

1 **カンデサルタン シレキセチル・ヒドロ**
 2 **クロロチアジド錠**
 3 **Candesartan Cilexetil and Hydrochlorothiazide Tablets**

4 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0 %に対応する
 5 カンデサルタンシレキセチル(C₃₃H₃₄N₆O₆ : 610.66)及びヒド
 6 ロクロロチアジド(C₇H₈ClN₃O₄S₂ : 297.74)を含む。

7 **製法** 本品は「カンデサルタンシレキセチル」及び「ヒドロク
 8 ロロチアジド」をとり、錠剤の製法により製する。

9 **確認試験**

10 (1) 本品を粉末とし、「カンデサルタンシレキセチル」4
 11 mgに対応する量を取り、アセトン5 mLを加え、よく振り混
 12 ぜた後、遠心分離し、上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブ
 13 ランフィルターでろ過する。ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾
 14 固する。残留物をアセトン0.5 mLに溶かし、試料溶液とす
 15 る。別にカンデサルタンシレキセチル40 mgをとり、アセト
 16 ン5 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄
 17 層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液
 18 及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカ
 19 ゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチ
 20 ル/酢酸(100)混液(10 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開し
 21 た後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を
 22 照射するとき、試料溶液から得たスポットのうちR_f値が大
 23 きい方のスポットは、標準溶液から得たスポットとR_f値が
 24 等しい。

25 (2) 本品を粉末とし、「ヒドロクロロチアジド」6.25 mg
 26 に対応する量を取り、アセトン5 mLを加え、よく振り混ぜ
 27 た後、遠心分離し、上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブ
 28 ランフィルターでろ過する。ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾
 29 固する。残留物をアセトン0.5 mLに溶かし、試料溶液とする。
 30 別にヒドロクロロチアジド50 mgをとり、アセトン4 mLに
 31 溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマト
 32 グラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶
 33 液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用い
 34 て調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/酢酸
 35 (100)混液(10 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄
 36 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射する
 37 とき、試料溶液から得たスポットのうちR_f値が小さい方の
 38 スポットは、標準溶液から得たスポットとR_f値が等しい。

39 **純度試験 類縁物質**

40 (i) 本品を粉末とし、「カンデサルタンシレキセチル」4
 41 mgに対応する量を取り、アセトニトリル/水混液(3 : 2) 10
 42 mLを加え、10分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄
 43 液を孔径0.45 μm以下のメンブタンフィルターでろ過する。
 44 初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この
 45 液1 mLを正確に量り、アセトニトリル/水混液(3 : 2)を加
 46 えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標
 47 準溶液10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
 48 ラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々の
 49 ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカ
 50 ンデサルタンシレキセチルに対する相対保持時間約0.5のピー
 51 ク面積は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピー
 52 ク面積の1.5倍より大きくなく、試料溶液の相対保持時間約

53 0.8, 約1.1及び約1.5のピーク面積は、それぞれ標準溶液の
 54 カンデサルタンシレキセチルのピーク面積の1/2より大き
 55 くなく、試料溶液の相対保持時間約2.0のピーク面積は、標
 56 準溶液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積より大き
 57 くなく、試料溶液のカンデサルタンシレキセチル及び上記以
 58 外のピークの面積は、標準溶液のカンデサルタンシレキセチ
 59 ルのピーク面積の1/10より小さい。また、試料溶液のカ
 60 ンデサルタンシレキセチル以外のピークの合計面積は、標準溶
 61 液のカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の4倍より大
 62 きくない。

63 **試験条件**

64 検出器, カラム, カラム温度, 移動相A, 移動相B, 移
 65 動相の送液及び面積測定範囲は「カンデサルタンシレ
 66 キセチル」の純度試験(2)の試験条件を準用する。

67 流量 : 毎分0.6 mL

68 **システム適合性**

69 検出の確認 : 標準溶液1 mLを正確に量り、アセトニト
 70 リル/水混液(3 : 2)を加えて正確に50 mLとする。こ
 71 の液10 μLから得られたカンデサルタンシレキセチル
 72 のピーク面積が、標準溶液のカンデサルタンシレキセ
 73 チルのピーク面積の1.4～2.6 %になることを確認す
 74 る。

