

## メベンダゾール 100mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり, 試験液に 0.01 w/v % ポリソルベート 80 添加崩壊試験法第 1 液 900mL を用い, 溶出試験法第 2 法 (パドル法) により, 每分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 90 分後, 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 5mL を正確に量り, テトラヒドロフラン 2.5mL を正確に加え, 更に試験液で正確に 50mL とし, 試料溶液とする。別に, メベンダゾール標準品を 100°C (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し, その約 0.022g を精密に量り, テトラヒドロフランを加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り, 試験液を加えて正確に 100mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 287nm 付近における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

メベンダゾール ( $C_{16}H_{13}N_3O_3$ ) の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  = メベンダゾール標準品の量(mg)

メベンダゾール標準品  $C_{16}H_{13}N_3O_3$ : 295.30 メチル 5-ベンゾイル-2-ベンズイミダゾールカルバメートで, 下記の規格に適合するもの。

精製法 メベンダゾール 100g を 85% ギ酸 400mL に加え, 60°C, 15 分間攪拌後, 減圧ろ過する。55°C でろ液に水 400mL を徐々に加え, これにメベンダゾールの種晶を加え, 25°C, 1 時間攪拌し, 生成する沈殿をろ別し, これを水 200mL とアセトン 100mL で洗浄する。沈殿物を減圧 90°C で乾燥し, メベンダゾール標準品約 90g を得る。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末で, においはない。

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル法のペースト法により測定するとき,  $3410\text{cm}^{-1}$  及び  $1720\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.1g をとり, クロロホルム/ギ酸混液 (9:1) を加えて溶かし, 正確に 10mL とし, 試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り, クロロホルム/ギ酸混液 (9:1) を加えて正確に 200mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液  $10\mu\text{L}$  ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液 (18:1:1) を展開溶媒として約 12cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0% 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.23g を精密に量り, ギ酸 3mL に溶解し, 非水滴定用冰酢酸 40mL で希釈し, 0.1mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

$$0.1\text{mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1\text{mL} = 29.530\text{mg } C_{16}H_{13}N_3O_3$$

## メベンダゾールの規格及び試験方法

融点 約 288°C (分解)

### 確認試験

- (1) 本品の 2-プロパノール/ギ酸混液 (99.95 : 0.05) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 245~249nm 及び 310~314nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品及びメベンダゾール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル法のペースト法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数（波長）のところに同様の強度の吸収を認める。
- (3) 本品及びメベンダゾール標準品 0.1g ずつをとり、クロロホルム/ギ酸混液 (9 : 1) を加えて溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、純度試験 (3) 類縁物質の項に準じ薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、 $R_f$  値が標準品と一致する。

### 純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0g にクロロホルム/ギ酸混液 (9 : 1) 100mL を加えて溶かすとき、液は無色透明である。
- (2) 重金属 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)。
- (3) 類縁物質 本品 0.1g をとり、クロロホルム/ギ酸混液 (9 : 1) を加えて溶かし、正確に 10mL とし、試料溶液とする。この液 1mL をとり、クロロホルム/ギ酸混液 (9 : 1) 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  $\mu$ L ずつをとり、薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液 (18 : 1 : 1) を展開溶媒とし約 12cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5% 以下 (1g, 減圧, 酸化リン (V), 100°C, 4 時間)

強熱残分 0.10% 以下 (1g)