

# 医薬品の検査結果(2007年度)

山之内 公子、川口 喜之、八並 誠

## Survey Report of Medicine (2007)

Kimiko YAMANOUCHI, Yoshiyuki KAWAGUCHI, Makoto YATUNAMI

Key words: medicine, aspirin, Analgesic

キーワード: 医薬品、アスピリン、解熱鎮痛薬

### はじめに

平成19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、製剤均一性試験及びアスピリンの定量検査を行なったので報告する。

### 調査方法

#### 1 試料及び試薬

試料は県内の某メーカーで製造された解熱鎮痛薬 30包であり、表1に1日量(3包)中の成分を示す。

表1 試料1日量(3包)中の各成分とその分量

成分名	分量 (mg)
日局 アスピリン	900mg
日局 アセトアミノフェン	600mg
日局 無水カフェイン	200mg
日局 ブロムワレリル尿素	200mg
日局 乾燥水酸化アルミニウムゲル	100mg
日局 乳糖	100mg
日局 バレイシヨデンブ	200mg
計	2,300mg

アスピリンは和光純薬工業(株)製を使用した。標準溶液はアスピリンを105℃で1時間乾燥後、50mgをメタノール50mlに溶かして調製した。これを移動相で適宜希釈して検量線を作成した。

アセトニトリル、メタノール、蒸留水は関東化学(株)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)の医薬品試験用を使用した。

#### 2 分析方法

##### (1) 製剤均一性試験法

第十五改正薬局方日本薬局方<sup>1)</sup>の製剤均一性試験法に基づき行なった。本品の10包をとり、その重量を精密に量り、平均重量を算出した。

##### (2) アスピリンの定量

日本公定書協会発行「改訂かぜ薬・解熱鎮痛薬の試験法」に準じた<sup>2)</sup>。20包をとり、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0.5gを精密に秤取りし、メタノール30mlで溶かし、水を加えて正確に100mlとし、試料原液とした。試料原液1mlを正確に取り、水で100mlに定容し、試験溶液とした。これを0.45μmフィルター(Millipore社製)でろ過後、HPLCにて測定した。

#### 3 アスピリンの分析条件

HPLC: (株)島津製作所製 LC-10VP システム

分析カラム: ジーエルサイエンス(株)製 Inertsil ODS-3V (4.6mm i.d. × 150mm, 粒子径 5 μm)

カラム温度: 45℃

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: 20 μl

### 検査結果

#### 1 製剤均一性試験(表2に示す。)

第十五改正薬局方日本薬局方の製剤均一性試験法に従い行なったところ、平均重量値は775.3mgであり、平均含量は101.1%であった。この値と個々の包の重量との標準偏差は0.54であり、判定値は2.4%で基準値(15%以下)に適合した。

#### 2 アスピリンの定量(表3に示す。)

HPLCによる3包中のアスピリン含量は856.7mg (n=5, RSD; 3.1%)であり、これは製造承認書のアスピリン表示量900mgの95.2%で有り、製造承認書の規格(表示量の90~110%)に適合した。

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、156~159

表2 製剤均一性試験結果

	Wi:質量(mg)	Xi:推定値(%)
1	777.4	101.4
2	780.1	101.8
3	772.0	100.7
4	770.6	100.5
5	778.6	101.6
6	771.8	100.7
7	770.3	100.5
8	773.4	100.9
9	781.8	102.0
10	777.0	101.4
平均(W)	775.3	平均含量 $\bar{X}$ =101.1

$$\text{判定値(\%)} = |M - \bar{X}| + k \times s$$

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^{10} (X_i - \bar{X})^2 / 9}$$
 の平方根

$$X_i = \bar{X} \times W_i / W$$

M: 表示量(100%)

$\bar{X}$ : 表示量に対する%で表した個々の含量の平均

k: 2.4 (n=10 の場合)

s: 試料の標準偏差

$X_i$ : 推定値

試験した個々の資料に含まれる有効成分含量  
(表示量に対する%)

W: 1包当たりの平均質量(mg)

Wi: 各試料の質量(mg)

標準偏差  $s=0.54$

$$\begin{aligned} \text{判定値(\%)} &= |100 - 101.1| + 2.4 \times 0.54 \\ &= 2.4\% \end{aligned}$$

表3 アスピリン分析結果

	1包中の アスピリン 含量 (mg)	1日量中の含量 (mg/2300mg 中)	表示量に 対する割合 (%)
1	295.6	886.9	98.5
2	277.7	833.1	92.6
3	280.6	841.9	93.5
4	294.5	883.5	98.2
5	279.3	838.0	93.1
	平均	856.7	95.2