

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℃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℃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℃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、 $A_{1(n)}+A_{2(n)}/0.68$ 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℃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℃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℃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℃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℃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℃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)。