

トラゾドン塩酸塩錠 25mg

溶出性 〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL以上をとり、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、次のろ液を試料溶液とする。別に、トラゾドン塩酸塩標準品を 105°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 28 mgを精密に量り、水に溶かし正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $10\mu\text{L}$ 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、試料溶液及び標準溶液のトラゾドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする。

トラゾドン塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{ClN}_5\text{O} \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times (A_T / A_S) \times (18 / 5)$$

W_S : トラゾドン塩酸塩標準品の量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に $5\mu\text{m}$ 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： 25°C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.6 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 6.5 に調整する。この液 300 mL をとり、メタノール 700 mL を加える。

流量：トラゾドンの保持時間が約 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 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、トラゾドン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 $10\mu\text{L}$ につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

トラゾドン塩酸塩標準品 次の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

本品を乾燥したものは定量するとき、トラゾドン塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{ClN}_5\text{O} \cdot \text{HCl}$) 99.5% 以上を含む。

精製法 本品をエタノール (99.5) で再結晶する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 〈2.25〉 の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1704cm^{-1} , 1641cm^{-1} , 1596cm^{-1} , 1436cm^{-1} 及び 743cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 25 mg を水／アセトニトリル混液 (3:2) 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水／アセトニトリル混液 (3:2) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $20\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に

より測定するとき、試料溶液のトラゾドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトラゾドンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm 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：30℃ 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／ジエチルアミン混液（1200：800：1）

流量：トラゾドンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラゾドンの保持時間の約 1.5 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たトラゾドンのピーク高さが 5～15 mm になるように調整する。

システムの性能：4-アミノ安息香酸イソプロピル及び 4-アミノ安息香酸 n-プロピル 5 mg ずつをメタノール 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ安息香酸イソプロピル、4-アミノ安息香酸 n-プロピルの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドンのピーク面積の相対標準偏差は 2%以下である。

乾燥減量〈2.41〉 0.5% 以下（1g，減圧，105℃，3 時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 80 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.83 mg $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$

4-アミノ安息香酸 n-プロピル $NH_2C_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$ 含量 98.0% 以上含む。白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点〈2.60〉 72～76℃

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸（100）50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.92 mg $C_{10}H_{13}NO_2$

トラゾドン塩酸塩 50mg 錠

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 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 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、トラゾドン塩酸塩標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間減圧乾燥し、その約 28 mg を精密に量り、水に溶かし正確に 100 mL とする。この液 5 mL 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 10 μL 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、試料溶液及び標準溶液のトラゾドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} & \text{トラゾドン塩酸塩 (C}_{19}\text{H}_{22}\text{ClN}_5\text{O} \cdot \text{HCl}) \text{ の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ & = W_S \times (A_T / A_S) \times (18 / 5) \end{aligned}$$

W_S : トラゾドン塩酸塩標準品の量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 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：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.6 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 6.5 に調整する。この液 300 mL をとり、メタノール 700 mL を加える。

流量：トラゾドンの保持時間が約 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 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、トラゾドン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 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

トラゾドン塩酸塩標準品 次の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

本品を乾燥したものは定量するとき、トラゾドン塩酸塩 ($\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{ClN}_5\text{O} \cdot \text{HCl}$) 99.5% 以上を含む。

精製法 本品をエタノール (99.5) で再結晶する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1704 cm^{-1} 、1641 cm^{-1} 、1596 cm^{-1} 、1436 cm^{-1} 及び 743 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 25 mg を水／アセトニトリル混液 (3:2) 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水／アセトニトリル混液 (3:2) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法に

より測定するとき、試料溶液のトラゾドン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトラゾドンのピーク面積の 1/2 より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm 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：30℃ 付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／ジエチルアミン混液（1200：800：1）

流量：トラゾドンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からトラゾドンの保持時間の約 1.5 倍の範囲。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 20 μL から得たトラゾドンのピーク高さが 5～15 mm になるように調整する。

システムの性能：4-アミノ安息香酸イソプロピル及び 4-アミノ安息香酸 n-プロピル 5 mg ずつをメタノール 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、4-アミノ安息香酸イソプロピル、4-アミノ安息香酸 n-プロピルの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、トラゾドンのピーク面積の相対標準偏差は 2%以下である。

乾燥減量〈2.41〉 0.5% 以下（1g，減圧，105℃，3 時間）

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 80 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.83 mg $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$

4-アミノ安息香酸 n-プロピル $NH_2C_6H_4COOCH_2CH_2CH_3$ 含量 98.0% 以上含む。白～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点〈2.60〉 72～76℃

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸（100）50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定〈2.50〉する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.92 mg $C_{10}H_{13}NO_2$