

## フルタゾラム細粒 Flutazolam Fine Granules

**溶出試験** 本品の表示量に従いフルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )約 4mg に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.5 $\mu$ 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。別にフルタゾラム標準品を 105 で 2 時間乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、エタノール(95)に溶かし、正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り、水を加えて正確に 25mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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タゾラムのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 のピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : フルタゾラム標準品の量(mg)

$W_T$  : フルタゾラム細粒の秤取量(g)

$C$  : 1g 中のフルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(1 : 1)

流量：フルタゾラムの保持時間が約 18 分になるよう調整する。

### システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、フルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物とフルタゾラムの分離度は 12 以上であり、フルタ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 $\mu$ Lにつき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，フルタゾラムのピーク面積とフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg/g	30 分	75%以上

フルタゾラム標準品 「フルタゾラム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，フルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )99.0%以上を含むもの．

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，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．

## フルタゾラム錠 Flutazolam Tablets

**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。溶出試験を開始し，規定時間後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.5 $\mu$ 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 中にフルタゾラム ( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ ) 約 4.4 $\mu$ g を含む液となるように水を加えて正確に  $V'$  mL とし，試料溶液とする。別にフルタゾラム標準品を 105 で 2 時間乾燥し，その約 0.022g を精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とする。更にこの液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 25mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 $\mu$ 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タゾラムのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びにフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 のピーク面積  $A_{Tb}$  及び  $A_{Sb}$  を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

フルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 18$$

$W_S$  : フルタゾラム標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のフルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 $\mu$ 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：pH4.0 の 0.05mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/メタノール混液(1 : 1)

流量：フルタゾラムの保持時間が約 18 分になるよう調整する。

### システム適合性

システムの性能：試料溶液 20 $\mu$ L につき，上記の条件で操作するとき，フルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物とフルタゾラムの分離度は 12 以上であり，フルタ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 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返

すとき，フルタゾラムのピーク面積とフルタゾラムに対する相対保持時間約 0.2 の分解生成物のピーク面積の和の相対標準偏差は 2.0%以下である．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
4mg	30 分	80%以上

**フルタゾラム標準品** 「フルタゾラム」．ただし，乾燥したものを定量するとき，フルタゾラム( $C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$ )99.0%以上を含むもの．

**酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液，0.05mol/L，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．