

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム 1g/g 末

溶出試験 本品約 0.1 g を精密に量り、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 15 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 4 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。別にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S 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。

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量に対する溶出率(%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{1000} \times 450$$

W_S : イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品の量(mg)

W_T : イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム末の秤取量(g)

1000 : 1 g 中のイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$) の表示量(mg)

イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 イソニアジドソディウムメタンサルホネイトで、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 水/メタノール混液 (3:2) で再結晶を繰り返した後、60°C で 2 時間乾燥する。

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

- (1) 本品の水溶液 (1→50) 2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えるとき、液は混濁して黒色を呈し、泡を発生しながら試験管壁に銀鏡を生じる。
- (2) 本品 0.02 g に希塩酸 1 mL を加えて煮沸するとき、二酸化イオウのにおいを発する。
- (3) 本品の水溶液 (1→20) は、ナトリウム塩の定性反応を呈する。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノールに溶かし正確に 10 mL とし、試料溶液とする。

別に、定量用イソニアジド 0.10 g をメタノールに溶かし正確に 100 mL とする。この

液 1 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 20 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 μ L 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。次にメタノール/水混液 (9:1) 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、試料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 6.1~7.1% (0.15 g, 容量滴定法, 直接滴定)

含量 99.0%以上 本品をシリカゲル上で24時間乾燥しその約0.1 gを精密に量り, 水10 mLを加えて溶かし, 希塩酸10 mLを加えて5分間煮沸する. 冷後, 塩酸20 mL及びインジゴカルミン試液5滴を加え, 1/60 mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する. 液が青色から緑色を経て淡黄緑色になったとき, 更に, インジゴカルミン試液を3滴加え, 激しくかき混ぜながら15秒間に1滴の速度で液が淡黄色を呈するまで滴定を続ける. 同様の方法で空試験を行い補正する.

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1 mL = 6.781 mg $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム 100mg 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 30 分後、溶出液 20 mL 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 10 mL を除き、次のろ液 4 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。別にイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品をデシケーター（シリカゲル）で 24 時間乾燥し、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 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする。

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{100} \times 450$$

W_s : イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品の秤取量(mg)

100: 1 錠中のイソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム($C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の表示量(mg)

イソニアジドメタンスルホン酸ナトリウム標準品 $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 271.23 イソニアジドソディウムメタンスルホネイトで、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 水/メタノール混液 (3:2) で再結晶を繰り返した後、60°C で 2 時間乾燥する。

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

- (1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 50) 2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えるとき、液は混濁して黒色を呈し、泡を発生しながら試験管壁に銀鏡を生じる。
- (2) 本品 0.02 g に希塩酸 1 mL を加えて煮沸するとき、二酸化イオウのにおいを発する。
- (3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) は、ナトリウム塩の定性反応を呈する。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノールに溶かし正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、定量用イソニアジド 0.10 g をメタノールに溶かし正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 20 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 μ L 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。次にメタノール/水混液 (9:1) 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、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 6.1~7.1% (0.15 g, 容量滴定法, 直接滴定)

含量 99.0%以上 本品をシリカゲル上で24時間乾燥しその約0.1 gを精密に量り, 水10 mLを加えて溶かし, 希塩酸10 mLを加えて5分間煮沸する. 冷後, 塩酸20 mL及びインジゴカルミン試液5滴を加え, 1/60 mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する. 液が青色から緑色を経て淡黄緑色になったとき, 更に, インジゴカルミン試液を3滴加え, 激しくかき混ぜながら15秒間に1滴の速度で液が淡黄色を呈するまで滴定を続ける. 同様の方法で空試験を行い補正する.

1/60 mol/L 臭素酸カリウム液 1 mL = 6.781 mg $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$