

塩酸トリエンチン 250mg カプセル

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（ただし，シンカーを用いる）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 25mL 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，次のろ液を試料溶液とする．別に塩酸トリエンチン標準品を減圧下（0.67kPa 以下），40 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，その約 0.028g を精密に量り，水に溶かし，正確に 100mL とし標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，その 10mL を正確に量り，硫酸銅（II）五水和物溶液（1 \rightarrow 20）10mL に pH8.2 のリン酸塩緩衝液 40mL を加えた液 5mL を正確に加え，振り混ぜる．これらの液につき，水 10mL を正確に量り，硫酸銅（II）五水和物溶液（1 \rightarrow 20）10mL に pH8.2 のリン酸塩緩衝液 40mL を加えた液 5mL を正確に加えた液を対照として紫外可視吸光度測定法により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得られたそれぞれの液の波長 580nm 及び 410nm における吸光度 A_{T1} ， A_{S1} 及び A_{T2} ， A_{S2} を測定する．

本品の 15 分間の溶出率が 85%以上のときは適合とする．

塩酸トリエンチン（ $C_6H_{18}N_4 \cdot 2HCl$ ）の表示量に対する溶出率（%）

$$= W_S \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{C} \times 900$$

W_S ：塩酸トリエンチン標準品の量（mg）

C ：1 カプセル中の塩酸トリエンチン（ $C_6H_{18}N_4 \cdot 2HCl$ ）の表示量（mg）

塩酸トリエンチン標準品 $C_6H_{18}N_4 \cdot 2HCl$: 219.16 N,N' -ビス(2-アミノエチル)-1,2-エタンジアミン二塩酸塩で以下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 規格に適合する塩酸トリエンチンに水を加えて加温しながら溶かし，エタノール(99.5)を加えて再結晶するか又は塩酸トリエンチンに水を加えて加温しながら溶かし，活性炭を加えて冷暗所に一昼夜放置しろ過する．ろ液にエタノール(99.5)を加えて冷暗所に放置し，再結晶する．結晶を減圧下（0.67kPa 以下），40 $^{\circ}$ C で乾燥しエタノール臭がなくなるまで乾燥させる．

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 (1) 本品を減圧下（0.67kPa 以下），40 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき，波数 3215 cm^{-1} ，2121 cm^{-1} ，1641 cm^{-1} ，1620 cm^{-1} ，1556 cm^{-1} ，1502 cm^{-1} 及び 1116 cm^{-1} 付近に吸収を認める．

(2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液（1 \rightarrow 50）につき，3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム- d_4 を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法（ 1H ）により測定するとき， δ 2.9ppm 付近に鋭い単一線のシグ

ナル A を， $\delta 3.0\text{ppm}$ 付近に多重線のシグナル B を， $\delta 3.1\text{ppm}$ 付近に多重線のシグナル C を示し，各シグナルの面積強度比 A:B:C はほぼ 1:1:1 である。

(3) 本品の水溶液 (1→100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験 類縁物質 本品 0.10g をメタノール 10mL に溶かし，試料溶液とする。この液 5mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50mL とする。この液 3mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100mL 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 3 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した 2 枚の薄層板にスポットする。1 枚の薄層板は 2-プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (3:2) を展開溶媒として約 6cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに噴霧用ニンヒドリン試液を均等に噴霧し， 130°C で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点付近のスポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。残りの薄層板はアンモニア水 (28) /ジエチルエーテル/アセトニトリル/エタノール (99.5) 混液 (10:4:3:3) を展開溶媒として約 6cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに噴霧用ニンヒドリン試液を均等に噴霧し， 130°C で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た原点付近のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 換算した乾燥物に対し，塩酸トリエンチン ($\text{C}_6\text{H}_{18}\text{N}_4 \cdot 2\text{HCl}$) 98.0% 以上。
定量法 本品約 0.22g を精密に量り，0.1mol/L 塩酸 10mL，硝酸ナトリウム溶液 (9→20) 2mL，pH4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10mL 及び水 50mL を加えて溶かし，銅イオン電極及びダブルジャンクション参照電極 (塩化銀，内筒及び外筒液は塩化カリウム溶液 (1→4)) を用いて，0.1mol/L 硝酸銅 (II) 液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。別に本品 1g を減圧下 (0.67kPa 以下)， 40°C で 4 時間乾燥し，乾燥減量を測定する。

0.1mol/L 硝酸銅 (II) 液 1mL = 21.92mg $\text{C}_6\text{H}_{18}\text{N}_4 \cdot 2\text{HCl}$

リン酸塩緩衝液，pH8.2

20.74g の無水リン酸水素二ナトリウム，6.75g の無水クエン酸及び 0.535g のリン酸二水素ナトリウム二水和物に水 400mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム溶液 (1→2) で pH8.2 \pm 0.05 に調整し，水を加えて 500mL とする。

無水クエン酸 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$

噴霧用ニンヒドリン試液

ニンヒドリン 0.3g に 1-ブタノール 100mL 及び酢酸 (100) 3mL を加えて溶かす。

0.1mol/L 硝酸銅 (II) 液

1000mL 中硝酸銅 (II) 三水和物 ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$: 241.60) を 24.16g 含む。

調製 硝酸銅(Ⅱ)三水和物の 24.2g を水に溶かし, 1000mL とし, 次の標定を行う。

標定 調製した硝酸銅(Ⅱ)液 10mL を正確に量り, 硝酸ナトリウム溶液(9→20) 1mL, pH4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20mL 及び水 70mL を加える。銅イオン電極及びダブルジャンクション参照電極(塩化銀, 内筒及び外筒液は塩化カリウム溶液(1→4))を用いて, 0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム液で滴定し(電位差滴定法), 規定度係数を計算する。

0.05mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム液 1mL
= 0.1mol/L 硝酸銅(Ⅱ)液 0.5mL

硝酸銅(Ⅱ)三水和物 $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$