

紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸トリヘキシフェニジル (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した塩酸トリヘキシフェニジル標準品} \\ & \quad \text{の量 (mg)} \\ & \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{1000} \end{aligned}$$

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 900 mL 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 30 分後、溶出液 30 mL 以上をとり、孔径 0.8 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、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸トリヘキシフェニジル標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 20 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた酢酸 (31) (1 → 10) 1 mL を正確に加え、直ちにプロモクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム・酢酸・酢酸ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜる。次にジクロロメタン 10 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、水層を除き、ジクロロメタン層をとる。これらの液につき、ジクロロメタンを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 415 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_B を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 70 % 以上のときは適合とする。

塩酸トリヘキシフェニジル (C₂₀H₃₁NO · HCl) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{1}{C} \times 18$$

W_s : 塩酸トリヘキシフェニジル標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸トリヘキシフェニジル (C₂₀H₃₁NO · HCl) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸トリヘキシフェニジル (C₂₀H₃₁NO · HCl) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、希塩酸 2 mL 及び水 60 mL を加え、水浴上で時々振り混ぜながら 10 分間加温して溶かす。冷後、メタノール 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トリヘキシフェニジル標準品 (別途 105 °C で 3 時間乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、希塩酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれを共栓遠心沈殿管に入れ、プロモクレゾールパープル・リン酸水素二カリウム・クエン酸試液 10 mL 及びクロロホルム 15 mL を正確に加え、密栓してよく振り混ぜた後、遠心分離する。それぞれのクロロホルム層 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料

溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 408 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

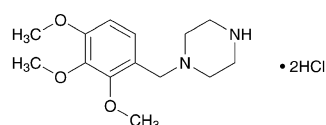
$$\begin{aligned} & \text{塩酸トリヘキシフェニジル (C}_{20}\text{H}_{31}\text{NO} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した塩酸トリヘキシフェニジル標準品} \\ & \quad \text{の量 (mg)} \\ & \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器

塩酸トリメタジジン

Trimetazidine Hydrochloride

トリメタジジン塩酸塩



C₁₄H₂₂N₂O₃ · 2HCl : 339.26

1-(2,3,4-Trimethoxybenzyl)piperazine dihydrochloride

[13171-25-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸トリメタジジン (C₁₄H₂₂N₂O₃ · 2HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.3 ~ 3.3 である。

融点: 約 227 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg を水 1 mL に溶かし、*p*-ベンズキノン試液 1 mL を加え、2 ~ 3 分間穏やかに煮沸し、冷却するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 6250) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジエチルアミン/シクロヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開し、風乾した後、110 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥する。冷後、これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.5 % 以下(2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液の赤褐色が緑色になるときとする。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 = 16.963 mg $C_{14}H_{22}N_2O_5 \cdot 2HCl$

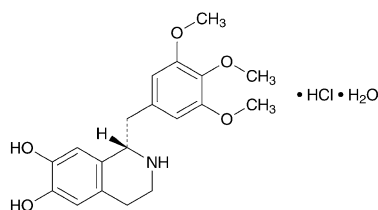
貯法 容器 気密容器。

塩酸トリメトキノール

Trimetoquinol Hydrochloride

トリメトキノール塩酸塩

塩酸トトレキノール



$C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$: 399.87

(1*S*)-1, 2, 3, 4-Tetrahydro-1-(3, 4, 5-trimethoxybenzyl)-isoquinoline-6, 7-diol monohydrochloride monohydrate [18559-59-6, 無水物]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸トリメトキノール ($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl$: 381.85) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品は水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、アセトニトリル又は酢酸(100)に溶けにくく、アセトン、無水ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点: 約 151 $^{\circ}$ C (分解, ただし乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし、希塩化鉄(III)

試液 1 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈し、これに薄めたアンモニア試液(1 \rightarrow 10) 4 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.03 g を水 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g を 0.01 mol/L 塩酸試液 200 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(5) 本品の水溶液(1 \rightarrow 50)は塩化物の定性反応(1)を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -17 \sim -20 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したもの 0.25 g, 水, 加温, 冷後, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 4.5 \sim 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.038 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。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、試料溶液のトリメトキノール以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリメトキノールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 283 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 \sim 30 cm のステンレス管に 5 \sim 10 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: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素カリウム 2 g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 1000 mL に溶かす。この液にリン酸を加えて pH を 2.8 \sim 3.2 に調整した後、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 800 mL をとり、アセトニトリル 200 mL を加える。

流量: トリメトキノールの保持時間が約 7 分になるように調整する。