

## グルクロン酸アミド散 Glucuronamide Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いグルクロン酸アミド( $C_6H_{11}NO_6$ )約 1g に対応する量を精密に量り、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、次のろ液を試料溶液とする。別にグルクロン酸アミド標準品を 60 で 5 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 20mL 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 225nm における吸光度  $A_T$  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。

グルクロン酸アミド ( $C_6H_{11}NO_6$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 4500$$

$W_S$  : グルクロン酸アミド標準品の量(mg)

$W_T$  : グルクロン酸アミド散の秤取量(mg)

$C$  : 1 g 中のグルクロン酸アミド( $C_6H_{11}NO_6$ )の表示量(g)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85% 以上

**グルクロン酸アミド標準品**  $C_6H_{11}NO_6$  : 193.15 -D-グルコピラヌロンアミドで、次に示す方法で精製し、下記の規格に適合するもの。

**精製法** グルクロン酸アミド 100g に水 150mL を加え、65 ~ 70 で溶かし、0 ~ 5 に冷却し、2 時間放置する。析出した結晶をろ取し、薄めたメタノール(7 10)33mL 及びメタノール 60mL で洗う。結晶にメタノール 160mL を加え、50 ~ 55 で攪拌した後、65 ~ 70 まで昇温して溶かし、15 分間保持した後、30 まで冷却する。析出した結晶をろ取し、メタノール約 30mL で洗った後、45 で 5 時間減圧乾燥する。

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

**確認試験** 本品を乾燥し、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  $3400\text{cm}^{-1}$ 、 $2930\text{cm}^{-1}$ 、 $1653\text{cm}^{-1}$  及び  $1146\text{cm}^{-1}$  付近に吸収を認

める。

類縁物質 本品0.10gを水100mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 $\mu$ Lにつき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により主ピーク以外のピークの量を求めるとき，それらの合計は0.5%以下である．

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210nm）

カラム：内径7.8mm，長さ25cmのステンレス管に8 $\mu$ mの液体クロマトグラフ用スルホン化ポリスチレンゲルを充てんする．

カラム温度：50 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸(1 1000)

流量：グルクロン酸アミドの保持時間が約8分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からグルクロン酸アミドの保持時間の約3倍の範囲

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液1mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液5mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50mLとする．この液5 $\mu$ Lから得たグルクロン酸アミドのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のグルクロン酸アミドのピーク面積の7～13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で操作するとき，グルクロン酸ア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6000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，グルクロン酸アミドのピーク面積の相対標準偏差は6%以下である．

乾燥減量 0.1%以下(1g，減圧，60 ，5時間)．

含量 99.0%以上 定量法 本品約0.04gを精密に量り，窒素定量法により試験を行う．

0.005mol/L硫酸1mL = 1.932 mg C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>6</sub>

スルホン化ポリスチレンゲル，液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの．