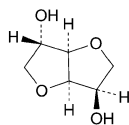


## イソソルビド

Isosorbide

 $C_6H_{10}O_4$  : 146.14

1, 4 : 3, 6-Dianhydro-D-glucitol [652-67-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イソソルビド ( $C_6H_{10}O_4$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は塊で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

本品は吸湿性である。

## 確認試験

(1) 本品 0.1 g に薄めた硫酸 (1 → 2) 6 mL を加え、水浴中で加熱して溶かす。冷後、過マンガン酸カリウム溶液 (1 → 30) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する。この液に 2, 4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 10 mL を加え、水浴中で加熱するとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品 2 g にピリジン 30 mL 及び塩化ベンゾイル 4 mL を加え、還流冷却器を付け、50 分間煮沸した後、冷却し、この液を 100 mL の冷水中に徐々に流し込む。生じた沈殿をガラスろ過器 (G3) を用いてろ取し、水で洗い、エタノール (95) から 2 回再結晶し、デシケーター (減圧、シリカゲル) で、4 時間乾燥するとき、その融点は 102 ~ 103 °C である。

(3) 本品につき、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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +45.0 ~ +46.0 ° (脱水物に換算したもの 5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

## 純度試験

(1) 溶状 本品 25 g をネスラー管にとり、水に溶かして 50 mL とするとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 塩化コバルト (II) の色の比較原液 1.0 mL, 塩化鉄 (III) の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅 (II) の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 5.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (5 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以

下)。

(5) 類縁物質 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 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 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  $\mu$ L 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薄層板にスポットする。次にエタノール (95)/シクロヘキサン混液 (1 : 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。これにエタノール (95)/硫酸混液 (9 : 1) を均等に噴霧し、150 °C で 30 分間加熱するとき、試料溶液から得た主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。

水分 1.5 % 以下 (2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

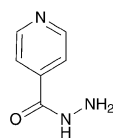
定量法 本品の換算した脱水物約 10 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液につき、層長 100 mm で 20  $\pm$  1 °C における旋光度  $\alpha_D$  を測定する。

イソソルビド ( $C_6H_{10}O_4$ ) の量 (g) =  $\alpha_D \times 2.1978$

貯法 容器 気密容器。

## イソニアジド

Isoniazid

 $C_6H_7N_3O$  : 137.14

Pyridine-4-carbohydrazide [54-85-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、イソニアジド ( $C_6H_7N_3O$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

## 確認試験

(1) 本品約 0.02 g を水に溶かし、200 mL とする。この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

融点 170 ~ 173 °C

## 純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 50) 10 mL を加えた後、過酸化水素 (30) 1.5 mL を加え、点火して燃焼させる (5 ppm 以下)。
- (4) ヒドラジン 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし、サリチルアルデヒドのエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 0.1 mL を加え、速やかに振り混ぜ、5 分間放置するとき、液は混濁しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL 及び無水酢酸 10 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.714 mg C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O

## 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## イソニアジド錠

Isoniazid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイソニアジド (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O : 137.14) を含む。

製法 本品は「イソニアジド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「イソニアジド」0.02 g に対応する量を取り、水 200 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 268 nm に吸収の極大を示す。

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 20 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用イソニアジドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.10 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 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 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 267 nm における吸光

度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品の 20 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

$$\text{イソニアジド (C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{90}{C}$$

W<sub>s</sub> : 定量用イソニアジドの量 (mg)

C : 1 錠中のイソニアジド (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イソニアジド (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O) 約 0.10 g に対応する量を精密に量り、水 150 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、水を加えて正確に 200 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用イソニアジドを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 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、移動相を加えて正確に 50 mL 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う。それぞれの液のイソニアジドのピーク面積 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

$$\text{イソニアジド (C}_6\text{H}_7\text{N}_3\text{O) の量 (mg)} \\ = \text{定量用イソニアジドの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

## 操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 265 nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm 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 °C 付近の一定温度

移動相 : リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし、1000 mL とする。別にリン酸 5.76 g に水を加えて、1000 mL とする。これらを混和して pH 2.5 に調整する。この液 400 mL にメタノール 600 mL を加え、更にトリデカンスルホン酸ナトリウム 2.86 g を加えて溶かす。

流量 : イソニアジドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 本品 5 mg 及びイソニコチン酸 5 mg を移動相 100 mL に溶かした液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、イソニコチン酸、イソニアジドの順で溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

## 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## イソニアジド注射液

Isoniazid Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイソニアジド (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>O : 137.14) を含む。

製法 本品は「イソニアジド」をとり、注射剤の製法により製する。