ピオグリタゾン塩酸塩・メトホルミン塩酸塩錠

溶出性〈*6.10*〉

（1） ピオグリタゾン塩酸塩　試験液に0.2 mol/L塩酸試液50 mLに塩化カリウム溶液(3→20) 150 mL及び水を加えて1000 mLとした液に5 mol/L塩酸試液を加えてpH 2.0に調整した液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80 %以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)約18.4 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にピオグリタゾン塩酸塩標準品(別途「ピオグリタゾン塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約37 mgを精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液／メタノール混液(1：1)を加えて溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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，それぞれの液のピオグリタゾンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

M_S：脱水物に換算したピオグリタゾン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のピオグリタゾン塩酸塩($C_{19}H_{20}N_2O_3S$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法(1)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ピオグリタゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ8000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピオグリタゾンのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である．

（2） メトホルミン塩酸塩　試験液に0.2 mol/L塩酸試液50 mLに塩化カリウム溶液(3→20) 150 mL及び水を加えて1000 mLとした液に5 mol/L塩酸試液を加えてpH 2.0に調整した液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80 %以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にメトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl)約0.56 mgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用メトホルミン塩酸塩を105 ℃で3時間乾燥し，その約28 mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとし、標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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，それぞれの液のメトホルミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

メトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 1800$$

M_S：定量用メトホルミン塩酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のメトホルミン塩酸塩($C_4H_{11}N_5$・HCl)の表示量(mg)

試験条件

定量法(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，メトホルミン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，2.5以下である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，メトホルミンのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である．

以下準用元（ピオグリタゾン塩酸塩・メトホルミン塩酸塩錠，定量法(1)，試験条件）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225 nm)

カラム：内径6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25 ℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム7.2 gをリン酸二水素アンモニウム溶液(23→4000)／アセトニトリル混液(1：1) 1000 mLに溶かす．

流量：ピオグリタゾンの保持時間が約9分になるように調整する．

以下準用元（ピオグリタゾン塩酸塩・メトホルミン塩酸塩錠，定量法(2)，試験条件）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：255 nm)

カラム：内径6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25 ℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム7.2 gをリン酸二水素アンモニウム溶液(23→4000)／アセトニトリル混液(1：1) 1000 mLに溶かす．

流量：メトホルミンの保持時間が約5分になるように調整する．