

ゾニサミド 200 mg /g 散

溶出試験 本品約 0.5g 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, 每分 50 回転で試験を行う. 溶出試験開始 10 分後及び 45 分後, 溶出液 20mL を正確にとり, 直ちに 37 ± 0.5 に加温した水 20mL を正確に注意して補充する. 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 4mL を正確に量り, 試験液を加えて正確に 20mL とし, 試料溶液とする. 別にゾニサミド標準品を 105 で 3 時間乾燥し, その約 0.022g を精密に量り, 試験液に溶かし, 正確に 200mL とする. この液 4mL を正確に量り, 試験液を加えて 20mL とし, 標準溶液とする. 各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.

本品の 10 分間及び 45 分間の溶出率がそれぞれ 55% 以下及び 75% 以上のときは適合とする.

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 (%) ($n=1, 2$)

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

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 ($\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$) の表示量 (mg)

ゾニサミド標準品 $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ 1,2-ベンズイソキサゾール-3-メタンスルホンアミドで, 下記の規格に適合するもの.

性状 本品は白色 ~ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3320 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1516 cm^{-1} , 1151 cm^{-1} 及び 747 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

類縁物質 本品 0.025g をテトラヒドロフラン 8 mL に溶かし, 水を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 50 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. それぞれの液につ

き，溶媒ピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のゾニサミドのピーク面積の 1/2 より大きくない。また，試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積の合計は，標準溶液のゾニサミドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：239 nm）

カラム：内径 5 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 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン混液（5：1）

流量：ゾニサミドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゾニサミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μL から得たゾニサミドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

システムの性能：試料溶液 5 mL をとり，4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液（1 ~ 1000）2.5 mL を加え，移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノアセトフェノン，ゾニサミドの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 °C, 3 時間）。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，N,N-ジメチルホルムアミド 55 mL に溶かした後，水 5 mL を加えて混和し，0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 42.45 mg

C8H8N2O3S

ゾニサミド 100 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり, 試験液に水 900 mL を用い, 溶出試験法第 2 法により, 每分 50 回転で試験を行う. 溶出試験開始 10 分後及び 45 分後, 溶出液 20mL を正確にとり, 直ちに 37 ± 0.5 ℃ に加温した水 20mL を正確に注意して補充する. 溶出液は孔径 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 4 mL を正確に量り, 試験液を加えて正確に 20 mL とし, 試料溶液とする. 別にゾニサミド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し, その約 0.022 g を精密に量り, 試験液に溶かし, 正確に 200 mL とする. この液 4 mL を正確に量り, 試験液を加えて 20 mL とし, 標準溶液とする. 各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 nm における吸光度 $A_{T(n)}$ 及び A_s を測定する.

本品の 10 分間及び 45 分間の溶出率がそれぞれ 60% 以下及び 70% 以上のときは適合とする.

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 (%) ($n=1, 2$)

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

W_s : ゾニサミド標準品の量 (mg)

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

ゾニサミド標準品 $C_8H_8N_2O_3S$ 1,2-ベンズイソキサゾール-3-メタンスルホンアミドで, 下記の規格に適合するもの.

性状 本品は白色 ~ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3320 cm^{-1} , 1611 cm^{-1} , 1516 cm^{-1} , 1151 cm^{-1} 及び 747 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

類縁物質 本品 0.025 g をテトラヒドロフラン 8 mL に溶かし, 水を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 50 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. それぞれの液につき, 溶媒ピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定す

るとき，試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積は，それぞれ標準溶液のゾニサミドのピーク面積の 1/2 より大きくない。また，試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積の合計は，標準溶液のゾニサミドのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：239 nm）

カラム：内径 5 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 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン混液（5:1）

流量：ゾニサミドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からゾニサミドの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 10 μL から得たゾニサミドのピーク高さが 5 ~ 10mm になるように調整する。

システムの性能：試料溶液 5 mL をとり，4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液（1 ~ 1000）2.5 mL を加え，移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，4-アミノアセトフェノン，ゾニサミドの順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105, 3 時間）。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.6 g を精密に量り，N,N-ジメチルホルムアミド 55 mL に溶かした後，水 5 mL を加えて混和し，0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 42.45 mg

$\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$