

酢酸グアナベンズ 2 mg 錠

溶出試験：本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、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。溶出試験開始 30 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 15mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に酢酸グアナベンズ標準品を酸化リン()を乾燥剤として 50 で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 10mL 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 40 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い、グアナベンズのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

酢酸グアナベンズ ($C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : 酢酸グアナベンズ標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の酢酸グアナベンズ ($C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：271nm)

カラム：内径約 4.6mm、長さ約 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用 オクチ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：0.05mol/L リン酸一アンモニウム溶液に薄めたリン酸 (1 2) を加えて pH を 3.0 に調整した後、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過した液 700 mL に、アセトニトリル 220mL 及びメタノール 80mL を加えて混和する。

流量：グアナベンズの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で操作するとき、グアナベンズのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で、理論段数が 4000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 40 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、グアナベンズのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

酢酸グアナベンズ標準品：日本薬局方「酢酸グアナベンズ」。ただし、乾燥したものを定量するとき、酢酸グアナベンズ ($C_8H_8Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$) 99.0 % 以上を含むもの。