

塩酸イソクスプリン 10mg 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 15 分後，溶出液 20mL 以上をとり，孔径 0.45 μm 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸イソクスプリン標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間乾燥し，その約 0.011g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とする．この液 10mL 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 10 μL 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，塩酸イソクスプリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 75% 以上のときは適合とする．

塩酸イソクスプリン ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_S : 塩酸イソクスプリン標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸イソクスプリン ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：269nm）

カラム：内径 4mm，長さ約 15cm のステンレス管に 5 μm 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 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 4.3g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 3.2g に水を加えて 1000mL とした後，リン酸を加えて pH2.5 に調整する．この液 600mL にメタノール 400mL を加える．

流量：塩酸イソクスプリンの保持時間が約 9 分になるように調整する．

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，塩酸イソクスプリンのピークのシンメトリー係数が 2.0 以下で，理論段数が 2000 以上のものを用いる．

試験の再現性：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき，塩酸イソクスプリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である．

塩酸イソクスプリン標準品 $\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$: 337.85 1-(4-hydroxyphenyl)-2-(1-methyl-2-phenoxyethylamino)-1-propanol hydrochloride で，下記の規格に適合するもの．必要な場合には次に示す方法により精製する．

精製法 塩酸イソクスプリン 10g に 70mL のメタノールを加え，加熱還流して溶解した後，熱時ろ過する．結晶が析出し始めるまで，常圧下でメタノールを留去する．約 5 / 30 分の速度で 15 $^{\circ}\text{C}$ まで冷却し，その後 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下で 30 分間保持する．析出した結晶を減圧ろ過し，得られた結晶をメタノールで洗い，50 $^{\circ}\text{C}$ で減圧乾燥する．

性状 本品は白色の粉末または結晶性の粉末である。

本品はエタノールに溶けやすく，水にわずかに溶ける。

約 205 （分解）

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 → 100) 1mL に亜硝酸カリウム溶液 (3 → 50) 0.5mL 及び 1mol/L 硫酸試液 0.5mL を加えた後,アンモニア試液を加えてアルカリ性とするとき ,液は黄色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 100) 2mL に炭酸水素ナトリウム試液を加えてアルカリ性としスルファニル酸試液 0.5mL を加えるとき , 液は黄色を呈する。
- (3) 本品の水溶液 (1 → 100) 1mL にリントングステン酸試液 1mL を加えるとき , 白色の沈殿を生じる。

乾燥減量 1.0%以下 (1g , 105℃ , 1 時間) 。

含量 99.0%以上。 定量法 本品を乾燥し , その約 0.07g を精密に量り , 窒素定量法により試験を行う。

0.005mol/L 硫酸 1mL = 3.378mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$

試薬・試液

スルファニル酸試液

スルファニル酸 0.1g を 0.5mol/L 塩酸試液 20mL に溶かし , 亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 200) 20mL を加える。

1 mol/L 硫酸試液

硫酸 60mL を水 1000mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後 , 放冷する。