75 システムの性能 : 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 76 操作するとき、カンデサルタンシレキセチルのピーク
 77 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ12000
 78 段以上、1.5以下である。

79 システムの再現性 : 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 80 で試験を6回繰り返すとき、カンデサルタンシレキセ
 81 チルのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

82 (ii) 本品を粉末とし、「ヒドロクロロチアジド」6.25 mg
 83 に対応する量を取り、pH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナト
 84 リウム試液/アセトニトリル混液(3 : 1) 10 mLを加え、10
 85 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を孔径0.45
 86 μm以下のメンブタンフィルターでろ過する。初めのろ液5
 87 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。この液1 mLを正確
 88 に量り、pH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/
 89 アセトニトリル混液(3 : 1)を加えて正確に100 mLとし、標
 90 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にと
 91 り、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験
 92 を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法によ
 93 り測定するとき、試料溶液のヒドロクロロチアジドに対する
 94 相対保持時間約0.9及び約3.2のピーク面積は、標準溶液のヒ
 95 ドロクロロチアジドのピーク面積より大きくなく、試料溶液
 96 のヒドロクロロチアジド及び上記以外のピークの面積は、標
 97 準溶液のヒドロクロロチアジドのピーク面積の1/5より大
 98 きくない。また、試料溶液のヒドロクロロチアジド以外のピー
 99 クの合計面積は、標準溶液のヒドロクロロチアジドのピー
 100 ク面積の2倍より大きくない。ただし、ヒドロクロロチアジ
 101 ドに対する相対保持時間約0.8及び約0.9のピーク面積は自動
 102 積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.4及び0.5を乗じた
 103 値とする。

104 **試験条件**

105 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法
 106 (2)の試験条件を準用する。

107	面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後30分まで	159	4 mL及び(2)のヒドロクロロチアジド標準原液10 mL
108	システム適合性	160	に内標準溶液10 mLを加え、アセトニトリル/pH
109	検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、pH 3.0の	161	3.0の0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液
110	0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液/アセトニ	162	(3：2)を加えて100 mLとする。この液10 μ Lにつき、
111	リル混液(3：1)を加えて正確に50 mLとする。この液	163	上記の条件で操作するとき、ヒドロクロロチアジド、
112	10 μ Lから得たヒドロクロロチアジドのピーク面積が、	164	カンデサルタンシレキセチル、内標準物質の順に溶出
113	標準溶液のヒドロクロロチアジドのピーク面積の1.4	165	し、ヒドロクロロチアジドとカンデサルタンシレキセ
114	～2.6 %になることを確認する。	166	チルの分離度は7以上、カンデサルタンシレキセチル
115	システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で	167	と内標準物質の分離度は6以上である。
116	操作するとき、ヒドロクロロチアジドのピークの理論	168	システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
117	段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、	169	で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
118	1.5以下である。	170	に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の
119	システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件	171	比の相対標準偏差は1.0 %以下である。
120	で試験を6回繰り返すとき、ヒドロクロロチアジドの	172	(2) ヒドロクロロチアジド 本品1個をとり、内標準溶液
121	ピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。	173	V/10 mLを正確に加え、1 mLにヒドロクロロチアジド
122	製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うと	174	(C ₇ H ₈ ClN ₃ O ₄ S ₂)約63 μ gを含む液となるようにアセトニトリル
123	き、適合する。	175	ル/pH 3.0の0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液
124	(1) カンデサルタンシレキセチル 本品1個をとり、内標	176	(3：2)を加えてV mLとし、20分間振り混ぜた後、遠心分離
125	準溶液V/10 mLを正確に加え、1 mLにカンデサルタンシ	177	し、上澄液を試料溶液とする。別にヒドロクロロチアジド標
126	レキセチル(C ₃₃ H ₃₄ N ₆ O ₆)約40 μ gを含む液となるようにアセ	178	準品(別途「ヒドロクロロチアジド」と同様の条件で乾燥減
127	トニトリル/pH 3.0の0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム	179	量 (2.4I) を測定しておく)約31 mgを精密に量り、アセトニ
128	試液混液(3：2)を加えてV mLとし、20分間振り混ぜて崩壊	180	トリルに溶かし、正確に50 mLとし、ヒドロクロロチアジド
129	させた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に定量	181	標準原液とする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液
130	用カンデサルタンシレキセチル(別途「カンデサルタンシレ	182	10 mLを正確に加え、アセトニトリル/pH 3.0の0.05 mol/L
131	キセチル」と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約50	183	リン酸二水素ナトリウム試液混液(3：2)を加えて100 mLと
132	mgを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に50 mL	184	し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、
133	とし、カンデサルタンシレキセチル標準原液とする。この液	185	次の条件で液体クロマトグラフィー (2.0I) により試験を行
134	4 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、アセ	186	い、内標準物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジド
135	トニトリル/pH 3.0の0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム	187	のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を自動積分法により求める。
136	試液混液(3：2)を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試	188	ヒドロクロロチアジド(C ₇ H ₈ ClN ₃ O ₄ S ₂)の量(mg)
137	料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマト	189	$= M_S \times Q_T / Q_S \times V \times 1 / 500$
138	グラフィー (2.0I) により試験を行い、内標準物質のピーク	190	M_S ：乾燥物に換算したヒドロクロロチアジド標準品の秤
139	面積に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の比	191	取量(mg)
140	Q_T 及び Q_S を求める。		
141	カンデサルタンシレキセチル(C ₃₃ H ₃₄ N ₆ O ₆)の量(mg)	192	内標準溶液 ベンゾフェノンのアセトニトリル溶液
142	$= M_S \times Q_T / Q_S \times V \times 1 / 1250$	193	(1→10000)
143	M_S ：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ	194	試験条件
144	ルの秤取量(mg)	195	検出器、カラム及びカラム温度は定量法(2)の試験条件
145	内標準溶液 ベンゾフェノンのアセトニトリル溶液	196	を準用する。
146	(1→10000)	197	移動相：アセトニトリル/pH 5.5の0.05 mol/Lリン酸二
147	試験条件	198	水素ナトリウム試液混液(11：9)
148	検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)	199	流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約3.5分にな
149	カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に4	200	るように調整する。
150	μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル	201	システム適合性
151	化シリカゲルを充填する。	202	システムの性能：(1)のカンデサルタンシレキセチル標
152	カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度	203	準原液4 mL及びヒドロクロロチアジド標準原液10
153	移動相：アセトニトリル/pH 5.5の0.05 mol/Lリン酸二	204	mLに内標準溶液10 mLを加え、アセトニトリル/pH
154	水素ナトリウム試液混液(11：9)	205	3.0の0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液混液
155	流量：カンデサルタンシレキセチルの保持時間が約7分	206	(3：2)を加えて100 mLとする。この液10 μ Lにつき、
156	になるように調整する。	207	上記の条件で操作するとき、ヒドロクロロチアジド、
157	システム適合性	208	カンデサルタンシレキセチル、内標準物質の順に溶出
158	システムの性能：カンデサルタンシレキセチル標準原液	209	し、ヒドロクロロチアジドとカンデサルタンシレキセ
		210	チルの分離度は7以上、カンデサルタンシレキセチル

211 と内標準物質の分離度は6以上である。
 212 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 213 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 214 に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比の相
 215 対標準偏差は1.0 %以下である。

216 溶出性 (6.10)

217 (1) カンデサルタンシレキセチル 試験液にポリソルベ
 218 ト80 gに溶出試験第2液を加えて1000 mLとした液900 mL
 219 を用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、
 220 本品の45分間の溶出率は75 %以上である。

221 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 222 10 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
 223 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液V mLを
 224 正確に量り、1 mL中にカンデサルタンシレキセチル
 225 ($\text{C}_{33}\text{H}_{34}\text{N}_6\text{O}_6$)約2.2 μg を含む液となるようにpH 3.0の0.05
 226 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確にV' mLと
 227 し、試料溶液とする。別に定量用カンデサルタンシレキセチ
 228 ル(別途「カンデサルタンシレキセチル」と同様の方法で水
 229 分(2.48)を測定しておく)約25 mgを精密に量り、アセトニ
 230 トリルに溶かし、正確に100 mLとし、カンデサルタンシレ
 231 キセチル標準原液とする。この液2 mLを正確に量り、試験
 232 液を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量
 233 り、pH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加え
 234 て正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
 235 液40 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
 236 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のカンデサル
 237 タンシレキセチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

