

グルクロノラクトン 1g/g 末

溶出試験 本品約 1.0g を精密に量り、試験液に水 900mL 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。溶出試験を開始し、15 分後に溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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、次のろ液を試料溶液とする。別にグルクロノラクトン標準品約 0.025g を精密に量り、水に溶かし、正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15 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、それぞれの液のグルクロノラクトンのピーク面積 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。

グルクロノラクトン($C_6H_8O_6$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{900}{25} \times 100$$

W_S : グルクロノラクトン標準品の量(mg)

W_T : グルクロノラクトン末の採取量(mg)

C : 1.0g 中のグルクロノラクトン($C_6H_8O_6$)の表示量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220nm）

カラム：内径 4mm，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：25 付近の一定温度

移動相：1.25mM 硫酸水素テトラブチルアンモニウム溶液にリン酸を加えて pH を 6.5 に調整する。

流量：グルクロノラクトンの保持時間が約 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：グルクロノラクトン標準品 0.05g 及びグルクロン酸ナトリウム一水和物 0.08g を水に溶かし 50mL とする。この液 15 μL につき、上記の条件で操作するとき、グルクロノラクトン、グルクロン酸の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 15 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グルクロノラクトンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

グルクロノラクトン標準品 $C_6H_8O_6$: 176.13 グルクロノラクトンで、下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

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 3500cm^{-1} ， 3300cm^{-1} ， 1759cm^{-1} 及び 1040cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 類縁物質 1.0% 以下

溶液調整後、速やかに試験を行う。本品 0.050g を水 10mL に溶かし、試料溶液とする。

この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 20 μL 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグルクロノラクトン

以外のピークの合計面積は、標準溶液の
グルクロノラクトンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210nm）

カラム：内径8mm,長さ 30cm のステンレス管に9 μm の液体クロマトグラフ用ゲル型強酸性イオン交換樹脂
（架橋度 8%）を充てんする。

カラム温度：30° C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸（1 1000）

流量：グルクロノラクトンの保持時間が約7分になるように調整する。

面積測定範囲：グルクロノラクトンの保持時間の約3倍の範囲。

システム適合性

システムの性能：本品0.075g 及びグルクロン酸ナトリウム一水和物0.050g を水に溶かし 25mL とする。

この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、グルクロン酸ナトリウム、グルクロノラクトンの
順に流出し、その分離度は 1.5 以上である。

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たグルクロノラクトンのピーク高さが 2 ~ 6mm に
なるように調整する。

水分 0.5% 以下（0.5g, 容量滴定法, 直接滴定）

含量 99.0% 以上

すべての操作は速やかに行う。

本品0.2g を精密に量り, 0.1mol/L 水酸化ナトリウム液30mL を正確に加えて溶かす。更に, 水 50 mL
を加え, 0.1mol/L 塩酸で滴定する（電位差滴定法）。

同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL=17.613mg C₆H₈O₆