

メダゼパム細粒 Medazepam Fine Granules

溶出試験 本品の表示量に従いメダゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2$)約 0.01g に対応する量を精密に量り、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。溶出試験を開始し、規定時間後、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 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 10mL とし、試料溶液とする。別にメダゼパム標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のメダゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メダゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_S : メダゼパム標準品の量(mg)

W_T : メダゼパム細粒の秤取量(g)

C : 1g 中のメダゼパム($C_{16}H_{15}ClN_2$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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：25 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量：メダゼパムの保持時間が約 6 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、メダ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 4000 段以上、1.5 以下である。

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，メダゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|--------|------|--------|
| 10mg/g | 15 分 | 80% 以上 |

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．

メダゼパム錠 Medazepam Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中にメダゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂)約 2.2 μ g を含む液となるように 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 V' mL とし、試料溶液とする。別にメダゼパム標準品を 60 で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.022g を精密に量り、メタノールに溶かし、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 200mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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、それぞれの液のメダゼパムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

メダゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 9$$

W_s : メダゼパム標準品の量(mg)

C : 1 錠中のメダゼパム(C₁₆H₁₅ClN₂)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254nm)

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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/トリフルオロ酢酸混液(700 : 300 : 1)

流量：メダゼパムの保持時間が約 6 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、メダ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 4000 段以上、1.5 以下である。

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、メダゼパムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|-----|------|-------|
| 2mg | 45 分 | 80%以上 |
| 5mg | 30 分 | 85%以上 |

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．