

【ウラリット-U 散・ウラリット錠】 溶出試験に関する資料

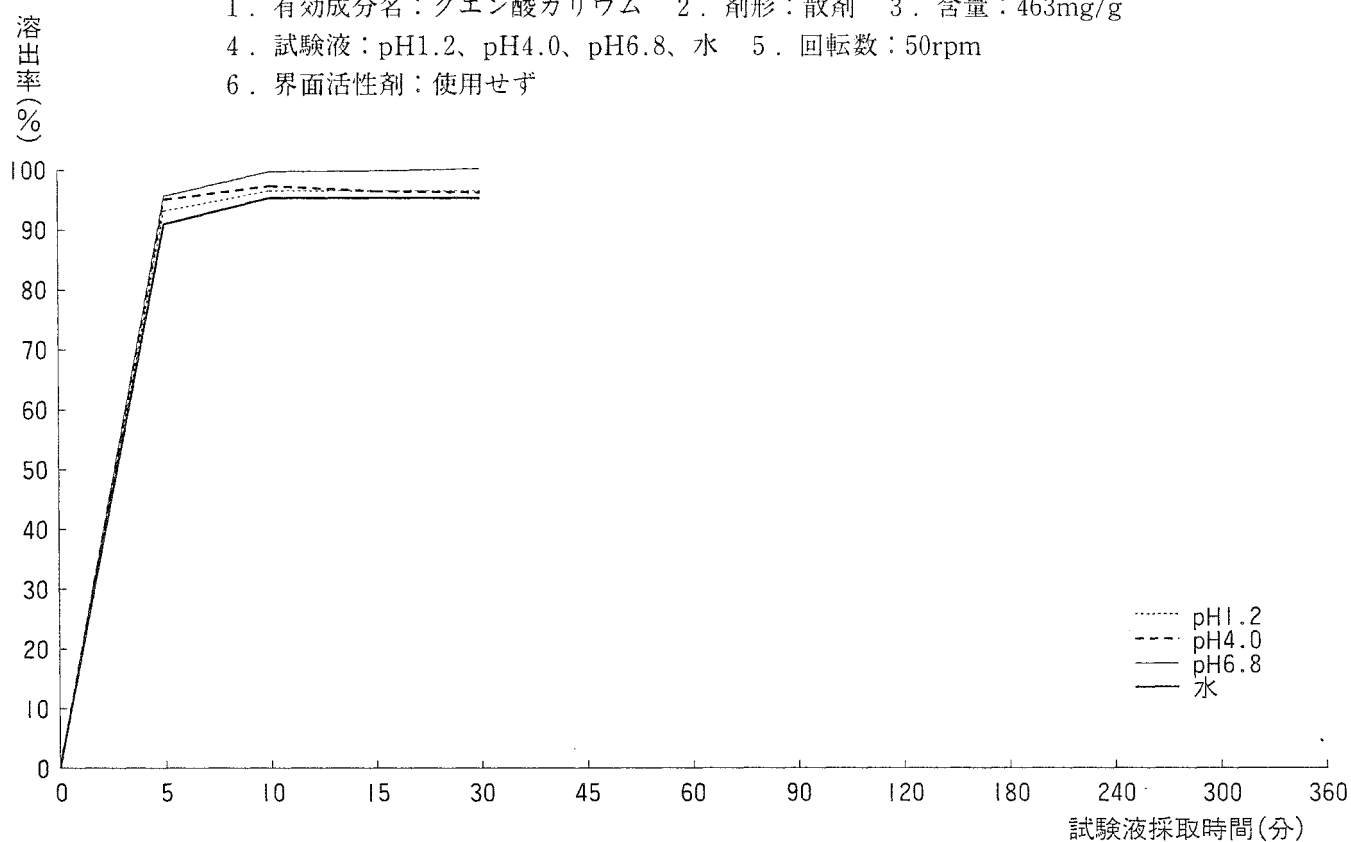
オレンジブック No.12（H14 年 3 月版）

日本ケミファ株式会社

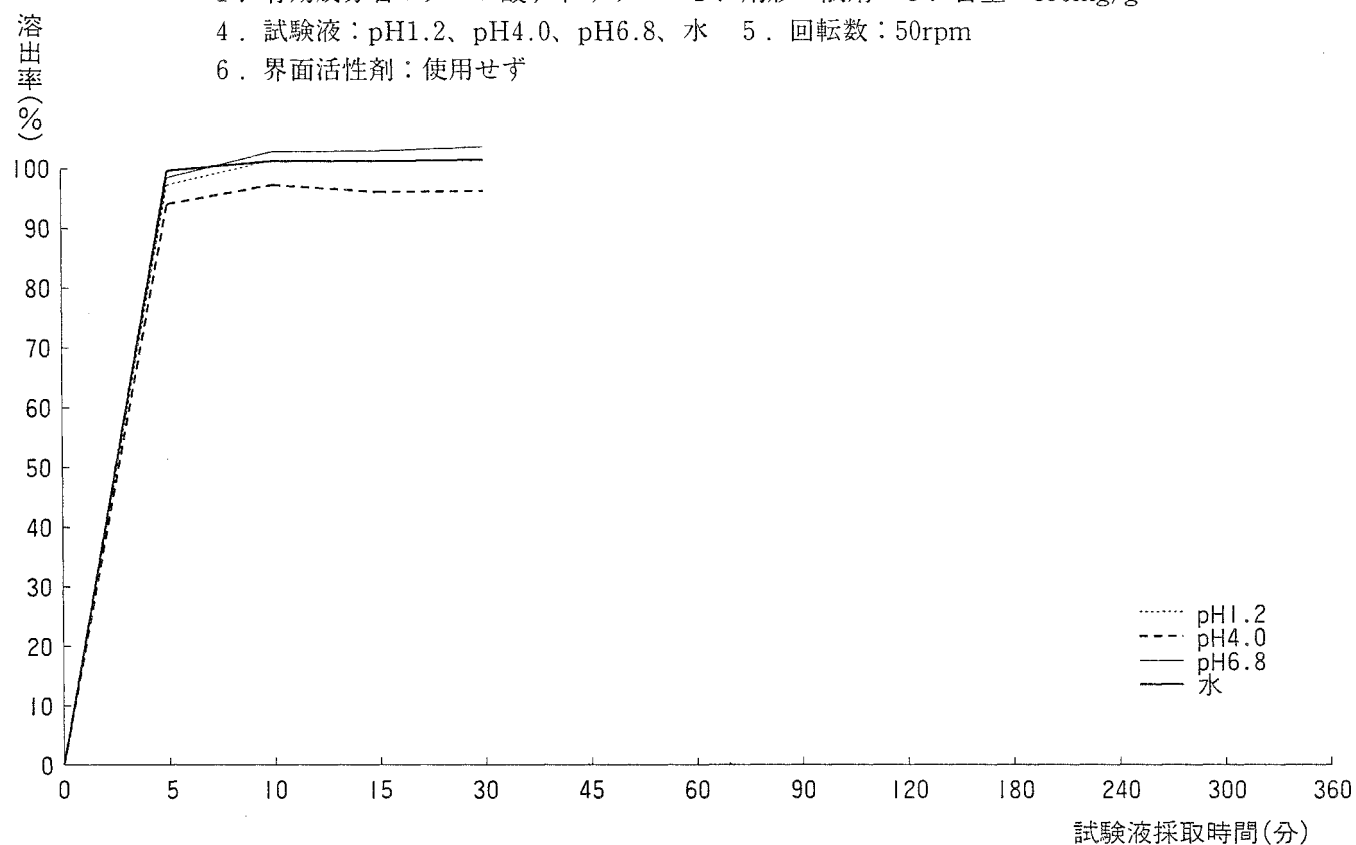
溶出曲線測定例

クエン酸カリウム・クエン酸ナトリウム散

1. 有効成分名：クエン酸カリウム 2. 剤形：散剤 3. 含量：463mg/g
 4. 試験液：pH1.2、pH4.0、pH6.8、水 5. 回転数：50rpm
 6. 界面活性剤：使用せず



