

オキサゾラム散 Oxazolam Powder

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) 約 0.02g に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : オキサゾラム標準品の量 (mg)

W_T : オキサゾラム散の秤取量 (g)

C : 1g 中のオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 240nm)

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 : オキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキ

サゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離度は 8 以上であり、オキサ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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	85%以上

○ オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

オキサゾラム細粒 Oxazolam Fine Granules

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) 約 0.02g に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : オキサゾラム標準品の量 (mg)

W_T : オキサゾラム細粒の秤取量 (g)

C : 1g 中のオキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 240nm)

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 : オキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキ

サゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離度は 8 以上であり、オキサ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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $(A_{1(i)}+A_{2(i)})/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	45 分	80%以上

○ オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

オキサゾラム錠 Oxazolam Tablets

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にオキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)約 1.1 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 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 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、それぞれの液のオキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

オキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.68}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.68}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : オキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のオキサゾラム($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240nm)

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: オキサゾラムの保持時間が約 3 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: 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキサゾラムとオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物の分離

度は 8 以上であり、オキサ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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのオキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びオキサゾラムに対する相対保持時間約 2.2 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.68$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75%以上
10mg	30 分	70%以上
20mg	60 分	85%以上

オキサゾラム標準品 オキサゾラム(日局).

クロキサゾラム散 Cloxazolam Powder

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品の表示量に従いクロキサゾラム ($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$) 約 2mg に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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。別にクロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリル 25mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロキサゾラム ($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : クロキサゾラム標準品の量 (mg)

W_T : クロキサゾラム散の秤取量 (g)

C : 1g 中のクロキサゾラム ($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 240nm)

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 : クロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロキサゾラムとクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物の分離度は 15 以上であり、クロキサ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 50 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのクロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し， $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき，その相対標準偏差は 1.5% 以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	45 分	75%以上

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム(日局).

クロキサゾラム錠 Cloxazolam Tablets

溶出試験 本操作は光を避けて行う。本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にクロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)約 1.1 μ g を含む液となるように崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にクロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、アセトニトリル 50mL に溶かした後、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、崩壊試験法の第 1 液を加えて正確に 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液のクロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。ただし、試料溶液及び標準溶液は 5 $^{\circ}$ C で保存する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

クロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_s : クロキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のクロキサゾラム($C_{17}H_{14}Cl_2N_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 240nm)

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 : クロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 50 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロキサゾラムとクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物の分離度は 15 以上であり、クロキサ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 50 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのクロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びクロキサゾラムに対する相対保持時間約 3.3 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき、その相対標準偏差は 1.5%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1mg	45 分	80%以上
2mg	45 分	80%以上

クロキサゾラム標準品 クロキサゾラム(日局).

コリンテオフィリン散 Choline Theophylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いコリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)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 0.5 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 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.018g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm 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。

コリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.573$$

W_s : テオフィリン標準品の量(mg)

W_T : コリンテオフィリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のコリンテオフィリン($C_5H_{14}NO \cdot C_7H_7N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
500mg/g	15 分	85%以上

コリンテオフィリン錠 Choline Theophylline 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 $0.5\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にコリンテオフィリン ($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$) 約 0.11mg を含む液となるように水を加えて正確に $V'\text{mL}$ とする。この液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.018g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271nm 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コリンテオフィリン ($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 360 \times 1.573$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のコリンテオフィリン ($\text{C}_5\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$) の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	5 分	55% 以下
	90 分	75% 以上

ジプロフィリン散 Diprophylline Powder

溶出試験 本品の表示量に従いジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)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 $0.45\mu\text{m}$ 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 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とする。この液 5mL を正確に量り、水 5mL を正確に加え、試料溶液とする。別にジプロフィリン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、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 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 273nm 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。

ジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)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 : ジプロフィリン標準品の量(mg)

W_T : ジプロフィリン散の秤取量(g)

C : 1g 中のジプロフィリン($C_{10}H_{14}N_4O_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

スルチアム錠 Sultiame 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0.5 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にスルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)約17 μ 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。別にスルチアム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.017gを精密に量り、メタノールに溶かし、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、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長244nm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。

スルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s: スルチアム標準品の量(mg)

C: 1錠中のスルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	45分	70%以上
200mg	45分	70%以上

スルチアム標準品 スルチアム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、スルチアム(C₁₀H₁₄N₂O₄S₂)99.0%以上を含むもの。

セフィキシム細粒 Cefixime Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフィキシム約 0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、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 0.5 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。別にセフィキシム標準品約 0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 50mL とする。この液 4mL 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 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のセフィキシムのピーク面積 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。

