

アカルボース 50 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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。溶出試験を開始し、溶出試験開始 15 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアカルボース標準品（別途本品 0.3 g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく）約 100 mg を精密に量り、水 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL 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ない、それぞれの液のアカルボースのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アカルボース ($C_{25}H_{43}NO_{18}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times P \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{20}$$

W_S : 脱水物に換算したアカルボース標準品の量 (mg)

P : アカルボース標準品の含量 (%)

C : 1 錠中のアカルボースの表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 0.6 g 及びリン酸一水素ナトリウム二水和物 0.35 g を水 1000 mL に溶かし、必要に応じて、0.5 mol/L の水酸化ナトリウムを加え、pH 6.7 に調製する。この液 950 mL にアセトニトリル 50 mL を加える。

流量 : アカルボースの保持時間が約 2 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、ア

カルボースのピークのシンメトリー係数が 2.5 以下で、理論段数が 500 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、アカルボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

アカルボース標準品

(C₂₅H₄₃N₁₈) : 645.61 O-4,6-ジデオキシ-4-[[(1S, 4R, 5S, 6S)-4, 5, 6-トリヒドロキシ-3-(ヒドロキシメチル)-2-シクロヘキサン-1-イル] アミノ]- β -D-グルコピラノシル-(1 \rightarrow 4)-O- β -D-グルコピラノシル-(1 \rightarrow 4)-D-グルコピラノースで、別紙規格に適合するもの。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} 、1654 cm^{-1} 、1153 cm^{-1} 及び 1033 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.2 g を、水 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10 μ 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う。各ピーク面積を自動積分法により測定し、下記の式を用いて各々の類縁物質の量を求めるとき、類縁物質の総量は 3.0%以下である。

$$\text{各々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{Aa \times Fa \times 100}{\sum (An \times Fn)}$$

Aa : 各々の類縁物質のピーク面積

An : アカルボース及び各々の類縁物質のピーク面積

Fa : 各々の類縁物質の面積補正係数

Fn : アカルボース及び各々の類縁物質の面積補正係数

アカルボースに対する 相対保持時間	面積補正係数
1.00	1.00
約 0.54	0.75
約 0.82	0.625
約 0.91	1.00
約 1.18	1.00
約 1.61	1.25
約 1.82	1.25
約 2.06	1.25
その他	1.00

試験条件

- 検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長:210 nm)
- カラム : 内径 4 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする.
- カラム温度 : 35°C 付近の一定温度
- 移動相 : リン酸二水素カリウム 0.6 g 及びリン酸一水素ナトリウム二水和物 0.35 g を水 1000 mL に溶かし, 必要に応じて, 0.5 mol/L の水酸化ナトリウムを加え, pH 6.7 に調製する. この液 280 mL にアセトニトリル 720 mL を加える.
- 流量 : アカルボースの保持時間が約 15 分になるように調整する.
- 面積測定範囲 : アカルボースの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

- 検出の確認 : 試料溶液 3mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, システム適合性試験溶液とする. システム適合性試験溶液 5mL を正確に量り, 水を加えて正確に 50mL とし, この液 10 μ L から得たアカルボースのピーク面積が, システム適合性試験溶液のアカルボースのピーク面積の 7~13% になることを確認する.
- システムの性能 : 試料溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, アカルボースのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で, 理論段数が 1700 以上のものを用いる.
- システムの再現性: システム適合性試験溶液 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, アカルボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である.

水分 4.0% 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.5% 以下 (1.0 g)

含量 換算した脱水物に対しアカルボース ($C_{25}H_{43}NO_{18}$) 95.0 % 以上を含む.

100% より類縁物質の総量, 水分量及び強熱残分量 (%) を差し引き, 脱水物換算する.

アカルボース 100 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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。溶出試験を開始し、溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアカルボース標準品（別途本品 0.3 g につき、水分測定法の容量滴定法、直接滴定により水分を測定しておく）約 100 mg を精密に量り、水 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL 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ない、それぞれの液のアカルボースのピーク面積 A_r 及び A_s を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

アカルボース ($C_{25}H_{43}NO_{18}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times P \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{10}$$

W_s : 脱水物に換算したアカルボース標準品の量 (mg)

P : アカルボース標準品の含量 (%)

C : 1 錠中のアカルボースの表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長: 210 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm 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°C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 0.6 g 及びリン酸一水素ナトリウム二水和物 0.35 g を水 1000 mL に溶かし、必要に応じて、0.5 mol/L の水酸化ナトリウムを加え、pH 6.7 に調製する。この液 950 mL にアセトニトリル 50 mL を加える。

流量 : アカルボースの保持時間が約 2 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、

アカルボースのピークのシンメトリー係数が 2.5 以下で、理論段数が 500 以上のものを用いる。

試験の再現性 : 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、アカルボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

アカルボース標準品

($C_{25}H_{43}NO_{18}$) : 645.61 *O*-4,6-ジデオキシ-4-[[(1*S*, 4*R*, 5*S*, 6*S*)-4, 5, 6-トリヒドロキシ-3-(ヒドロキシメチル)-2-シクロヘキサン-1-イル] アミノ]- β -*D*-グルコピラノシル-(1 \rightarrow 4)-*O*- β -*D*-グルコピラノシル-(1 \rightarrow 4)-*D*-グルコピラノースで、別紙規格に適合するもの。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 1654 cm^{-1} , 1153 cm^{-1} 及び 1033 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.2 g を、水 10mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10 μ 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う。各ピーク面積を自動積分法により測定し、下記の式を用いて各々の類縁物質の量を求めるとき、類縁物質の総量は 3.0% 以下である。

$$\text{各々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{Aa \times Fa \times 100}{\sum (An \times Fn)}$$

Aa : 各々の類縁物質のピーク面積

An : アカルボース及び各々の類縁物質のピーク面積

Fa : 各々の類縁物質の面積補正係数

Fn : アカルボース及び各々の類縁物質の面積補正係数

アカルボースに対する 相対保持時間	面積補正係数
1.00	1.00
約 0.54	0.75
約 0.82	0.625
約 0.91	1.00
約 1.18	1.00
約 1.61	1.25
約 1.82	1.25
約 2.06	1.25
その他	1.00

試験条件

- 検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長:210 nm)
- カラム : 内径 4 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする.
- カラム温度 : 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
- 移動相 : リン酸二水素カリウム 0.6 g 及びリン酸一水素ナトリウム二水和物 0.35 g を水 1000 mL に溶かし, 必要に応じて, 0.5 mol/L の水酸化ナトリウムを加え, pH 6.7 に調製する. この液 280 mL にアセトニトリル 720 mL を加える.
- 流量 : アカルボースの保持時間が約 15 分になるように調整する.
- 面積測定範囲 : アカルボースの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

- 検出の確認 : 試料溶液 3mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100mL とし, システム適合性試験溶液とする. システム適合性試験溶液 5mL を正確に量り, 水を加えて正確に 50mL とし, この液 10 μ L から得たアカルボースのピーク面積が, システム適合性試験溶液のアカルボースのピーク面積の 7~13% になることを確認する.
- システムの性能 : 試料溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, アカルボースのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で, 理論段数が 1700 以上のものを用いる.
- システムの再現性: システム適合性試験溶液 10 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, アカルボースのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である.

水分 4.0% 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分 0.5% 以下 (1.0 g)

含量 換算した脱水物に対しアカルボース (C₂₅H₄₃NO₁₈) 95.0 % 以上を含む.

100% より類縁物質の総量, 水分量及び強熱残分の量 (%) を差し引き, 脱水物換算する.