

塩酸チリソロール錠
Tilisolol Hydrochloride Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45μm 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 VmL を正確に量り、表示量に従い 1mL 中に塩酸チリソロール ($C_{17}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 約 11μg 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 0.022g 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 295nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品が溶出規格を満たすときは適合とする。

塩酸チリソロール($C_{17}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

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($C_{17}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$)の表示量(mg)

溶出規格

| 表示量 | 規定時間 | 溶出率 |
|------|------|-------|
| 10mg | 60 分 | 85%以上 |
| 20mg | 90 分 | 80%以上 |

塩酸チリソロール標準品 $C_{17}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$: 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 塩酸チリソロールをメタノール/イソプロピルエーテル混液(2:1)で 2 回再結晶した後、酸化リン(V)を乾燥剤として 80°C で 5 時間減圧乾燥する。

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 3370cm^{-1} , 1661cm^{-1} , 1605cm^{-1} , 1241cm^{-1} 及び 766cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本操作は、遮光した容器を用いて行う。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 1mL を正確に量り、メタノールを加えて正

確に 200mL 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 10μL 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 10cm 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(1g, 減圧, 酸化リン(V), 80°C, 5 時間)。

含量 99.0%以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.1g を精密に量り、酢酸(100)10mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸 15mL 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 60mL とし、過量の過塩素酸を 0.1mol/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 1mL=34.085 mg C₁₇H₂₄N₂O₃ · HCl