

グリベンクラミド錠 Glibenclamide Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液にpH 7.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900 mL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、規定時間後、溶出液20 mLを正確にとり、直ちに 37 ± 0.5 に加温したpH 7.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液20 mLを正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、メタノール2 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にグリベンクラミド標準品を105で4時間乾燥し、表示量の30倍量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に250 mLとする。更に、この液2 mLを正確に量り、pH 7.8のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液2 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $30\mu\text{L}$ 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、グリベンクラミドのピーク面積 $A_{T(n)}$ 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。

n回目の溶出液採取時におけるグリベンクラミド ($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S}$) の表示量に対する溶出率 (%) ($n = 1, 2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left[\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right] \right] \times \frac{1}{C} \times \frac{18}{5}$$

W_S : グリベンクラミド標準品の量 (mg)

C : 1錠中のグリベンクラミド ($\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 15 cm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 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル / 0.1 mol/Lリン酸二水素カリウム溶液混液(11 : 9)

流量：グリベンクラミドの保持時間が約 6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 $30\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、グリベンクラ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 4000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 $30\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、グリベンクラミド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	規定時間	溶出率
1.25mg	5分	50%以下
	60分	75%以上
2.5mg	5分	50%以下
	60分	75%以上

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 7.8 無水リン酸水素二ナトリウム7.1 g
を水に溶かし,1000 mLとする .この液にクエン酸一水和物5.3 gを水に溶かして 1000 mL
とした液を加えてpH 7.8に調整する .

グリベンクラミド標準品 グリベンクラミド (日局) .ただし,乾燥したものを定量する
とき,グリベンクラミド ($C_{23}H_{28}ClN_3O_5S$) 99.0%以上を含むもの .