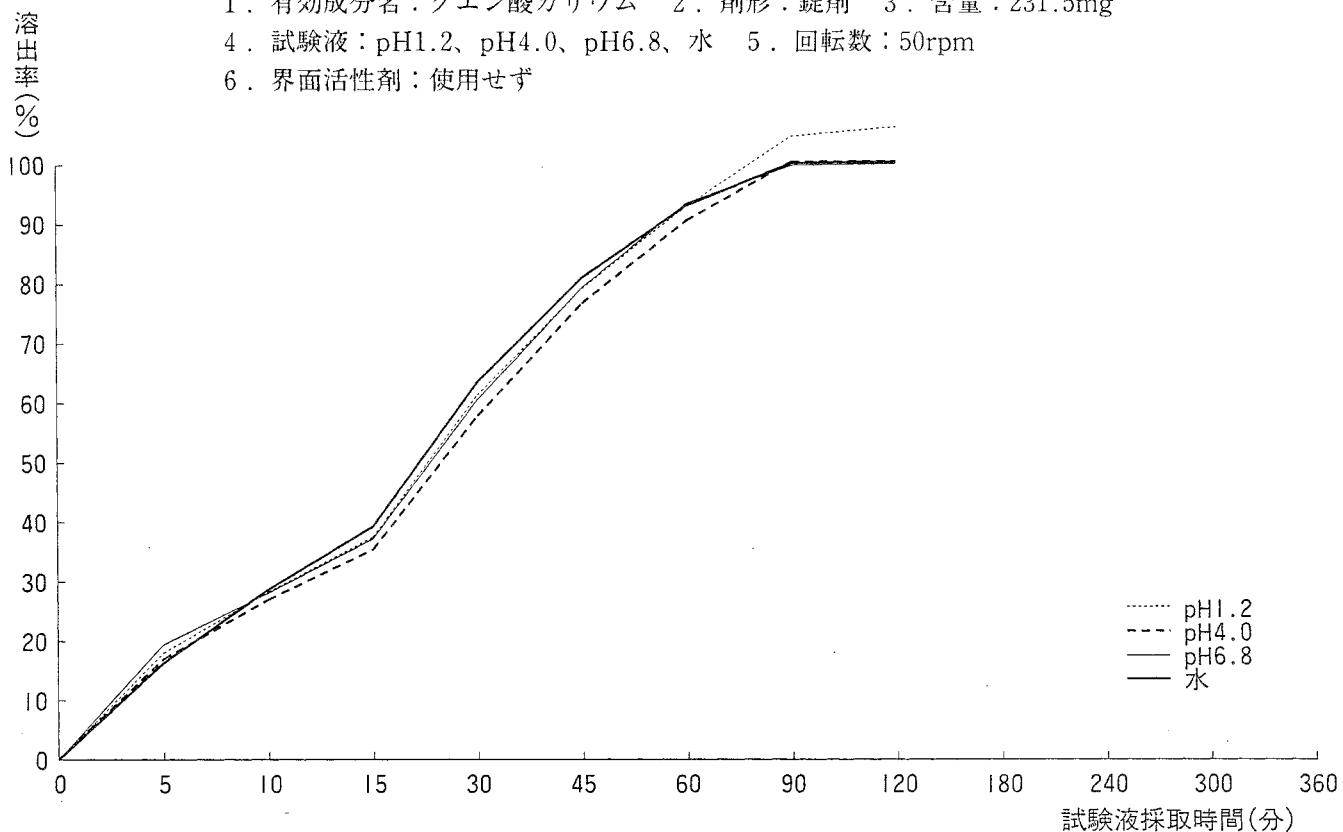
1. 有効成分名：クエン酸ナトリウム 2. 剤形：散剤 3. 含量：390mg/g
 4. 試験液：pH1.2、pH4.0、pH6.8、水 5. 回転数：50rpm
 6. 界面活性剤：使用せず



