

## エデト酸カルシウム二ナトリウム腸溶錠

### Calcium Disodium Edetate Enteric-coated Tablets

#### 溶出性 <6.10>

〔pH1.2〕本品1個をとり、試験液に溶出試験第1液900mLを用い、パドル法により、毎分100回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ 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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にエデト酸カルシウム二ナトリウム(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)約11.1 $\mu$ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にVmLとする。この液20mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液1mLを正確に加え、試料溶液とする。別にエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品(別途0.2gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分<2.48>を測定しておく)約22mgを精密に量り、溶出試験第1液に溶かし、正確に200mLとする。この液10mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に100mLとする。更に、この液20mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(III)試液1mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 $\mu$ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー<2.01>により試験を行い、それぞれの液のエデト酸のピーク面積A<sub>T</sub>及びA<sub>S</sub>を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エデト酸カルシウム二ナトリウム(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 45$$

W<sub>S</sub> : 脱水物に換算したエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品の秤取量(mg)

C : 1錠中のエデト酸カルシウム二ナトリウム(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)の表示量(mg)

〔pH6.8〕本品1個をとり、試験液に溶出試験第2液900mLを用い、パドル法により、毎分100回転で試験を行う。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 $\mu$ 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VmLを正確に量り、表示量に従い1mL中にエデト酸カルシウム二ナトリウム(C<sub>10</sub>H<sub>12</sub>CaN<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)約11.1 $\mu$ gを含む液となるように0.1mol/L塩酸試液を加えて正確にVmLとする。この液20mLを

正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(Ⅲ)試液 1mLを正確に加え、試料溶液とする。別にエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品(別途 0.2gにつき、容量滴定法、直接滴定により水分〈2.48〉を測定しておく)約 22mgを精密に量り、溶出試験第2液に溶かし、正確に 200mLとする。この液 10mLを正確に量り、0.1mol/L塩酸試液を加えて正確に 100mLとする。更に、この液 20mLを正確に量り、0.01mol/L塩化鉄(Ⅲ)試液 1mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のエデト酸のピーク面積 $A_T$ 及び $A_S$ を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

エデト酸カルシウム二ナトリウム( $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V/V) \times (1/C) \times 45$$

$W_S$ : 脱水物に換算したエデト酸カルシウム二ナトリウム標準品の秤取量(mg)

$C$ : 1錠中のエデト酸カルシウム二ナトリウム( $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$ )の表示量(mg)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：255nm)

カラム：内径 4mm、長さ 25cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフィー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：40℃付近の一定温度

移動相：臭化テトラ-n-ブチルアンモニウム 3.2g を水に溶かし 1000mL とした液にリン酸を加え、pH2.5 に調整する。この液 960mL にアセトニトリル 40mL を加える。

流量：エデト酸の保持時間が約 8 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：標準溶液 10μL につき、上記の条件で操作するとき、エデト酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 5000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 10μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エデト酸のピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

#### 溶出規格

表示量	pH	規定時間	溶出率
-----	----	------	-----

500mg	1.2	120分	5%以下
	6.8	120分	80%以上

エデト酸カルシウム二ナトリウム標準品  $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$  : 374.27  
 ({N,N'-1,2-エタンジイルビス[N-(カルボキシメチル)グリシナト]}(4-)-N,N',  
 O,O',ON,-ON')カルシウム酸(2-)二ナトリウムで,下記の規格に適合するもの.

性状 本品は白色の粉末又は粒である.

pH <2.54> 本品 2.0g を水に溶かし 10mL とした液の pH は 6.5~8.0 である.

純度試験

エデト酸ナトリウム水和物 本品 1.00g をとり, 水 50mL に溶かし, pH10.7  
 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5mL を加え, 0.01mol/L 塩化マグ  
 ネシウム液で滴定 <2.50> する. その消費量は 3.0mL 以下(エデト酸ナト  
 リウム水和物として 1.2%以下)である(指示薬: エリオクロムブラック T・  
 塩化ナトリウム指示薬 40mg). ただし, 滴定の終点は液の青色が赤色に変  
 わるときとする.

水分 <2.48> 13.0%以下(0.2g, 容量滴定法, 直接滴定).

含量 換算した脱水物に対し, 99.0%以上. 定量法 本品約 0.5g を精密に量  
 り, 水を加えて溶かし, 正確に 200mL とし, この液 20mL を正確に量り,  
 水 80mL を加え, 更に希硝酸を加えて pH を 2~3 に調整し, 0.01mol/L 硝酸  
 ビスマス液で滴定 <2.50> する(指示薬: キシレノールオレンジ試液 2 滴).  
 ただし, 滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする. 同様の方法で  
 空試験を行い, 補正する.

0.01mol/L硝酸ビスマス液 1mL=3.743mg  $C_{10}H_{12}CaN_2Na_2O_8$

**0.01mol/L 塩化鉄(III)試液** 塩化鉄(III)六水和物 0.27g を 0.01mol/L 塩酸試液に溶  
 かし, 100mL とする.