

## グルクロン酸アミド 1 g/g 末

溶出試験 本品約 1 g を精密に量り，試験液に水 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 15 分後，溶出液 20 mL をとり，孔径 0.45  $\mu\text{m}$  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．別にグルクロン酸アミド標準品約 0.025g を精密に量り，水に溶かし，正確に 25 mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 225 nm における吸光度  $A_T$  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．

グロナミン ( $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

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

$W_S$  : グルクロン酸アミド標準品の量 (mg)

$W_T$  : グロナミンの採取量 (mg)

$C$  : 1 g 中のグロナミン ( $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$ ) の表示量 (g)

グルクロン酸アミド標準品  $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}_6$  : 193.15 -D-グルコピラヌロンアミド「グロナミン」を次の方法で精製したもので，下記の規格に適合するもの．

精製法 「グロナミン」100 g に水 150 mL を加え，65 ~ 70 で溶かし，0 ~ 5 に冷却し，2 時間放置し，析出した結晶をろ過する．これを 70 %メタノール溶液 33 mL 及びメタノール 60 mL で洗う．次に析出した結晶にメタノール 160 mL を加え，50 ~ 55 で攪拌し，さらに，65 ~ 70 まで昇温して溶解させ，15 分間保持する．その後 30 まで冷却し，析出した結晶をろ過する．得られた結晶をメタノール約 30 mL で洗い，ろ過し，45 で 5 時間減圧乾燥する．

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

### 確認試験

- (1) グルクロン酸誘導体 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL にナフトレゾルシンカルボン酸バリウム 0.01 g 及び塩酸 2.5 mL を加えて 1 分間煮沸し，冷後，ジエチルエーテル/ベンゼン混液 (1 : 1) 2 mL を加えて振り混ぜるとき，上層は濃紫色を呈する．
- (2) アミド基 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (7 : 50) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え，水浴中で 2 分間加熱し，冷後，希塩酸 0.5 mL 及び塩化第二鉄試液 3 滴を加えるとき，赤褐色を呈する．
- (3) アミノ基 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．

類縁物質 本品約0.1 gをとり，水を加えて溶かし，100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液5  $\mu$ 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，各々のピーク面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，主ピーク以外のピーク面積の合計は0.5 %以下である．

#### 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7.8 mm，長さ25 cmのステンレス管に8 mmの液体クロマトグラフ用スルホン化ポリスチレンゲルを充てんする．

カラム温度：50 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸（1 1000）

流量：グルクロン酸アミドの保持時間が約8分になるように調整する．（約0.65 mL/min）

面積測定範囲：溶媒ピークの後からグルクロン酸アミドの保持時間の約3倍の範囲

#### システム適合性

システムの性能：試料溶液 1 mLをとり，移動相を加えて正確に100 mLとし，試験溶液Aとする．この液5  $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，グルクロン酸アミドの理論段数は6000段以上，シンメトリー係数は1.5以下である．

検出の確認：試験溶液A 5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，試験溶液Bとする．試験溶液B 5 mLにつき，上記の条件で操作するとき，グルクロン酸アミドのピーク面積が，試験溶液Aのグルクロン酸アミドのピーク面積の 0.07 ~ 0.13 倍になることを確認する．

システムの再現性：試料溶液5  $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルクロン酸アミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である．

含量 99.0 %以上 定量法 本品約0.04 gを精密に量り，日本薬局方の一般試験法に定める窒素定量法により試験を行う．

0.005 mol/L硫酸1 mL = 1.9315 mg  $C_6H_{11}NO_6$