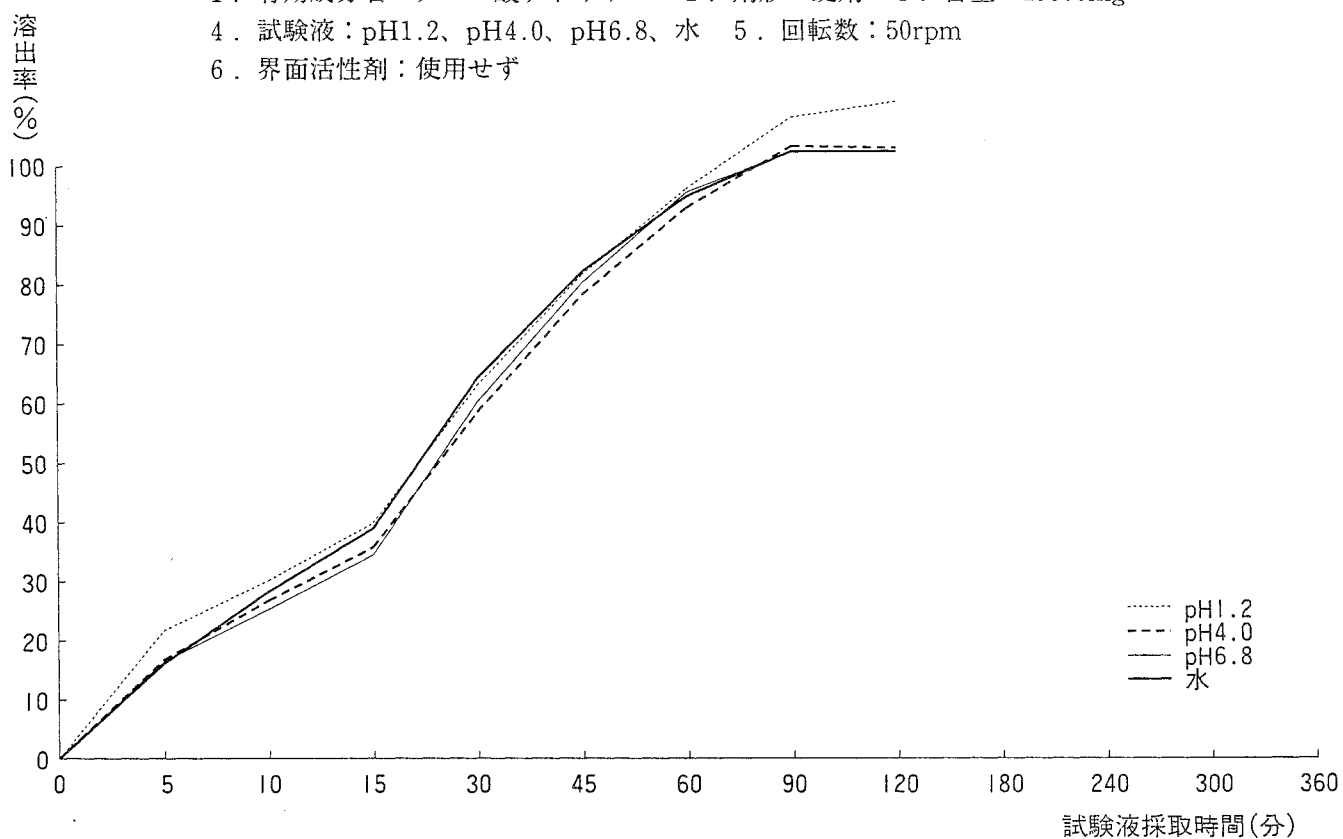
溶出曲線測定例

クエン酸カリウム・クエン酸ナトリウム錠

1. 有効成分名：クエン酸カリウム 2. 剤形：錠剤 3. 含量：231.5mg
4. 試験液：pH1.2、pH4.0、pH6.8、水 5. 回転数：50rpm
6. 界面活性剤：使用せず

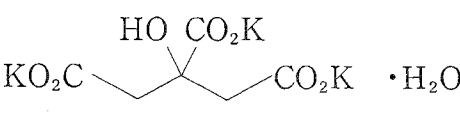


1. 有効成分名：クエン酸ナトリウム 2. 剤形：錠剤 3. 含量：195.0mg
4. 試験液：pH1.2、pH4.0、pH6.8、水 5. 回転数：50rpm
6. 界面活性剤：使用せず

