

フェニトイン 67mg・フェノバルビタール 33mg 錠
Phenytoin 67mg and Phenobarbital 33mg Tablets

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液にポリソルベート 80 3 g に水 1000 mL を加えた液 900mL を用い、パドル法により、毎分 100 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 を正確にとり、直ちに $37 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ に加温したポリソルベート 80 3 g に水 1000 mL を加えた液 20mL を正確に注意して補う。溶出液は孔径 $0.45\mu\text{m}$ 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 $V\text{mL}$ を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にフェニトイン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$)約 $70\mu\text{g}$ 及びフェノバルビタール($\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3$)約 $40\mu\text{g}$ を含む液となるようにポリソルベート 80 3 g に水 1000 mL を加えた液を加えて正確に $V'\text{mL}$ とし、試料溶液とする。別にフェニトイン標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50mL とし、標準原液(1)とする。また、フェノバルビタール標準品を 105°C で 2 時間乾燥し、その約 19mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100mL とし、標準原液(2)とする。標準原液(1)及び標準原液(2)10mL ずつを正確に量り、ポリソルベート 80 3 g に水 1000 mL を加えた液を加えて正確に 50mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu\text{L}$ ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のフェニトインのピーク面積 $A_{\text{Ta}(n)}$ 及び A_{Sa} 並びにフェノバルビタルのピーク面積 $A_{\text{Tb}(n)}$ 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。

n 回目の溶出液採取時におけるフェニトイン($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$)の表示量に対する溶出率(%)($n=1, 3$)

$$= W_{\text{Sa}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Ta}(n)}}{A_{\text{Sa}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Ta}(i)}}{A_{\text{Sa}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_a} \times 360$$

n 回目の溶出液採取時における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(%)($n=2$)

$$= W_{\text{Sb}} \times \left\{ \frac{A_{\text{Tb}(n)}}{A_{\text{Sb}}} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{\text{Tb}(i)}}{A_{\text{Sb}}} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C_b} \times 180$$

W_{Sa} : フェニトイン標準品の秤取量(mg)

W_{Sb} : フェノバルビタール標準品の秤取量(mg)

C_a : 1錠中のフェニトイン($C_{15}H_{12}N_2O_2$)の表示量(mg)

C_b : 1錠中のフェノバルビタール($C_{12}H_{12}N_2O_3$)の表示量(mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 258nm)

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ィー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 : リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58g を水 900mL に溶かし, 薄めたリン酸(1→5)を加えて pH3.0 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする. この液 450mL にメタノール 550mL を加える.

流量 : フェニトインの保持時間が約 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 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, フェノバルビタール, フェニトインの順に溶出し, その分離度は 2.0 以上である.

システムの再現性 : 標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, フェノバルビタール及びフェニトインのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ 2.0%以下である.

溶出規格

	表示量	規定時間	溶出率
フェニトイン	67mg	10 分	70%以下
		120 分	70%以上
フェノバルビタール	33mg	15 分	85%以上

フェニトイン標準品 フェニトイン(日局).

フェノバルビタール標準品 フェノバルビタール(日局).