシブチニンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の30分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸オキシブチニン($C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2)$

W_S : 塩酸オキシブチニン標準品の量(mg)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : トリエチルアミン溶液(1 \rightarrow 500)に、リン酸溶液(1 \rightarrow 10)を加えてpHを3.5に調整する。この液400mLにアセトニトリル600mLを加える。

流量 : オキシブチニンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オキシブチニンのピークの理論段数およびシンメトリー係数は、それぞれ2500以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキシブチニンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸オキシブチニン標準品 塩酸オキシブチニン(局外規)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸オキシブチニン($C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。

塩酸オキシブチニン3mg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。溶出試験を開始30分後、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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸オキシブチニン標準品を105 $^{\circ}$ Cで4時間乾燥し、その約0.02gを精密に量り、移動相を加えて、正確に200mLとする。この液3mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50 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、オキシブチニンのピーク面積 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。

塩酸オキシブチニン($C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%) = $W_S \times (A_T / A_S) \times (9 / 2)$

W_S : 塩酸オキシブチニン標準品の量(mg)

試験条件 :

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : トリエチルアミン溶液(1 \rightarrow 500)に、リン酸溶液(1 \rightarrow 10)を加えてpHを3.5に調整する。この液400mLにアセトニトリル600mLを加える。

流量 : オキシブチニンの保持時間が約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50 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オキシブチニンのピークの理論段数およびシンメトリー係数は、それぞれ2500以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキシブチニンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸オキシブチニン標準品 塩酸オキシブチニン(局外規)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸オキシブチニン($C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$)99.0%以上を含むもの。