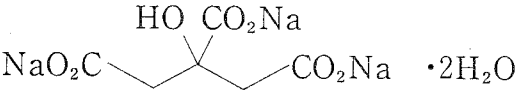


物理化学的性質

クエン酸カリウム

有効成分名		クエン酸カリウム
構 造 式		
解離定数 (25°C)		pK_{a_1} : 3.13 (カルボキシル基) pK_{a_2} : 4.76 (カルボキシル基) pK_{a_3} : 6.40 (カルボキシル基)
溶 解 度 (37°C)		pH1.2 : 1.1g/mL pH4.0 : 1.1g/mL pH6.8 : 1.1g/mL 水 : 1.1g/mL
安 定 性	水	なし
	液性 (pH)	なし
	光	なし
	その他	なし
備 考		なし

クエン酸ナトリウム

有効成分名		クエン酸ナトリウム
構 造 式		
解離定数 (25℃)		pK_{a_1} : 3.13 (カルボキシル基) pK_{a_2} : 4.76 (カルボキシル基) pK_{a_3} : 6.40 (カルボキシル基)
溶 解 度 (37℃)		pH1.2 : 0.5g/mL pH4.0 : 0.5g/mL pH6.8 : 0.5g/mL 水 : 0.5g/mL
安 定 性	水	なし
	液性 (pH)	なし
	光	なし
	その他	なし
備 考		なし

クエン酸カリウム 463mg/g・クエン酸ナトリウム 390mg/g 散
Potassium Citrate 463mg/g and Sodium Citrate 390mg/g Powder

溶出試験 本品の表示量に従いクエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)約 463mg 及びクエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)約 390mg 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 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、次のろ液を試料溶液とする。別に 130℃で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.038g 及び 130℃で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.029g をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : クエン酸カリウム・クエン酸ナトリウム散の秤取量(g)

C_a : 1g 中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1g 中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 電気伝導度検出器

カラム : 内径 5mm, 長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度 : 40℃付近の一定温度

移動相 : 薄めた硝酸(1→3140)

流量 : ナトリウムの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、カリウムの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 1.0%以下である．

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	463mg/g*	15 分	85%以上
クエン酸ナトリウム	390mg/g *		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム（日局）．

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム（日局）．

液体クロマトグラフ用，陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの．

クエン酸カリウム **231.5mg**・クエン酸ナトリウム **195.0mg** 錠
Potassium Citrate 231.5mg and Sodium Citrate 195.0mg Tablets

溶出試験 本品 1 個をとり、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 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、次のろ液を試料溶液とする。別に 130℃で 2 時間乾燥した塩化カリウム標準品約 0.019g 及び 130℃で 2 時間乾燥した塩化ナトリウム標準品約 0.015g をそれぞれ精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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、それぞれの液のカリウムのピーク面積 A_{Ta} 及び A_{Sa} 並びにナトリウムのピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 900 \times 1.370$$

クエン酸ナトリウム($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 900 \times 1.472$$

W_{Sa} : 塩化カリウム標準品の量(mg)

W_{Sb} : 塩化ナトリウム標準品の量(mg)

C_a : 1 錠中のクエン酸カリウム無水物($C_6H_5K_3O_7$)の表示量(mg)

C_b : 1 錠中のクエン酸ナトリウム無水物($C_6H_5Na_3O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径 5mm，長さ 15cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(1→3140)

流量：ナトリウムの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、カリウムの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、カリウム及びナトリウムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ

1.0%以下である.

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
クエン酸カリウム	231.5mg*	90 分	85%以上
クエン酸ナトリウム	195.0mg*		85%以上

*無水物として

塩化カリウム標準品 塩化カリウム（日局）.

塩化ナトリウム標準品 塩化ナトリウム（日局）.

液体クロマトグラフ用，陽イオン交換樹脂 液体クロマトグラフ用に製造したもの.