

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℃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℃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℃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 以下のメンブレ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℃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℃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℃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)。