

別添 1

公的溶出試験（案）について

（別に規定するものの他、日本薬局方一般試験法溶出試験法を準用する。）

塩酸トリメタジジン 10mg/g 細粒

溶出試験 本品の表示量に従い塩酸トリメタジジン（ $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ ）約 3mg 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。溶出試験開始 15 分後、溶出液 20mL 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 10mL を除き、次のろ液 3mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、試料溶液とする。別に塩酸トリメタジジン標準品（別途水分を測定しておく）約 0.03g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100mL とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。更に、この液 3mL を正確に量り、0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL 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、塩酸トリメタジジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

塩酸トリメタジジン（ $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ ）の表示量に対する溶出率（%）

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

W_S ：脱水物に換算した塩酸トリメタジジン標準品の量（mg）

W_T ：塩酸トリメタジジン細粒の秤取量（g）

C ：1g 中の塩酸トリメタジジン（ $C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$ ）の表示量（mg）

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230nm）

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 / メタノール混液（17 : 3）

流量：塩酸トリメタジジンの保持時間が約 7 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 μL につき、上記の条件で操作するとき、塩酸トリメタジジンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で、理論段数は 5000 以上である。

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、塩酸トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

塩酸トリメタジジン標準品 塩酸トリメタジジン(日局).ただし,定量するとき,換算した脱水物に対し,塩酸トリメタジジン($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$) 99.0%以上を含むもの.

塩酸トリメタジジン 3mg 錠

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．溶出試験開始 45 分後，溶出液 20mL 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 10mL を除き，次のろ液 3mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え，試料溶液とする．別に塩酸トリメタジジン標準品(別途水分を測定しておく)約 0.03g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100 mL とする．この液 1mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とする．更に，この液 3mL を正確に量り，0.1mol/L 塩酸試液 3mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 50 μL 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，塩酸トリメタジジンのピーク面積 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．

塩酸トリメタジジン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$) 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 : 脱水物に換算した塩酸トリメタジジン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸トリメタジジン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230nm)

カラム：内径 4.6mm，長さ 15cm のステンレス管に 5 μm 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：pH3.0 の 0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液 / メタノール混液 (17 : 3)

流量：塩酸トリメタジジンの保持時間が約 7 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 μL につき，上記の条件で操作するとき，塩酸トリメタジジンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下で，理論段数は 5000 以上である．

システムの再現性：標準溶液 50 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，塩酸トリメタジジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である．

塩酸トリメタジジン標準品 塩酸トリメタジジン (日局)．ただし，定量するとき，換算した脱水物に対し，塩酸トリメタジジン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの．