

臭化メペンゾラート 7.5 mg・フェノバルビタール 15 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 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 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に 105 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥した臭化メペンゾラート標準品及び 105 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥したフェノバルビタール標準品それぞれ約 0.021 g を精密に量り、水に溶かした後、それぞれ正確に 200 mL 及び 100 mL とする。それぞれの液 4 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 50 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、それぞれの液の臭化メペンゾラートのピーク面積 A_{T1} 及び A_{S1} 並びにフェノバルビタールのピーク面積 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

本品の 15 分間の臭化メペンゾラートの溶出率が 85 %以上、フェノバルビタールの溶出率が 85%以上のときは適合とする。

臭化メペンゾラート ($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{BrNO}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S1} \times \frac{A_{T1}}{A_{S1}} \times \frac{1}{C_1} \times 36$$

フェノバルビタール ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_{S2} \times \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \times \frac{1}{C_2} \times 72$$

W_{S1} : 臭化メペンゾラート標準品の量 (mg)

W_{S2} : フェノバルビタール標準品の量 (mg)

C_1 : 1 錠中の臭化メペンゾラート ($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{BrNO}_3$) の表示量 (mg)

C_2 : 1 錠中の フェノバルビタール ($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：258 nm）

カラム：内径 4.6 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：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物 14.0 g を水 1000 mL に溶かし、薄めた過塩素酸（17 $\rightarrow$ 2000）を加えて、pH を 3.0 に調整する。この液 550mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 450 mL を加える。

流量：臭化メペンゾラートの保持時間が約 5 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 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、フェノバルビタール、臭化メペンゾラートの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、臭化メペンゾラート及びフェノバルビタールのピーク面積の相

対標準偏差はそれぞれ 1 %以下である.

臭化メペンゾラート標準品 臭化メペンゾラート (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, 臭化メペンゾラート ($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{BrNO}_3$) 99.0%以上を含むもの.

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール (日局).