

ヒドロキシカルバミドカプセル

Hydroxycarbamide Capsules

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900mLを用い、パドル法(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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL以上をとり、孔径 0.45 μ 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中にヒドロキシカルバミド($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2$)約 0.56mgを含む液となるように水を加えて正確にV'mLとし、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 μ 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。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

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(%)

$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 1800$$

W_S : ヒドロキシカルバミド標準品の秤取量(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 μ m 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 : 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 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、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 μ 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。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg	15 分	85%以上

ヒドロキシカルバミド標準品 $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2$: 76.05 ヒドロキシカルバミドで、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〈2.25〉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 50.0mg を水に溶かし、正確に 5mL とし、試料溶液とする。別に尿素 10.0mg を水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、ろ紙クロマトグラフィーにより試験を行う。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 及びクエン酸一水和物 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 μL 及び標準溶液 20 μL 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(95)/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 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

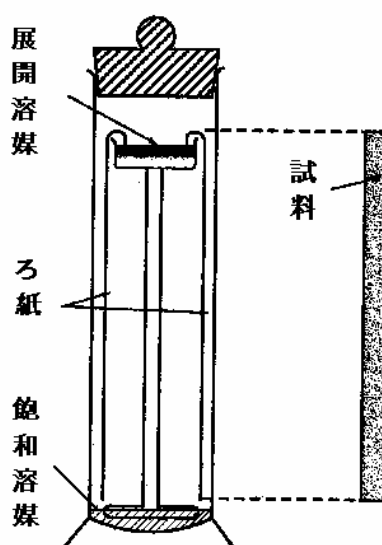


図 展開用容器

乾燥減量〈2.41〉 1.0%以下(1g, 減圧, 60°C, 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〈1.08〉により試験を行う.

0.005mol/L硫酸 1mL = 0.7605mgCH₄N₂O₂