

イノシン プラノベクス 400mg 錠

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，毎分 50 回転で試験を行う．溶出試験開始 90 分後，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 2mL を正確に量り，水を加えて正確に 100mL とし，試料溶液とする．別にイノシン プラノベクス標準品約 0.022g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に 100mL とする．この液 2mL 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につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 258nm における吸光度 A_T 及び A_S を求める．

本品の 90 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

イノシン プラノベクスの表示量に対する溶出率（％）

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 1800$$

W_s : 脱水物に換算したイノシン プラノベクス標準品の秤取量（mg）

C : 1 錠中のイノシン プラノベクスの表示量（mg）

イノシン プラノベクス標準品

$C_{10}H_{12}N_4O_5 \cdot 3(C_9H_9NO_3 \cdot C_5H_{13}NO)$: 1115.25 inosine -2-hydroxypropyldimethylammonium 4-acetamidobenzoate(1:3) で，下記の規格に適合するもの．

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

確認試験

- (1) 本品の水溶液（1→1600）3mL にオルシンのエタノール溶液（1→10）0.2mL を加え，ついで硫酸第二鉄アンモニウムの塩酸溶液（1→1000）3mL を加え，水浴中で 10 分間加熱するとき，液は緑色を呈する．
- (2) 本品 0.02g に塩酸 1mL を加え，水浴中で 5 分間加熱した後，水 9mL を加えて振り混ぜる．この液 1mL を氷水で冷却しながら 5% 亜硝酸ナトリウム溶液を 1 滴加え，約 10 秒間振り混ぜる．さらに β -ナフトール試液 5 滴及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1mL を加えるとき，液は橙赤色を呈する．
- (3) 本品 0.02g にクエン酸の無水酢酸溶液（1→50）0.5mL を加え，水浴中で 5 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する．
- (4) 本品の水溶液（1→80000）の吸収スペクトルを測定するとき，波長 256～260nm に吸収の極大を示す．
- (5) 本品 2mg をとり，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき， 3140cm^{-1} ， 1690cm^{-1} ， 1600cm^{-1} ， 1520cm^{-1} ， 1260cm^{-1} 及び 1160cm^{-1} に吸収を認める．

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -11～-15°（脱水物換算 1.0g，水，20mL，100mm）

類縁物質 本品 0.025g をとり、移動相を加えて 50mL とし、試料溶液とする。
別に p-アミノ安息香酸 0.02g をとり、移動相を加えて 100mL とする。この液 3mL に移動相を加えて 50mL とし、さらに 2.5mL をとり移動相を加えて 20mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、定量の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のイノシン及び p-アセトアミノ安息香酸以外のピークは標準溶液の p-アミノ安息香酸のピークより高くない。

水分 0.5%以下 (0.5g)

強熱残分 0.1%以下 (1g)

含量 換算した脱水物に対して、イノシン ($C_{10}H_{12}N_4O_5$) 23.5 ~ 25.5%, p-アセトアミノ安息香酸 ($C_9H_9NO_3$) 47.5 ~ 49.5%及びジメチルアミノ-2-プロパノール ($C_5H_{13}NO$) 26.5 ~ 28.5%を含む。

定量法

(1) イノシン プラノベクス中のイノシン及び p-アセトアミノ安息香酸

本品約 0.05g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 50mL とする。この液 5mL を正確に量り、内標準溶液 20mL を正確に加え、移動相を加えて正確に 50mL とし、試料溶液とする。別にイノシン標準品を 105 で 3 時間乾燥し、その約 0.025g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。次に p-アセトアミノ安息香酸標準品約 0.025g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 100mL とする。イノシン溶液 5mL 及び p-アセトアミノ安息香酸溶液 10mL を正確に量り、内標準溶液 20mL を正確に加え、移動相を加えて正確に 50mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法によって試験を行い、内標準物質のピーク高さに対するイノシン及び p-アセトアミノ安息香酸のピーク高さの比 Q_{TI} 、 Q_{TP} 、 Q_{SI} 及び Q_{SP} を求める。

イノシン ($C_{10}H_{12}N_4O_5$) の量 (mg)

$$= \text{イノシン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{TI}}{Q_{SI}} \times \frac{1}{2}$$

p-アセトアミノ安息香酸 ($C_9H_9NO_3$) の量 (mg)

$$= \text{p-アセトアミノ安息香酸標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{TP}}{Q_{SP}}$$

内標準溶液 フタル酸の移動相溶液 (1 → 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254nm)

カラム：内径約 4.6mm、長さ約 15cm のステンレス管に、5 μ m の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：35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 15.6g に水を加えて溶かし 1000mL とする。この液 930mL にアセトニトリル 70mL を加える。

