

一硝酸イソソルビド錠

溶出性 (6.10) 試験液に水 900mLを用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85%以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 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 V mLを正確に量り、表示量に従い 1mL中に一硝酸イソソルビド($C_6H_9NO_6$)約 11 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。別に定量用一硝酸イソソルビドをシリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥し、その約 22mg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 100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15 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、それぞれの液の一硝酸イソソルビドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

一硝酸イソソルビド($C_6H_9NO_6$)の表示量に対する溶出率(%) = $M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S : 定量用一硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

C : 1 錠中の一硝酸イソソルビド($C_6H_9NO_6$)の表示量(mg)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 15 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、一硝酸イソソルビ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 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 15 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、一硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

一硝酸イソソルビド、定量用 $C_6H_9NO_6$ 白色の結晶で、おおいはない。

精製法 「70%一硝酸イソソルビド乳糖末」に 3 倍以上の酢酸エチルを加えて激しく振り混ぜた後、0.5 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を水浴上で減圧留去する。残留物にヘキサン/酢酸エチル混液(3 : 2)を加えて再結晶した後、シリカゲルを乾燥剤として 4 時間減圧乾燥する。

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 3210 ~ 3230 cm^{-1} 、1651 cm^{-1} 、1635 cm^{-1} 、1282 cm^{-1} 、1093 cm^{-1} 及び 852 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +171 ~ +176° (乾燥後, 1g, エタノール(95), 100mL, 100mm)。

融点 (2.60) 89 ~ 92°C

純度試験 類縁物質 本品 50mg を水 5mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とする。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、試料溶液の一硝酸イソソルビド以外のピークの面積は、標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積より大きくない。また、試料溶液の一硝酸イソソルビド以外のピークの合計面積は、標準溶液の一硝酸イソソルビドのピーク面積の 2 倍より大きくない。ただし、一硝酸イソソルビドに対する相対保持時間約 4.5 のピーク面積は、自動積分法で求めた面積に感度係数 0.62 を乗じた値とする。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「70%一硝酸イソソルビド乳糖末」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から一硝酸イソソルビドの保持時間の約 5 倍の範囲

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、一硝酸イソソルビ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 2000 段以上、1.5 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、一硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0%以下である。

乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

48 含量 99.0%以上 定量法 本品を乾燥し、その約 0.2g を精密に量り、ケルダールフラスコに入れ、水 10mL に
49 溶かし、デバルダ合金 3g 及び水 40mL を加え、窒素定量法 (1.08) の蒸留装置に連結する。受器には 0.05mol/L 硫
50 酸 25mL を正確に量り、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 5 滴を加え、冷却器の下端を浸す。漏斗か
51 ら水酸化ナトリウム溶液(1→2)15mL を加え、注意して水 20mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管のピ
52 ンチコックを閉じ、徐々に水蒸気を通じて留液約 100mL を得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少
53 量の水でその部分を洗い込み、0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の赤色
54 が淡赤紫色を経て淡青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行う。

55 0.05mol/L硫酸 1mL=19.11mg $C_6H_9NO_6$

56

57