

1 70%一硝酸イソソルビド乳糖末

2 純度試験(3)の項を次のように改める.

3 純度試験

4 (3) イソソルビド 本品の一硝酸イソソルビド
5 ($C_6H_9NO_6$)1.0 gに対応する量を取り, アセトン10 mLを加
6 え, よく振り混ぜた後, 遠心分離し, 上澄液を孔径0.5 μ m
7 以下のメンブランフィルターでろ過する. 残留物にアセトン
8 2 mLを加えて同様に操作し, ろ液は先のろ液に合わせる.
9 水浴上でアセトンを蒸発乾固し, 更に30分間減圧乾燥する.
10 残留物を移動相に溶かし, 10 mLとし, 試料溶液とする. 試
11 料溶液1 mLを正確にとり, 移動相を加えて正確に20 mLと
12 する. この液1 mLを正確にとり, 移動相を加えて正確に25
13 mLとし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液20 μ L
14 ずつを正確にとり, 次の条件で液体クロマトグラフィー
15 (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
16 を自動積分法により測定するとき, 試料溶液の一硝酸イソソ
17 ルビドに対する相対保持時間約0.2のイソソルビドのピーク
18 面積は, 標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積より大
19 きくない.

20 試験条件

21 検出器: 示差屈折計

22 カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
23 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
24 化シリカゲルを充填する.

25 カラム温度: 25°C付近の一定温度

26 移動相: 水/メタノール混液(9:1)

27 流量: 一硝酸イソソルビドの保持時間が約16分となる
28 ように調整する.

29 システム適合性

30 システムの性能: 標準溶液20 μ Lにつき, 上記の条件で
31 操作するとき, 一硝酸イソソルビドのピークの理論段
32 数及びシンメトリー係数は, それぞれ5000段以上,
33 2.0以下である.

34 システムの再現性: 標準溶液20 μ Lにつき, 上記の条件
35 で試験を6回繰り返すとき, 一硝酸イソソルビドのピ
36 ーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である.