238 カンデサルタンシレキセチル($\text{C}_{33}\text{H}_{34}\text{N}_6\text{O}_6$)の表示量に対する
 239 溶出率(%)

$$240 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

241 M_S ：脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ
 242 ルの秤取量(mg)

243 C：1錠中のカンデサルタンシレキセチル($\text{C}_{33}\text{H}_{34}\text{N}_6\text{O}_6$)の
 244 表示量(mg)

245 試験条件

246 製剤均一性(1)の試験条件を準用する。

247 システム適合性

248 システムの性能：カンデサルタンシレキセチル標準原液
 249 及び(2)のヒドロクロロチアジド標準原液それぞれ2
 250 mLに試験液を加えて100 mLとする。この液10 mL
 251 にpH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液
 252 10 mLを加えた液40 μL につき、上記の条件で操作す
 253 るとき、ヒドロクロロチアジド、カンデサルタンシレ
 254 キセチルの順に溶出し、その分離度は6以上である。

255 システムの再現性：標準溶液40 μL につき、上記の条件
 256 で試験を6回繰り返すとき、カンデサルタンシレキセ
 257 チルのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である。

258 (2) ヒドロクロロチアジド 試験液にポリソルベート80 g
 259 gに溶出試験第2液を加えて1000 mLとした液900 mLを用い、
 260 パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の45
 261 分間の溶出率は80 %以上である。

262 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液

263 10 mL以上をとり、孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
 264 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液V mLを
 265 正確に量り、1 mL中にヒドロクロロチアジド
 266 ($\text{C}_7\text{H}_8\text{ClN}_3\text{O}_4\text{S}_2$)約3.5 μg を含む液となるようにpH 3.0の
 267 0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確にV'
 268 mLとし、試料溶液とする。別にヒドロクロロチアジド標準
 269 品(別途「ヒドロクロロチアジド」と同様の条件で乾燥減量
 270 (2.41)を測定しておく)約38 mgを精密に量り、アセトニト
 271 リルに溶かし、正確に100 mLとし、ヒドロクロロチアジド
 272 標準原液とする。この液2 mLを正確に量り、試験液を加え
 273 て正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、pH
 274 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確
 275 に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液40
 276 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
 277 (2.01)により試験を行い、それぞれの液のヒドロクロロチ
 278 アジドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

279 ヒドロクロロチアジド($\text{C}_7\text{H}_8\text{ClN}_3\text{O}_4\text{S}_2$)の表示量に対する溶
 280 出率(%)

$$281 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$$

282 M_S ：乾燥物に換算したヒドロクロロチアジド標準品の秤
 283 取量(mg)

284 C：1錠中のヒドロクロロチアジド($\text{C}_7\text{H}_8\text{ClN}_3\text{O}_4\text{S}_2$)の表示
 285 量(mg)

286 試験条件

287 製剤均一性(2)の試験条件を準用する。

288 システム適合性

289 システムの性能：(1)のカンデサルタンシレキセチル標
 290 準原液及びヒドロクロロチアジド標準原液それぞれ2
 291 mLに試験液を加えて100 mLとする。この液10 mL
 292 にpH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液
 293 10 mLを加えた液40 μL につき、上記の条件で操作す
 294 るとき、ヒドロクロロチアジド、カンデサルタンシレ
 295 キセチルの順に溶出し、その分離度は6以上である。

296 システムの再現性：標準溶液40 μL につき、上記の条件
 297 で試験を6回繰り返すとき、ヒドロクロロチアジドの
 298 ピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である。

299 定量法

300 (1) カンデサルタンシレキセチル 本品20個以上をとり、
 301 その質量を精密に量り、粉末とする。カンデサルタンシレキ
 302 セチル($\text{C}_{33}\text{H}_{34}\text{N}_6\text{O}_6$)約4 mgに対応する量を精密に量り、内
 303 標準溶液10 mLを正確に加え、アセトニトリル/水混液(3：
 304 2)を加えて100 mLとし、10分間激しく振り混ぜた後、5分
 305 間静置し、上澄液を孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルタ
 306 ーでろ過する。初めのろ液5 mLを除き、次のろ液を試料溶
 307 液とする。別に定量用カンデサルタンシレキセチル(別途
 308 「カンデサルタンシレキセチル」と同様の方法で水分(2.48)
 309 を測定しておく)約50 mgを精密に量り、アセトニトリルに
 310 溶かし、正確に50 mLとする。この液4 mLを正確に量り、
 311 内標準溶液10 mLを正確に加え、アセトニトリル/水混液
 312 (3：2)を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
 313 び標準溶液10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ
 314 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対

