

フルニトラゼパム 1mg 錠 (a)

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 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、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。別にフルニトラゼパム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 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 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 252nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1 : 1)

流量 : フルニトラゼパムの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラゼパム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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 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、pH 4.0 に調整する。

フルニトラゼパム 2mg錠 (a)

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75回転で試験を行う。溶出試験開始45分後、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10mLを正確に量り、水を加えて正確に20mLとし、試料溶液とする。別にフルニトラゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4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200mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に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、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 252nm)

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1:1)

流量 : フルニトラゼパムの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルニトラゼパム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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 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、pH 4.0に調整する。

フルニトラゼパム 1mg錠 (b)

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75回転で試験を行う。溶出試験開始45分後、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。別にフルニトラゼパム標準品を105 $^{\circ}$ Cで4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200mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に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、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の45分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

W_S : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 252nm)

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 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/pH4.0の0.05mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(1:1)

流量: フルニトラゼパムの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、フルニトラゼパム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50 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 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、pH 4.0に調整する。

フルニトラゼパム 2mg 錠 (b)

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 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 45 分後、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 10mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL とし、試料溶液とする。別にフルニトラゼパム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 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 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 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、それぞれの液のフルニトラゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 45 分間の溶出率が 80%以上のときは適合とする。

フルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : フルニトラゼパム標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフルニトラゼパム ($C_{16}H_{12}FN_3O_3$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 252nm)

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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/pH 4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (1 : 1)

流量 : フルニトラゼパムの保持時間が約 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 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルニトラゼパム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 50 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、フルニトラゼパムのピーク面積の相対標準偏差は、2.0%以下である。

フルニトラゼパム標準品 フルニトラゼパム (日局)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05mol/L, pH 4.0 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、pH 4.0 に調整する。