

エデト酸カルシウム二ナトリウム 500mg 腸溶性錠

溶出性 〈6.10〉 [pH1.2] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第1液 900mLを用い、パドル法により、毎分100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 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1mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液2.5mLを正確に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品(別途0.2gにつき、容量滴定法、直接滴定法により水分〈2.48〉を測定しておく)約0.11gを精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、溶出試験第1液を加えて正確に100mLとする。更に、この液10mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液5mLを正確に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のエデト酸のピーク面積 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。

エデト酸カルシウム二ナトリウム ($C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 450$

W_S : 脱水物に換算したエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のエデト酸カルシウム二ナトリウム ($C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$) の表示量 (mg)

[pH6.8] 本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液 900mLを用い、パドル法により、毎分100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 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1mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液2.5mLを正確に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に50mLとし、試料溶液とする。別にエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品(別途0.2gにつき、容量滴定法、直接滴定法により水分〈2.48〉を測定しておく)約0.11gを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、加えて正確に100mLとする。この液10mLを正確に量り、溶出試験第2液を加えて正確に100mLとする。更にこの液10mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液5mLを正確に加え、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液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ィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のエデト酸のピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の120分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

エデト酸カルシウム二ナトリウム ($C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$) の表示量に対する溶出率 (%)
= $W_S \times (A_T / A_S) \times (1 / C) \times 450$

W_S : 脱水物に換算したエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品の秤取量 (mg)

C : 1錠中のエデト酸カルシウム二ナトリウム ($C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：255nm）

カラム：内径 4mm，長さ 25cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.01mol/L 臭化テトラ-n-ブチルアンモニウム溶液にリン酸を加えて pH2.5 に調整した液/アセトニトリル混液（96：4）

流量：エドト酸の保持時間が約 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 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，エドト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 5000 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，エドト酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

0.01mol/L 塩化鉄（Ⅲ）試液 塩化鉄（Ⅲ）六水和物 0.27g を 0.01mol/L 塩酸試液に溶かし，100mL とする。

エドト酸カルシウム二ナトリウム標準品 $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$ ：374.27

[[N,N-1,2-Ethanediybis[N-(carboxymethyl)glycinato]](4-)-N,N',O,O',ON',ON']calciale(2)-disodiumで，下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の粉末又は粒で，においはなく，わずかに塩味がある。本品は水に溶けやすく，エタノール（95）又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 \rightarrow 20）2mL にクロム酸カリウム溶液（1 \rightarrow 200）1mL 及び L-アスコルビン酸 20mg を加えて振り混ぜ，2 分間放置する。この液に酢酸(31)1mL を加え，水浴中で 2 分間加熱するとき，液は紫色を呈する。

（2）本品 0.5g を水 20mL に溶かし，希塩酸 2mL を加えるとき，白色の沈殿を生じる。必要ならばガラス棒で試験管の内壁をこする。沈殿をろ取り，水 100mL で洗い，105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき，その融点（2.60）は 240 \sim 244 $^{\circ}$ C（分解）である。

（3）（2）のろ液はカルシウム塩の定性反応（1.09）（2）（3）及び（4）を呈する。

（4）本品の水溶液（1 \rightarrow 20）5mL にアンモニア試液 1mL を加えた後，シュウ酸アンモニウム試液 5mL を加えるとき，沈殿を生じない。この液に酢酸(31)2mL を加えて酸性にするととき，白色の沈殿を生じる。

（5）（4）の沈殿をろ過するとき，ろ液はナトリウム塩の定性反応（1.09）（1）を呈する。

pH（2.54） 本品 2.0g を水に溶かし 10mL とした液の pH は 6.5 \sim 8.0 である。

純度試験

（1）溶状 本品 1.0g を水 50mL に溶かすとき，液は無色澄明である。

（2）シアン化物 本品 1.0g を丸底フラスコにとり，水 100mL に溶かし，リン酸 10mL を加えて蒸留する。受器にはあらかじめ 0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 15mL を入れた 100mL のメスシリンダーを用い，これに冷却器の先端を浸し，全量が 100mL となるまで蒸留し，試料溶液とする。試料溶液 20mL を共栓試験管にとり，フェノールフタレイン試液 1 滴を加え，希酢酸で中和し，pH6.8 のリン酸塩緩衝液 5mL 及び薄めたトルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液（1 \rightarrow 5）1.0mL を加えて直ちに栓をして静

かに混和した後，2～3 分間放置し，ピリジン・ピラズロン試液 5mL を加えてよく混和し，20～30℃で 50 分間放置するとき，液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：シアン標準液 1.0mL を正確に量り，0.5mol/L 水酸化ナトリウム液 15mL 及び水を加えて正確に 1000mL とする。この液 20mL を共栓試験管にとり，以下試料溶液と同様に操作する。

(3) 重金属〈1.07〉 本品 1.0g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0mL を加える (20ppm 以下)。

(4) ヒ素〈1.11〉 本品 1.0g をとり，第 1 法により検液を調製し，試験を行う (2ppm 以下)。

(5) エデト酸ナトリウム 本品 1.00g をとり，水 50mL を加えて溶かし，pH10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5mL を加え，0.01mol/L 塩化マグネシウム液で滴定〈2.50〉するとき，その量は 3.0mL 以下である (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 40mg)。ただし，滴定の終点は液の青色が赤色になるときとする。

水分〈2.48〉 13.0%以下 (0.2g，容量滴定，直接滴定)。

強熱残分〈2.44〉 71.0～76.0% (脱水物換算，1g)。

含量 換算した脱水物に対し，99.0%以上。 定量法 本品約 0.5g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 200mL とし，この液 20mL を正確に量り，水 80mL を加え，更に希硝酸を加えて pH を 2～3 に調整し，0.01mol/L 硝酸ビスマス液で滴定〈2.50〉する (指示薬：キシレノールオレンジ試液 2 滴)。ただし，滴定の終点は液の黄色が赤色になるときとする。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.01mol/L 硝酸ビスマス液 1mL = 3.7427mg $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$