

## サリチルアミド散 Salicylamide Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )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(ただし、試料は試験液に分散するように投入する)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 $\mu$ 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 2mL を正確に量り、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 200mL とし、試料溶液とする。別にサリチルアミド標準品をシリカゲルを乾燥剤として 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 1mL を正確に加えた後、0.5mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100mL 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 329nm 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。

サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_s$  : サリチルアミド標準品の量(mg)

$W_T$  : サリチルアミド散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のサリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )の表示量(g)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	90 分	85%以上

サリチルアミド標準品 「サリチルアミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、サリチルアミド( $C_7H_7NO_2$ )99.0%以上を含むもの。

## チアプロフェン酸錠 Tiaprofenic Acid Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にチアプロフェン酸(C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>S)約 11 $\mu$ g を含む液となるように pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に  $V'$ mL とし、試料溶液とする。別にチアプロフェン酸標準品をシリカゲルを乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を加えて正確に 100mL 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 315nm 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。

チアプロフェン酸(C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_s$ : チアプロフェン酸標準品の量(mg)

$C$ : 1 錠中のチアプロフェン酸(C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub>S)の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	60 分	85%以上
200mg	60 分	80%以上

チアプロフェン酸標準品 「チアプロフェン酸」。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.5 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 1000mL に、クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液を加え、pH7.5 に調整する。

## 硝酸イソソルビド徐放錠 Isosorbide Dinitrate Extended-release Tablets

**溶出試験** 本品1個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 900mL を用い、溶出試験法第2法により、毎分 75 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )約  $22\mu\text{g}$  を含む液となるように pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に  $V'\text{mL}$  とし、試料溶液とする。別に硝酸イソソルビド標準品(別途硝酸イソソルビド(日局)と同様な方法で水分を測定しておく)約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu\text{L}$  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、それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積  $A_{T(n)}$  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。

n 回目の溶出液採取時における硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )の表示量に対する溶出率(%)( $n=1, 2, 3$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_S$  : 脱水物に換算した硝酸イソソルビド標準品の量(mg)

$C$  : 1錠中の硝酸イソソルビド( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に  $5\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ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： $40^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液(11 : 9)

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約 6 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 20 $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルビ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, 1.5 以下である.

システムの再現性: 標準溶液 20 $\mu$ Lにつき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, 硝酸イソソルビ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
20mg	4 時間	20~50%
	8 時間	40~70%
	24 時間	70%以上

**0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.0** 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に, 酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え, pH4.0 に調整する.

**硝酸イソソルビド標準品** 硝酸イソソルビド(日局). ただし, 定量するとき, 換算した脱水物に対し, 硝酸イソソルビド( $C_6H_8N_2O_8$ ) 99.0%以上を含むもの.

スルファメトキサゾール 400mg/g・トリメトプリム 80mg/g 顆粒  
Sulfamethoxazole 400mg/g and Trimethoprim 80mg/g Granules

**溶出試験** 本品約 1g を精密に量り、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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。別にスルファメトキサゾール標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とし、標準原液(1)とする。また、トリメトプリム標準品を 105°C で 5 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)10mL 及び標準原液(2)5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ 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、それぞれの液のスルファメトキサゾールのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにトリメトプリムのピーク面積  $A_{Tb}$  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。

スルファメトキサゾール( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sa}}{W_T} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1800$$

トリメトプリム( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_{Sb}}{W_T} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 360$$

$W_{Sa}$  : スルファメトキサゾール標準品の量(mg)

$W_{Sb}$  : トリメトプリム標準品の量(mg)

$W_T$  : スルファメトキサゾール・トリメトプリム顆粒の秤取量(g)

$C_a$  : 1g 中のスルファメトキサゾール( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1g 中のトリメトプリム( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )の表示量(mg)

**試験条件**

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ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/アセトニトリル混液(7 : 2)900mL にトリエチルアミン 1.0mL を加え

た液に薄めた酢酸(100)(1→100)を加え、pH5.9に調整し、水を加えて1000mLとする。

流量：スルファメトキサゾールの保持時間が約10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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トリメトプリム、スルファメトキサゾールの順に溶出し、その分離度は8以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、スルファメトキサゾール及びトリメトプリムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

#### 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファメトキサゾール	400mg/g	15分	80%以上
トリメトプリム	80mg/g		80%以上

スルファメトキサゾール標準品 スルファメトキサゾール(日局)。

トリメトプリム標準品 「トリメトプリム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリメトプリム(C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>)99.0%以上を含むもの。

スルファメトキサゾール 400mg・トリメトプリム 80mg 錠  
Sulfamethoxazole 400mg and Trimethoprim 80mg Tablets

**溶出試験** 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)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。別にスルファメトキサゾール標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20mL とし、標準原液(1)とする。また、トリメトプリム標準品を 105°C で 5 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)10mL 及び標準原液(2)5mL を正確に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 $\mu$ 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、それぞれの液のスルファメトキサゾールのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにトリメトプリムのピーク面積  $A_{Tb}$  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。

スルファメトキサゾール( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sa} \times \frac{A_{Ta}}{A_{Sa}} \times \frac{1}{C_a} \times 1800$$

トリメトプリム( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_{Sb} \times \frac{A_{Tb}}{A_{Sb}} \times \frac{1}{C_b} \times 360$$

$W_{Sa}$  : スルファメトキサゾール標準品の量(mg)

$W_{Sb}$  : トリメトプリム標準品の量(mg)

$C_a$  : 1 錠中のスルファメトキサゾール( $C_{10}H_{11}N_3O_3S$ )の表示量(mg)

$C_b$  : 1 錠中のトリメトプリム( $C_{14}H_{18}N_4O_3$ )の表示量(mg)

