

有効成分：グリベンクラミド（治療濃度域が狭い薬物）

剤 型：錠剤

含 量：1.25 mg

本品 1 個をとり、試験液に pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整する）900 mL 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 5 分後及び 60 分後、溶出液 10 mL 以上をとり、直ちに同量の pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液を補充する。採取した液を孔径 10  $\mu$  m 以下のポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液 4mL 以上を除き、次のろ液 1mL を正確に量り、メタノール 1mL を正確に加えて試料溶液とする。別にグリベンクラミド標準品約 0.038g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液 1mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 30  $\mu$  L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、グリベンクラミドのピーク面積  $A_{T5}$ 、 $A_{T60}$  及び  $A_s$  を測定する。

本品の 5 分間及び 60 分間の溶出率が、それぞれ 70%以下及び 70%以上のときは適合とする。

5 分間のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_{T5}}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

60 分間のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{1}{A_s} \times \left( A_{T60} + A_{T5} \times \frac{10}{900} \right) \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

$W_s$ ：グリベンクラミド標準品の量（mg）

$A_{T5}$ ：5 分間のグリベンクラミドのピーク面積

$A_{T60}$ ：60 分間のグリベンクラミドのピーク面積

$C$ ：1 錠中のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量（mg）

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径 4～6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$  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：アセトニトリル／0.1mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液（11：9）

流量：グリベンクラミドの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 30  $\mu$  L につき上記の条件で操作するとき、グリベンクラミドのピークの理論段数が 4000 段以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、グリベンクラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

グリベンクラミド標準品：日本薬局方「グリベンクラミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、グリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）99.0%以上を含むもの。

有効成分：グリベンクラミド（治療濃度域が狭い薬物）

剤 型：錠剤

含 量：2.5 mg

本品 1 個をとり、試験液に pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液（0.05mol/L リン酸一水素ナトリウムと 0.025mol/L クエン酸を用いて pH を調整する）900 mL 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 5 分後及び 60 分後、溶出液 10 mL 以上をとり、直ちに同量の pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液を補充する。採取した液を孔径 10  $\mu$  m 以下のポリエステル繊維を積層したフィルターでろ過する。初めのろ液 4mL 以上を除き、次のろ液 1mL を正確に量り、メタノール 1mL を正確に加えて試料溶液とする。別にグリベンクラミド標準品約 0.075g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、pH7.8 の薄めた McIlvaine の緩衝液 1mL を正確に加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 30  $\mu$  L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、グリベンクラミドのピーク面積  $A_{T5}$ 、 $A_{T60}$  及び  $A_s$  を測定する。

本品の 5 分間及び 60 分間の溶出率が、それぞれ 70% 以下及び 70% 以上のときは適合とする。

5 分間のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{A_{T5}}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

60 分間のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_s \times \frac{1}{A_s} \times \left( A_{T60} + A_{T5} \times \frac{10}{900} \right) \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

$W_s$ ：グリベンクラミド標準品の量（mg）

$A_{T5}$ ：5 分間のグリベンクラミドのピーク面積

$A_{T60}$ ：60 分間のグリベンクラミドのピーク面積

$C$ ：1 錠中のグリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）の表示量（mg）

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径 4 ～ 6 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$  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：アセトニトリル／0.1mol/L リン酸二水素カリウム溶液混液（11：9）

流量：グリベンクラミドの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 30  $\mu$  L につき上記の条件で操作するとき、グリベンクラミドのピークの理論段数が 4000 段以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、グリベンクラミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

グリベンクラミド標準品：日本薬局方「グリベンクラミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、グリベンクラミド（ $C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$ ）99.0% 以上を含むもの。