セフィキシム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 : セフィキシム標準品の量 [mg (力価)]

W_T : セフィキシム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のセフィキシムの表示量 [mg(力価)]

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254nm)

カラム: 内径 4mm, 長さ 12.5cm のステンレス管に 4 μ 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: 薄めたテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液(10→13)25mL に水を加えて 1000mL とした液に薄めたリン酸(1→10)を加え、pH6.5 に調整する。この液 300mL にアセトニトリル 100mL を加える。

流量: セフィキシムの保持時間が約 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 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフィキシ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 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフィキシ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
50mg(力価)/g	30分	75%以上

セフジニル細粒 Cefdinir Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いセフジニル約 0.1g(力価)に対応する量を精密に量り、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 0.5 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。別にセフジニル標準品約 0.028g(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 50mL とする。この液 4mL 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 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のセフジニルのピーク面積 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。

セフジニル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 : セフジニル標準品の量 [mg(力価)]

W_T : セフジニル細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のセフジニルの表示量 [mg(力価)]

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 μ 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 : pH5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000mL に 0.1mol/L のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4mL を加える。この液 900mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 60mL 及びメタノール 40mL を加える。

流量 : セフジニルの保持時間が約 8 分になるよう調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフジニル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 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき、セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg(力価)/g	30分	75%以上

テオフィリン徐放錠(2) Theophylline Extended-release Tablets(2)

溶出試験 a 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 を正確にとり、直ちに 37±0.5℃に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.8μm 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 中にテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)約 11μg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105℃で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL 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 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 271nm 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 a 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テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 2, 3$)

$$= W_s \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_s} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_s} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格 a

表示量	規定時間	溶出率
50mg	2 時間	15~45%
	4 時間	35~65%
	8 時間	70%以上

溶出試験 b 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 を正確にとり、直ちに 37±0.5℃に加温した薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 0.8μm 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 中にテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)約 11μg を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V' mL とし、試料

溶液とする。別にテオフィリン標準品を 105°C で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL 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 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 271nm 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 b 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テオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量に対する溶出率 (%) ($n=1, 2, 3$)

$$= W_S \times \left[\frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right] \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : テオフィリン標準品の量(mg)

C : 1錠中のテオフィリン($C_7H_8N_4O_2$)の表示量(mg)

溶出規格 b

表示量	規定時間	溶出率
50mg	1 時間	15~45%
	3 時間	35~65%
	12 時間	80%以上

テノキシカム錠 Tenoxicam 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 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にテノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)約 11 μ g を含む液となるように薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にテノキシカム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、薄めた pH6.8 のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL 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 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 368nm 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。

テノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : テノキシカム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のテノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	30 分	80%以上
20mg	45 分	80%以上

テノキシカム標準品 「テノキシカム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、テノキシカム($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$)99.0%以上を含むもの。

デノパミン細粒 Denopamine Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いデノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)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 $0.5\mu\text{m}$ 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。別にデノパミン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.028 g を精密に量り、 0.1mol/L 塩酸試液 20mL に溶かした後、水を加えて正確に 100mL とする。この液 4mL 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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 224nm 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。

デノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : デノパミン標準品の量(mg)

W_T : デノパミン細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のデノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg/g	120 分	75%以上

デノパミン標準品 「デノパミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、デノパミン($C_{18}H_{23}NO_4$)99.0%以上を含むもの。

デノパミン錠 Denopamine 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0.5 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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にデノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)約5.6 μ 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。別にデノパミン標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、0.1mol/L塩酸試液20mLに溶かした後、水を加えて正確に200mLとする。この液4mL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につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長224nm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。

デノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : デノパミン標準品の量(mg)

C : 1錠中のデノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30分	80%以上
10mg	30分	80%以上

デノパミン標準品 「デノパミン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、デノパミン(C₁₈H₂₃NO₄)99.0%以上を含むもの。

トフィソパム細粒 Tofisopam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いトフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)約0.05gに対応する量を精密に量り、試験液に pH3.0 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 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 0.45μm 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、pH7.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別にトフィソパム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 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH7.0 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、pH7.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 308nm 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。

トフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_S : トフィソパム標準品の量(mg)

W_T : トフィソパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のトフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	60分	75%以上

トフィソパム標準品 トフィソパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶して 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.0 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、pH7.0 に調整する。

トフィソパム錠 Tofisopam Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に pH3.0 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 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にトフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)約 11 μ g を含む液となるように pH7.0 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。別にトフィソパム標準品をシリカゲルを乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH7.0 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、pH7.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 308nm 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。

トフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : トフィソパム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のトフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	120分	75%以上

トフィソパム標準品 トフィソパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トフィソパム(C₂₂H₂₆N₂O₄)99.0%以上を含むもの。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶して 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH7.0 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、pH7.0 に調整する。

トリメタジオン散 Trimethadione Powder

溶出試験 本品の表示量に従いトリメタジオン($C_6H_9NO_3$)約0.33g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。別にトリメタジオン標準品をシリカゲルを乾燥剤として6時間乾燥し、その約0.018g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20 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、それぞれの液のトリメタジオンのピーク面積 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。

トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_S : トリメタジオン標準品の量(mg)

W_T : トリメタジオン散の秤取量(g)

C : 1g中のトリメタジオン($C_6H_9NO_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 225nm)

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 : リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58gを水900mLに溶かし、リン酸を加え、pH3.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。この液200mLにメタノール100mLを加える。

流量 : トリメタジオンの保持時間が約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20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トリメタジオ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3000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、トリメタジオン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
667mg/g	15分	85%以上

トリメタジオン標準品 トリメタジオン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, トリメタジオン($C_6H_9NO_3$)99.0%以上を含むもの.

ニコチン酸散 Nicotinic Acid Powder

溶出試験 本品の表示量に従いニコチン酸($C_6H_5NO_2$)約0.05g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 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸を 105°C で 1 時間乾燥し、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 25mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL 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($C_6H_5NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 定量用ニコチン酸の量(mg)

W_T : ニコチン酸散の秤取量(g)

C : 1g 中のニコチン酸($C_6H_5NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg/g	15 分	75%以上

ニコチン酸, 定量用 ニコチン酸(日局).

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に、0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え、pH3.0 に調整する。

ニコチン酸錠 Nicotinic Acid 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 V mL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にニコチン酸($C_6H_5NO_2$) 約 56 μ g を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とする。この液 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコチン酸を 105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し、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 25mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、pH3.0 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 20mL 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($C_6H_5NO_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 180$$

W_s : 定量用ニコチン酸の量(mg)

C : 1 錠中のニコチン酸($C_6H_5NO_2$)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
50mg	30 分	80%以上

ニコチン酸, 定量用 ニコチン酸(日局).

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH3.0 クエン酸一水和物 5.25g を水に溶かして 1000mL とした液に, 0.05mol/L リン酸水素二ナトリウム試液を加え, pH3.0 に調整する。

ハロキサゾラム細粒 Haloxazolam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)約 0.01g に対応する量を精密に量り、試験液に崩壊試験法の第 1 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 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 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、試料溶液とする。別にハロキサゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とする。更にこの液 4mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のハロキサゾラムのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 のピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_S : ハロキサゾラム標準品の量(mg)

W_T : ハロキサゾラム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のハロキサゾラム($C_{17}H_{14}BrFN_2O_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 243nm)

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 : ハロキサゾラムの保持時間が約 3 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 : 試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラムとハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物の分離度は 10 以上であり、ハロキサ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 μ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのハロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し， $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき，その相対標準偏差は 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	80%以上

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム(日局).

ハロキサゾラム錠 Haloxazolam Tablets

溶出試験 本品1個をとり、試験液に崩壊試験法の第1液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V mLを正確に量り、表示量に従い1mL中にハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)約0.56 μ gを含む液となるように移動相を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にハロキサゾラム標準品を105 $^{\circ}$ Cで3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとする。更にこの液4mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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、それぞれの液のハロキサゾラムのピーク面積A_{T1}及びA_{S1}並びにハロキサゾラムに対する相対保持時間約2.5のピーク面積A_{T2}及びA_{S2}を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

ハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78}}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{5}$$

W_s : ハロキサゾラム標準品の量(mg)

C : 1錠中のハロキサゾラム(C₁₇H₁₄BrFN₂O₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 243nm)

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 : ハロキサゾラムの保持時間が約3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 : 試料溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ハロキサゾラムとハロキサゾラムに対する相対保持時間約2.5の分解生成物の分離度は10以上であり、ハロキサ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 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返す。それぞれのハロキサゾラムのピーク面積 $A_{1(n)}$ 及びハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5 の分解生成物のピーク面積 $A_{2(n)}$ を測定し、 $A_{1(i)}+A_{2(i)}/0.78$ を求めるとき、その相対標準偏差は 2.0%以下である。

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
5mg	30 分	75%以上
10mg	30 分	75%以上

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム(日局).