**試験条件**

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ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/アセトニトリル混液(7 : 2)900mL にトリエチルアミン 1.0mL を加えた液に薄めた酢酸(100)(1→100)を加え、pH5.9 に調整し、水を加えて 1000mL

とする。

流量：スルファメトキサゾールの保持時間が約10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 $\mu$ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トリメトプリム、スルファメトキサゾールの順に溶出し、その分離度は8以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、スルファメトキサゾール及びトリメトプリムのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

#### 溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
スルファメトキサゾール	400mg	45分	85%以上
トリメトプリム	80mg		80%以上

スルファメトキサゾール標準品 スルファメトキサゾール(日局)。

トリメトプリム標準品 「トリメトプリム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリメトプリム(C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>3</sub>)99.0%以上を含むもの。



## ニトラゼパム散 Nitrazepam Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )約0.01g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。別にニトラゼパム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のニトラゼパムのピーク面積  $A_T$  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。

ニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$  : ニトラゼパム標準品の量(mg)

$W_T$  : ニトラゼパム散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ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 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量 : ニトラゼパムの保持時間が約 6 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニトラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラゼパム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
10mg/g	30分	75%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局).

## ニトラゼパム細粒 Nitrazepam Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )約 0.01g 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。別にニトラゼパム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のニトラゼパムのピーク面積  $A_T$  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。

ニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

$W_S$  : ニトラゼパム標準品の量(mg)

$W_T$  : ニトラゼパム細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ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 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700:300:1)

流量 : ニトラゼパムの保持時間が約 6 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニトラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラゼパム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
10mg/g	90分	70%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局).

## ニトラゼパム錠 Nitrazepam 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 $\mu$ 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  $V$ mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニトラゼパム ( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ ) 約 2.2 $\mu$ g 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。別にニトラゼパム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(99.5)に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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、それぞれの液のニトラゼパムのピーク面積  $A_T$  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。

ニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

$W_S$  : ニトラゼパム標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のニトラゼパム( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278nm)

カラム : 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ m の液体クロマトグラフ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 : 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : 水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700:300:1)

流量 : ニトラゼパムの保持時間が約 6 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 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ニトラゼパムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ニトラゼパム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
2mg	60分	85%以上
5mg	45分	70%以上
10mg	60分	75%以上

ニトラゼパム標準品 ニトラゼパム(日局).

## フルタゾラム細粒 Flutazolam Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いフルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )約 4mg 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  $0.5\mu\text{m}$  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。別にフルタゾラム標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 2 時間乾燥し、その約  $0.022\text{g}$  を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液  $20\mu\text{L}$  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、それぞれの液のフルタゾラムのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 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。

フルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_s$  : フルタゾラム標準品の量(mg)

$W_T$  : フルタゾラム細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のフルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 :  $250\text{nm}$ )

カラム : 内径  $4.6\text{mm}$ 、長さ  $15\text{cm}$  のステンレス管に  $5\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ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 :  $40^\circ\text{C}$  付近の一定温度

移動相 : pH4.0 の  $0.05\text{mol/L}$  酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(1 : 1)

流量 : フルタゾラムの保持時間が約 18 分になるよう調整する。

### システム適合性

システムの性能 : 試料溶液  $20\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、フルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物とフルタゾラムの分離度は 12 以上であり、フルタゾラムのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 $\mu$ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルタゾラムのピーク面積とフルタゾラムに対する相対保持時間約0.2の分解生成物のピーク面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	30分	75%以上

フルタゾラム標準品 「フルタゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルタゾラム(C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>ClFN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)99.0%以上を含むもの。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて1000mLとした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして500mLとした液を加え、pH4.0に調整する。



## ニコチン酸アミド散 Nicotinamide Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )約 0.1g 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸アミドをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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 262nm 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。

ニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360$$

$W_s$  : 定量用ニコチン酸アミドの量(mg)

$W_T$  : ニコチン酸アミド散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

**定量用ニコチン酸アミド** ニコチン酸アミド(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ニコチン酸アミド( $C_6H_6N_2O$ )99.0%以上を含むもの。

**ゾニサミド散**  
**Zonisamide Powder**

**溶出試験** 本品の表示量に従いゾニサミド( $C_8H_8N_2O_3S$ )約 0.1g 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ C$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu m$  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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にゾニサミド標準品を  $105^\circ C$  で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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 285nm における吸光度  $A_{T(n)}$  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。

n 回目の溶出液採取時におけるゾニサミド( $C_8H_8N_2O_3S$ )の表示量に対する溶出率 (%) ( $n=1, 2$ )

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{1}{C} \times 450$$

$W_s$  : ゾニサミド標準品の量(mg)

$W_T$  : ゾニサミド散の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のゾニサミド( $C_8H_8N_2O_3S$ )の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
200mg/g	10 分	60%以下
	45 分	75%以上

## ゾニサミド錠 Zonisamide 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 を正確にとり、直ちに  $37 \pm 0.5^\circ\text{C}$  に加温した水 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径  $0.45\mu\text{m}$  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  $V\text{mL}$  を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にゾニサミド( $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ )約  $22\mu\text{g}$  を含む液となるように水を加えて正確に  $V'\text{mL}$  とし、試料溶液とする。別にゾニサミド標準品を  $105^\circ\text{C}$  で 3 時間乾燥し、その約  $0.022\text{g}$  を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL 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  $285\text{nm}$  における吸光度  $A_{T(n)}$  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。

$n$  回目の溶出液採取時におけるゾニサミド( $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ )の表示量に対する溶出率 (%) ( $n=1, 2$ )

$$= W_S \times \left[ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left( \frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_S$  : ゾニサミド標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のゾニサミド( $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ )の表示量(mg)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	10 分	65%以下
	45 分	70%以上