

オキセサゼイン 50mg/g 顆粒

溶出試験 本品約0.1gを精密に量り、試験液にpH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液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。溶出試験開始60分後、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、次のろ液を試験液とする。別にオキセサゼイン標準品を減圧、60℃で3時間乾燥し、その約0.028gを精密に量り、メタノール50mLに溶かし、水を加えて正確に100mLとする。この液2mLを正確に量り、pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試験液及び標準溶液100μL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セサゼインのピーク面積AT及びASを測定する。

本品の60分間の溶出率が70%以上のときは適合とする。

オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{WS}{WT} \times \frac{AT}{AS} \times \frac{1}{C} \times 18$$

WS：オキセサゼイン標準品の量 (mg)

WT：本品の秤取量 (g)

C：本品 1.0g 中のオキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：259nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm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：ラウリル硫酸ナトリウムのメタノール/薄めた酢酸(100)(1:50)混液(83:17)溶液(3:500)

流量：オキセサゼインの保持時間が約7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100μLにつき、上記の条件で操作するとき、オキセサゼイ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2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性：標準溶液100μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、オキセサゼインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

オキセサゼイン標準品「オキセサゼイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキセサゼイン(C₂₈H₄₁N₃O₃)99.0%以上を含む。

オキセサゼイン 5mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μm 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、次のろ液を試験溶液とする。別にオキセサゼイン標準品を減圧、60 で 3 時間乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、メタノール 50mL に溶かし、水を加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試験溶液及び標準溶液 100 μL 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セサゼインのピーク面積 AT 及び AS を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 70% 以上のときは適合とする。

オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \text{WS} \times \frac{\text{AT}}{\text{AS}} \times \frac{1}{\text{C}} \times 18$$

WS：オキセサゼイン標準品の秤取量 (mg)

C：1 錠中のオキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：259nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm 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：ラウリル硫酸ナトリウムのメタノール/薄めた酢酸 (100) (1 : 50) 混液 (83 : 17) 溶液 (3 : 5000)

流量：オキセサゼインの保持時間が約 7 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 100 μL につき、上記の条件で操作するとき、オキセサゼイ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 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 100 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、オキセサゼインのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH4.0 酢酸(100) 3.0g に水を加えて 1000mL とした液に、酢酸ナトリウム三水和物 3.4g を水に溶かして 500mL とした液を加え、pH4.0 に調整する。

オキセサゼイン標準品 「オキセサゼイン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、オキセサゼイン (C₂₈H₄₁N₃O₃) 99.0% 以上を含む。