

## メチル硫酸アメジニウム 10 mg 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 15 分後，溶出液 20 mL 以上をとり，孔径 0.45  $\mu\text{m}$  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，次のろ液を試料溶液とする．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．本品の 15 分間の溶出率が 85% 以上のときは適合とする．

メチル硫酸アメジニウム ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$ ) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 36$$

$W_S$  : 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 ( $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$ ) の表示量 (mg)

**メチル硫酸アメジニウム標準品**  $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$  : 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で精製する．

**精製法** 本品に 6 倍量の水を加え，加温溶解した後，熱時ろ過し，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，においはない．

**確認試験** 本品を 105 で 2 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  $3330\text{ cm}^{-1}$  ,  $3160\text{ cm}^{-1}$  ,  $1626\text{ cm}^{-1}$  ,  $1234\text{ cm}^{-1}$  及び  $1214\text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める．

**吸光度**  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (289 nm) : 476 ~ 486 (乾燥 (105 , 2 時間) 後，0.05 g , メタノール，5000 mL) .

**純度試験 類縁物質** 本品 0.20 g をとり，メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に 5-アミノ-2-フェニル-3(2*H*)-ピリダジノン標準品 5.0 mg をとり，メタノールに溶かし，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 5  $\mu\text{L}$  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・ジエチルエーテル・ギ酸混液 (6:2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは標準溶液の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 5-アミノ-2-フェニル-3(2*H*)-ピリダジノン以外のスポットを認めない．

**含量** 99.0% 以上．

定量法 (1) イオン交換樹脂 強塩基性陰イオン交換樹脂(100 ~ 200 メッシュ)50 g をとり, 2 mol/L 塩酸試液 500 mL を加えて 16 時間放置した後, 上澄液を除き, 次に洗液が酸性を示さなくなるまで水洗する.

(2) クロマトグラフ柱 内径 10 mm, 長さ 200 mm のクロマトグラフ管を用い, これにイオン交換樹脂を流し込み約 60 mm の層とする.

(3) 操作法 本品を 105 °C で 2 時間乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 水 15 mL に溶かし, クロマトグラフ柱に入れる. 1 分間 1 mL の流速で流出させ, 更にクロマトグラフ柱を水 10 mL ずつで 5 回洗い, 流出液及び洗液を合わせる. この液を 50 °C の水浴中で水を減圧留去し, 残留物を酢酸 (100) 15 mL に溶かした後, 無水酢酸 35 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法).

別に, 酢酸 (100) 15 mL 及び無水酢酸 35 mL をとり, 空試験を行い補正する.

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 31.333 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$$

#### 5-アミノ-2-フェニル-3(2H)-ピリダジノン標準品 $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}_3\text{O}$

性状 本品は白色 ~ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない.

確認試験 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測定するとき, 波数  $3350 \text{ cm}^{-1}$ ,  $3180 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1661 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1626 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1580 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1448 \text{ cm}^{-1}$  及び  $839 \text{ cm}^{-1}$  付近に吸収を認める.

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (286 nm): 566 ~ 576 (0.05 g, メタノール, 6250 mL).

融点 208 ~ 210

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g をとり, メタノール 10 mL を正確に加えて溶かした液につき, メチル硫酸アメジニウム標準品規格の純度試験類縁物質の試験法を準用して薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき,  $R_f$  値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない.