

ハロキサゾラム 10mg/g 細粒

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 10mg 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。溶出試験開始 90 分後、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、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 0.025g 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 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL 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、ハロキサゾラム及びその分解生成物（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_{T1} 及び A_{T2} 、並びに A_{S1} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

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 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{\left(A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78} \right)}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{9}{25} \times \frac{1}{C} \times 100$$

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)

0.78 : 分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のハロキサゾラムに対する相対感度比

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 $5 \mu m$ 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 : 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 : 標準溶液 $20 \mu L$ につき、上記の条件で操作するとき、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，理論段数は 2000 以上である．

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，ハロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム標準品（日局）．

ハロキサゾラム 5mg 錠

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。溶出試験開始 30 分後、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、移動相を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にハロキサゾラム標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その約 0.025g 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 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL 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、ハロキサゾラム及びその分解生成物（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_{T1} 及び A_{T2} 、並びに A_{S1} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

ハロキサゾラム ($\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{BrFN}_2\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{\left(A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78} \right)}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{9}{50} \times \frac{1}{C} \times 100$$

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 ($\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{BrFN}_2\text{O}_2$) の表示量 (mg)

0.78 : 分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のハロキサゾラムに対する相対感度比

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 243nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 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°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 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、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、理論段数は 2000 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ハ

ロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である.

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム標準品（日局）.

ハロキサゾラム 10mg 錠

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。溶出試験開始 30 分後、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、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°C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g 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 2mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50mL 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、ハロキサゾラム及びその分解生成物（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_{T1} 及び A_{T2} 、並びに A_{S1} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする。

ハロキサゾラム ($\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{BrFN}_2\text{O}_2$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{\left(A_{T1} + \frac{A_{T2}}{0.78} \right)}{A_{S1} + \frac{A_{S2}}{0.78}} \times \frac{9}{25} \times \frac{1}{C} \times 100$$

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 ($\text{C}_{17}\text{H}_{14}\text{BrFN}_2\text{O}_2$) の表示量 (mg)

0.78 : 分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のハロキサゾラムに対する相対感度比

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 $5\mu\text{m}$ 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°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 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、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、理論段数は 2000 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ハ

ロキサゾラムのピーク面積と補正した分解生成物（ハロキサゾラムに対する相対保持時間約 2.5）のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である。

ハロキサゾラム標準品 ハロキサゾラム標準品（日局）.