

## イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム散 Isoniazid Sodium Methanesulfonate Powder

**溶出試験** 本品の表示量に従いイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム ( $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$ ) 約 0.1g に対応する量を精密に量り、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 0.45 $\mu$ 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 4mL を正確に量り、水を加えて正確に 20mL 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シリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、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 50mL 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 265nm 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。

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(%)

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

$W_S$  : 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散の秤取量(g)

$C$  : 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)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
1g/g	15 分	85%以上

**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 (2-イソニコチニルヒドラジノ)メタンサルホン酸ナトリウム一水和物で、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℃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** 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し、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とき、波数 3570 $cm^{-1}$ 、3250 $cm^{-1}$ 、1678 $cm^{-1}$ 、1556 $cm^{-1}$ 、1197  $cm^{-1}$ 、1038  $cm^{-1}$ 、758  $cm^{-1}$  及び 684  $cm^{-1}$  付近に吸収を認

める。

**類縁物質** 本品 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 100mL 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 20mL 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(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 10cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)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，1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない。

**水分** 6.1～7.1%(0.15g，容量滴定法，直接滴定)。

**含量** 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，水 10mL に溶かし，更に希塩酸 10mL を加え，5 分間煮沸する。冷後，塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え，1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし，滴定の終点は液の青色が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 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。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 1mL = 6.781mg C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>4</sub>S·H<sub>2</sub>O

## イソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム錠 Isoniazid Sodium Methanesulfonate 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 0.45 $\mu$ 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，次のろ液ろ液  $V$ mL を正確に量り，表示量に従い 1mL 中にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム( $C_7H_8N_3NaO_4S \cdot H_2O$ )約 22 $\mu$ g 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．別にイソニアジドメタンサルホン酸ナトリウム標準品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，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 50mL 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 265nm 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．

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(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

$W_s$  : 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)

$C$  : 1 錠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)

### 溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
100mg	30 分	85%以上

**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 (2-イソニコチノイルヒドラジノ)メタンサルホン酸ナトリウム一水和物で，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 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** 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，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とき，波数 3570 $cm^{-1}$ ，3250 $cm^{-1}$ ，1678 $cm^{-1}$ ，1556 $cm^{-1}$ ，1197  $cm^{-1}$ ，1038  $cm^{-1}$ ，758  $cm^{-1}$  及び 684  $cm^{-1}$  付近に吸収を認

める。

**類縁物質** 本品 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 10mL とし，試料溶液とする。別に定量用イソニアジド 0.10g をメタノールに溶かし，正確に 100mL 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 20mL 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(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 10cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254nm)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，1 個以下であり，標準溶液から得たスポットより濃くない。

**水分** 6.1～7.1%(0.15g，容量滴定法，直接滴定)。

**含量** 99.0%以上。定量法 本品をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間乾燥し，その約 0.1g を精密に量り，水 10mL に溶かし，更に希塩酸 10mL を加え，5 分間煮沸する。冷後，塩酸 20mL 及びインジゴカルミン試液 5 滴を加え，1/60mol/L 臭素酸カリウム液で滴定する。ただし，滴定の終点は液の青色が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 滴の速度で滴加して液が淡黄色を呈するときとする。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 1mL = 6.781mg C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>3</sub>NaO<sub>4</sub>S·H<sub>2</sub>O