

ヒドロキシカルバミド 500mg カプセル剤

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法（ただし、シンカーを用いる）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 20mL 以上をとり、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 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にヒドロキシカルバミド標準品を 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $5\mu\text{L}$ 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、それぞれの液のヒドロキシカルバミドのピーク面積 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。

ヒドロキシカルバミド ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_s : ヒドロキシカルバミド標準品の量 (mg)

C : 1 カプセル中のヒドロキシカルバミド ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：214nm）

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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： 25°C 付近の一定温度

移動相：水

流量：ヒドロキシカルバミドの保持時間が約 2.5 分になるよう調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 $5\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、溶媒ピークとヒドロキシカルバミドの分離度は 2.0 以上であり、ヒドロキシカルバミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $5\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒドロキシカルバミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

ヒドロキシカルバミド標準品 下記の規格に適合するもの。

性状 本品は白色～微黄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 3430cm^{-1} 、 3330cm^{-1} 、 1642cm^{-1} 、 1591cm^{-1} 及び 1409cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 10.0mg を水 1.0mL に溶かし、試料溶液とする。別に尿素 10.0mg を

水 100mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、ろ紙クロマトグラフ法により試験を行う。等容量の 2-ブタノール及び水を振り混ぜ、静置した液の下層を飽和溶媒、上層を展開溶媒とする。高さ約 500mm の展開用容器（図）の下部に飽和溶媒を入れ、20～25℃で 24 時間放置し、容器内を蒸気で飽和させる。リン酸水素二ナトリウム十二水和物 50.1g 及びクエン酸 6.3g を水に溶かし 1000mL とした液に浸した後風乾したろ紙に、試料溶液 100 μ L 及び標準溶液 20 μ L をスポットし、風乾する。ろ紙の上端を展開溶媒皿に固定し、展開用容器に入れ 1.5 時間放置する。展開溶媒皿に展開溶媒を入れ、24 時間展開した後、ろ紙を風乾し、更に 24 時間展開し、再びろ紙を風乾する。これに 4-ジメチルアミノベンズアルデヒドのエタノール／塩酸混液（49：1）溶液（1→100）を均等に噴霧した後、90℃で 1～2 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 2 個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

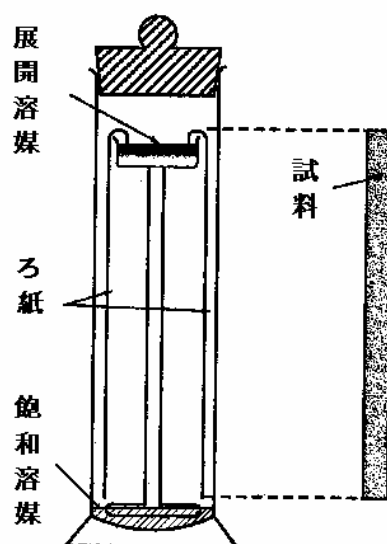


図 展開用容器

乾燥減量 1.0%以下（1g，減圧，60℃，3 時間）

含量 99.0%以上. 定量法 本品を乾燥し、その約 75mg を精密に量り、水に溶かして正確に 25mL とする。この液 5mL を正確にケルダールフラスコにとり、窒素定量法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 0.7606mg $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2$