

## トリクロルメチアジド錠 Trichlormethiazide Tablets

**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, 每分 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 0.45μm 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  $V$ mL を正確に量り, 表示量に従い 1mL 中にトリクロルメチアジド( $C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$ )約 1.1μg を含む液となるように薄めたリン酸(1:50)を加えて正確に  $V'$  mL とし, 試料溶液とする. 別にトリクロルメチアジド標準品を 105 で 3 時間乾燥し, その約 0.022g を精密に量り, アセトニトリルに溶かし, 正確に 200mL とする. この液 2mL を正確に量り, 薄めたリン酸(1:50)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 40μL 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, それぞれの液のトリクロルメチアジドのピーク面積  $A_{Ta}$  及び  $A_{Sa}$  並びに試料溶液のトリクロルメチアジドに対する相対保持時間約 0.3 のピーク面積  $A_{Tb}$  を測定する.

本品が溶出規格を満たすときは適合とする.

トリクロルメチアジド( $C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$ )の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb} \times 0.95}{A_{Sa}} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{2}$$

$W_S$  : トリクロルメチアジド標準品の量(mg)

$C$  : 1 錠中のトリクロルメチアジド( $C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$ )の表示量(mg)

### 試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 268nm)

カラム: 内径 4.6mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5μm の液体クロマトグラフ用フェニ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: 薄めたリン酸(1:1000)/アセトニトリル混液(3:1)

流量: トリクロルメチアジドの保持時間が約 9 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: トリクロルメチアジド 0.025g をアセトニトリル 50mL に溶かす. この液 1mL にアセトニトリルを加えて 50mL とする. この液 5mL に水 5mL を加え, 60°C の水浴中で 30 分間加温する. 冷後, この液 10μL につき, 上記の条件で操作するとき, 4-アミノ-6-クロロベンゼン-1,3-ジスルホンアミド, ト

リクロルメチアジドの順に溶出し，トリクロルメチアジドに対する分解物の相対保持時間は約 0.3 であり，トリクロルメチアジドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 5000 段以上，1.2 以下である。

システムの再現性：標準溶液 40 $\mu$ L につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，トリクロルメチアジド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	15 分	75% 以上