

塩酸チリソロール 10 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に、塩酸チリソロール標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 80°C で 5 時間減圧乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL 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 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 85 %以上のときは適合とする。

塩酸チリソロール ($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : 塩酸チリソロール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸チリソロール ($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

塩酸チリソロール標準品 $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$: 340.85 (±) -4- (3-tert-ブチルアミノ-2-ヒドロキシプロポキシ) -2-メチル-1 (2H) -イソキノリノン塩酸塩で、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 メタノール/イソプロピルエーテル混液 (2 : 1) で 2 回再結晶し、精製した後、乾燥 (減圧, 酸化リン (V), 80°C, 5 時間) する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定する時、波数 3370 cm^{-1} , 1661 cm^{-1} , 1605 cm^{-1} , 1241 cm^{-1} 及び 766 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (類縁物質) 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/2-プロパノール/水/ギ酸混液 (10 : 5 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、標準溶液が検出される条件下で、試料溶液は主スポット以外にスポットを認めない。

乾燥減量 0.5%以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 80°C, 5 時間)。

含量 99.0%以上 本品を乾燥し，その約 0.10 g を精密に量り，酢酸(100)10 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する．冷後，酢酸(100)を加えて 60 mL とし，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL=34.085 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$

塩酸チリソロール 20 mg 錠

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL 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 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に、塩酸チリソロール標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 80°C で 5 時間減圧乾燥し、その約 0.022 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL 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 295 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 90 分間の溶出率が 85 % 以上のときは適合とする。

塩酸チリソロール ($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) 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 : 塩酸チリソロール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸チリソロール ($\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$) の表示量 (mg)

塩酸チリソロール標準品 $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$: 340.85 (±) -4- (3-tert-ブチルアミノ-2-ヒドロキシプロポキシ) -2-メチル-1 (2H) -イソキノリノン塩酸塩で、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 メタノール/イソプロピルエーテル混液 (2 : 1) で 2 回再結晶し、精製した後、乾燥 (減圧, 酸化リン (V), 80°C, 5 時間) する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定する時、波数 3370 cm^{-1} , 1661 cm^{-1} , 1605 cm^{-1} , 1241 cm^{-1} 及び 766 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 (類縁物質) 本操作は、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/2-プロパノール/水/ギ酸混液 (10 : 5 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、標準溶液が検出される条件下で、試料溶液は主スポット以外にスポットを認めない。

乾燥減量 0.5%以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 80°C, 5 時間).

含量 99.0%以上 本品を乾燥し, その約 0.10 g を精密に量り, 酢酸(100)10 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え, 水浴上で 30 分間加熱する. 冷後, 酢酸(100)を加えて 60 mL とし, 過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL=34.085 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{HCl}$