

メチル硫酸アメジニウム錠

Amezinium Metilsulfate Tablets

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。溶出試験を開始し、規定時間後、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V mLを正確に量り、表示量に従い1 mL中にメチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)約11 μg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。別にメチル硫酸アメジニウム標準品を105 で2時間乾燥し、その約0.028 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 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288 nm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。

メチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 36$$

W_s : メチル硫酸アメジニウム標準品の量(mg)

C : 1錠中のメチル硫酸アメジニウム(C₁₂H₁₅N₃O₅S)の表示量(mg)

溶出規格

表示量	規定時間	溶出率
10mg	15分	85%以上

メチル硫酸アメジニウム標準品 C₁₂H₁₅N₃O₅S : 313.33 4-アミノ-6-メトキシ-1-フェニルピリダジニウムメチル硫酸塩で、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 メチル硫酸アメジニウムに6倍量の水を加え、加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を氷冷し、析出した結晶をろ取する。同様の操作を更に2回繰り返す。得られた結晶を105 で2時間乾燥する。

性状 本品は白色～帯黄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とき、波数3330 cm⁻¹、3160 cm⁻¹、1626 cm⁻¹、1234 cm⁻¹及び1214 cm⁻¹付近に吸収を認める。

吸光度 E_{1cm}^{1%} (289 nm) : 476 ~ 486(乾燥後、0.05 g、メタノール、5000mL)。

類縁物質 本品0.20g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とする。この液5mL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 5 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．次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/ジエチルエーテル混液(6:2:1:1)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 R_f 値 0.57 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．また，試料溶液には主スポット及び R_f 値 0.57 付近のスポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量 0.5%以下(1g，105℃，2時間)．

含量 99.0%以上． 定量法 本品を乾燥し，その約 0.4g を精密に量り，水 15mL に溶かし，クロマトグラフ柱(75～150 μ m のカラムクロマトグラフ用強塩基性陰イオン交換樹脂(Cl型) 50g に 2mol/L 塩酸試液 500mL を加えて 16 時間放置した後，上澄液を除き，洗液が酸性を示さなくなるまで水洗したものを内径 10mm，長さ 200mm のクロマトグラフ管に注入し，約 60mm の層としたもの)に入れる．1 分間に 1mL の流速で流出させ，更にクロマトグラフ柱を水 10mL ずつで 5 回洗い，流出液及び洗液を合わせる．この液を 50℃ の水浴中で減圧留去し，残留物を酢酸(100) 15mL に溶かした後，無水酢酸 35mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.333 mg $C_{12}H_{15}N_3O_5S$

強塩基性陰イオン交換樹脂，カラムクロマトグラフ用 カラムクロマトグラフ用に製造したもの．