

塩酸ピペタナート 3mg/g・L-グルタミン 600 mg/g・水酸化アルミニウム・炭酸水素ナトリウム共沈物 200 mg/g 顆粒

溶出試験 本品約 1g を精密に量り，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．溶出試験開始 45 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(1)とする．試料溶液(1) 1mL を正確に量り，pH4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液 1mL を正確に加え，試料溶液(2)とする．

本品の 45 分間の溶出率がそれぞれ以下を満たすときは適合とする．

L-グルタミン

別にL-グルタミン標準品を 105℃で 3 時間乾燥し，その約 0.033gを精密に量り，pH4.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸塩緩衝液に溶かし，正確に 50mLとする．この液 1mLを正確に量り，水 1mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液(2)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L-グルタミンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 45 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする．

L-グルタミン ($C_5H_{10} N_2O_3$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_s : L-グルタミン標準品の量 (mg)

W_T : 塩酸ピペタナート・L-グルタミン・水酸化アルミニウム・炭酸水素ナトリウム共沈物顆粒の秤取量 (g)

C : 1g中のL-グルタミンの表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210nm）

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℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.442g を薄めたリン酸（1→1000）1000mL に溶かす．この液 550mL にアセトニトリル 200mL 及びメタノール 150mL を加

える。

流量：L-グルタミンの保持時間が約7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，L-グルタミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000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，L-グルタミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸ピペタナート

別に塩酸ピペタナート標準品を105℃で2時間乾燥し，その約0.033gを精密に量り，水に溶かし，正確に200mLとする。この液2mL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(1)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，それぞれの液のピペタナート及びベンジル酸のピーク面積の和 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸ピペタナート ($C_{21}H_{25}NO_3 \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_S ：塩酸ピペタナート標準品の量 (mg)

W_T ：塩酸ピペタナート・L-グルタミン・水酸化アルミニウム・炭酸水素ナトリウム共沈物顆粒の秤取量 (g)

C ：1g中の塩酸ピペタナートの表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：220nm)

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：40℃付近の一定温度

移動相：1-デカンスルホン酸ナトリウム0.977gを薄めたリン酸(1→1000)1000mLに溶かす。この液570mLにアセトニトリル330mL及びメタノール100mLを加える。

流量：ピペタナートの保持時間が約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，ベンジル酸，ピペタナートの順に溶出し，その分離度は 2.0 以上である。

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，ピペタナート及びベンジル酸のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

L-グルタミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「L-グルタミン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，L-グルタミン ($C_5H_{10}N_2O_3$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ピペタナート標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸ピペタナート」。