

トラゾドン塩酸塩錠 Trazodone Hydrochloride Tablets

溶出性〈6.10〉 本品 1 個をとり，試験液に水 900mL 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 中にトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)約 28 μ 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，トラゾドン塩酸塩標準品を 105℃で 3 時間減圧乾燥し，その約 28mg を精密に量り，水に溶かし正確に 100mL とする．この液 5mL を正確に量り，水を加えて正確に 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 10 μ 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．

本品が溶出規格を満たすときは適合とする．

トラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)
$$= W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$$

W_S : トラゾドン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C : 1 錠中のトラゾドン塩酸塩($C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$)の表示量(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 4.6mm，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：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.6g を水 1000mL に溶かし，リン酸を加え，pH6.5 に調整する．この液 300mL をとり，メタノール 700mL 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 μ 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 μ 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．

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
25mg	30 分	85%以上
50mg	30 分	85%以上

トラゾドン塩酸塩標準品 $C_{19}H_{22}ClN_5O \cdot HCl$: 408.32

2-[3-[4-(m-Chlorophenyl)-1-piperazinyl] propyl]-s-triazolo [4,3-a]

pyridin-3(2*H*)-one hydrochloride で下記の規格に適合するもの。必要な場合には次に示す方法により精製する。

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 25mg を水／アセトニトリル混液(3 : 2)25mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL 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 100mL 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：254nm)

カラム：内径 4.6mm, 長さ 25cm 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：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

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 5mg ずつをメタノール 100mL に溶かす。この液 20 μ L 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。

検出の確認：標準溶液 5mL 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 10mL とする．この液 20 μ L から得たトラゾドンのピーク面積が，標準溶液のトラゾドンの面積の 45～55% になることを確認する．

乾燥減量 〈2.41〉 0.5% 以下(1g，減圧，105℃，3 時間)

含量 99.5%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.2g を精密に量り，無水酢酸 80mL を加え，加温して溶かす．冷後，0.1mol/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．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 40.83mg C₁₉H₂₂ClN₅O·HCl

4-アミノ安息香酸 n-プロピル NH₂C₆H₄COOCH₂CH₂CH₃ 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 0.3g を精密に量り，酢酸(100)50mL に溶かし，0.1mol/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．

0.1mol/L 過塩素酸 1mL = 17.92mg C₁₀H₁₃NO₂