

マンデル酸ヘキサミン250mg腸溶錠

溶出試験

[pH1.2] 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始120分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンプ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。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として4時間乾燥し、その約0.027gを精密に量り、崩壊試験法の第1液に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μL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、マンデル酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品の120分間の溶出率が5%以下のときは適合とする。

マンデル酸ヘキサミン (C₆H₁₂N₄·C₈H₈O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : マンデル酸ヘキサミン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のマンデル酸ヘキサミン (C₆H₁₂N₄·C₈H₈O₃) の表示量 (mg)

[pH6.8] 本品1個をとり、試験液に薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分75回転で試験を行う。溶出試験開始90分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンプ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。別にマンデル酸ヘキサミン標準品を硫酸を乾燥剤として4時間乾燥し、その約0.027gを精密に量り、薄めたpH6.8のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μL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、マンデル酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

本品の90分間の溶出率が85%以上のときは適合とする。

マンデル酸ヘキサミン (C₆H₁₂N₄·C₈H₈O₃) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S : マンデル酸ヘキサミン標準品の量 (mg)

C : 1錠中のマンデル酸ヘキサミン (C₆H₁₂N₄·C₈H₈O₃) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：258nm）

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 μm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：酢酸 (100) の0.01mol/Lリン酸二水素カリウム試液溶液 (1→200) / アセトニトリル混液 (4:1)

流量：マンデル酸の保持時間が約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25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，マンデル酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，マンデル酸のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

マンデル酸ヘキサミン標準品 日本薬局方外医薬品規格「マンデル酸ヘキサミン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，マンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) 99.0%以上を含むもの。