液量：p-アセトアミノ安息香酸の保持時間が約 12 分となるように調整する。

カラムの選定：イノシン 0.02g 及びフタル酸 0.09g をとり移動相 100mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イノシン、フタル酸の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

(2) ジメチルアミノ-2-プロパノール

本品約 0.1g を精密に量り、水 1mL を正確に加え溶かし、内標準溶液

9mL を正確に加え，試料溶液とする．別にジメチルアミノ-2-プロパノール標準品約 0.3g を精密に量り，水を加えて正確に 10mL とする．この液 1mL を正確に量り，内標準溶液 9mL を正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う．それぞれの液の面積を自動積分法によって測定し，内標準物質のピーク面積に対するジメチルアミノ-2-プロパノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める．

ジメチルアミノ-2-プロパノール ($C_5H_{13}NO$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したジメチルアミノ-2-プロパノール標準品の量(mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 200cm のガラス管に 149～177 μ m のクロモソルブ G（酸及びシラン処理したもの）に Carbowax4000 を 10%及び水酸化カリウムを 3%の割合で被覆したものを充填する．

カラム温度：110 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：窒素，ジメチルアミノ-2-プロパノールの保持時間が約 4 分となる一定流量

内標準溶液：n-アミルアルコール約 0.6g にアセトンを加えて 200mL とする．

カラムの選定：標準溶液 2 μ L につき，上記の条件で操作し，ジメチルアミノ-2-プロパノールと n-アミルアルコールとの分離度を求め，5 以上のものを用いる．

イノシン標準品 イノシン．ただし，乾燥したものを定量するとき，イノシン 99.0%以上を含むもの．

p-アセトアミノ安息香酸標準品

性状 本品は白色の結晶性の粉末である．

確認試験 本品 2mg をとり，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき，3300 cm^{-1} ，1690 cm^{-1} ，1520 cm^{-1} ，1425 cm^{-1} ，1260 cm^{-1} 及び 1180 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

融点 256～260

純度試験 本品約 0.025g を精密に量り，移動相を加えて溶かし 100mL とし，試料溶液とする．別に試料溶液 2mL をとり，移動相を加えて 100mL とし，この液 5mL をとり，移動相を加えて 50mL とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液 5 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．試料溶液の p-アセトアミノ安息香酸以外のピークは，標準溶液のピークより高くない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254nm）

カラム：内径約 4.6mm，長さ約 15cm のステンレス管に，5 μ m の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：35 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム 15.6g に水を加えて溶かし 1000mL とする．この液 930mL にアセトニトリル 70mL を加える．

流量：p-アセトアミノ安息香酸の保持時間が約 12 分となるように調整する。

カラムの選定：イノシン 0.02g 及びフタル酸 0.09g をとり，移動相を加えて溶かし，100mL とする。この液 5 μ L につき，上記の条件で操作するとき，イノシン，フタル酸の順で溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる。

含量 99.0%以上

定量法 本品約 0.3g を精密に量り，エタノール 50mL を加えて溶かし，0.1mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行う。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム液 1mL
= 17.918mg $\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$

ジメチルアミノ-2-プロパノール標準品

性状 本品は無色澄明の液体で，特異なにおいがある。

確認試験 本品 1～2 滴をとり，赤外吸収スペクトル測定法の液膜法によって測定するとき，2780 cm^{-1} ，1460 cm^{-1} ，1260 cm^{-1} ，1040 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

沸点 120～124

比重 d_{20}^{20} ：0.849～0.853

純度試験 本品 0.4 μ L につき，次の条件でガスクロマトグラフ法の面積百分率法によって試験を行い，得たクロマトグラフから各ピーク面積を自動積分法によって求めるとき，主ピーク以外のピーク面積は 1%以下である。

ガスクロマトグラフ操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3mm，長さ 200cm のガラス管に 149～177 μ m のクロモソルブ G（酸及びシラン処理したもの）に Carbowax4000 を 10%及び水酸化カリウムを 3%の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：約 110 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：窒素，ジメチルアミノ-2-プロパノールの保持時間が約 4 分となる一定流量

カラムの選定：ジメチルアミノ-2-プロパノール 0.3g 及び n-アミルアルコール 0.3g をとり，アセトン 100mL を加えて溶かす。この液 2 μ L につき，上記の条件で操作し，分離度を求め 5 以上のものを用いる。

水分 2.0%以下（1g）

含量 99.0%以上（脱水物換算）

定量法 本品約 2.0g を精密に量り，水 50mL を加え 1mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：ブロムクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴）。

1 mol/L 塩酸 1mL = 103.16mg $\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NO}$