315 するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の比 Q_T 及び
316 Q_S を求める。

317 カンデサルタンシレキセチル($C_{33}H_{34}N_6O_6$)の量(mg)

$$318 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2 / 25$$

319 M_S : 脱水物に換算した定量用カンデサルタンシレキセチ
320 ルの秤取量(mg)

321 内標準溶液 : アセナフテンのアセトニトリル溶液(1→800)
322 試験条件

323 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

324 カラム : 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に4 μ m
325 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
326 リカゲルを充填する。

327 カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

328 移動相 : アセトニトリル/水/酢酸(100)混液(57 : 43 :
329 1)

330 流量 : カンデサルタンシレキセチルの保持時間が約13
331 分になるように調整する。

332 システム適合性

333 システムの性能 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
334 操作するとき, 内標準物質, カンデサルタンシレキセ
335 チルの順に溶出し, その分離度は5以上である。

336 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件
337 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
338 に対するカンデサルタンシレキセチルのピーク面積の
339 比の相対標準偏差は1.0 %以下である。

340 (2) ヒドロクロロチアジド 本品20個以上をとり, その
341 質量を精密に量り, 粉末とする。ヒドロクロロチアジド
342 ($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)約6.25 mgに対応する量を精密に量り, 内標
343 準溶液10 mLを正確に加え, pH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水
344 素ナトリウム試液/アセトニトリル混液(3 : 1)を加えて100
345 mLとし, 10分間激しく振り混ぜた後, 5分間静置し, 上澄
346 液を孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。
347 最初のろ液5mLを除き, 次のろ液を試料溶液とする。別に
348 ヒドロクロロチアジド標準品(別途「ヒドロクロロチアジ
349 ド」と同様の条件で乾燥減量(2.41)を測定しておく)約31
350 mgを精密に量り, アセトニトリルに溶かし, 正確に50 mL
351 とする。この液10 mLを正確に量り, 内標準溶液10 mLを正
352 確に加え, pH 3.0の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試液
353 /アセトニトリル混液(3 : 1)を加えて100 mLとし, 標準溶
354 液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき, 次の条件で
355 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い, 内標準
356 物質のピーク面積に対するヒドロクロロチアジドのピーク面
357 積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

358 ヒドロクロロチアジド($C_7H_8ClN_3O_4S_2$)の量(mg)

$$359 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

360 M_S : 乾燥物に換算したヒドロクロロチアジド標準品の秤
361 取量(mg)

362 内標準溶液 : メタヒドロキシアセトフェノンのアセトニト
363 リル溶液(1→6500)

364 試験条件

365 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

366 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に4
367 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
368 化シリカゲルを充填する。

369 カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

370 移動相 : pH 5.5の0.05 mol/Lリン酸二水素ナトリウム試
371 液/アセトニトリル混液(3 : 1)

372 流量 : ヒドロクロロチアジドの保持時間が約6分になる
373 ように調整する。

374 システム適合性

375 システムの性能 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
376 操作するとき, ヒドロクロロチアジド, 内標準物質の
377 順に溶出し, その分離度は5以上である。

378 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件
379 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
380 に対するヒドロクロロチアジドのピーク面積の比の相
381 対標準偏差は1.0 %以下である。

382 貯法 容器 気密容器。

383 -----

384 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

385 カンデサルタンシレキセチル $C_{33}H_{34}N_6O_6$ [医薬品各条]

386 リン酸二水素ナトリウム試液, 0.05 mol/L, pH 5.5 リン酸二
387 水素ナトリウム二水和物7.80 gを水900 mLに溶かし, 水酸
388 化ナトリウム試液を加えてpH 5.5に調整し, 水を加えて
389 1000 mLとする。

390