

5 μm の液体クロマトグラフ用オクチ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：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 7.2 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 5.5 に調整する。この液 600 mL にアセトニトリル 400 mL を加える。

流量：アフロクアロンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアフロクアロンの保持時間の約 4 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とする。この液 20 μL から得たアフロクアロンのピーク面積が、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：本品 0.01 g を移動相に溶かし、パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液 (1 → 2000) 5 mL を加えた後、移動相を加えて 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アフロクアロン、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アフロクアロンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液 (3 → 10) 10 mL を加え、15 °C 以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定終点検出法の電位差滴定法又は電流滴定法により滴定する。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.330 \text{ mg } \text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$$

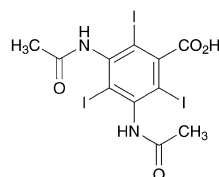
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アミドトリゾ酸

Amidotrizoic Acid



$\text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$: 613.91

3,5-Bis(acetylamino)-2,4,6-triodobenzoic acid [117-96-4]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アミドトリゾ酸 ($\text{C}_{11}\text{H}_9\text{I}_3\text{N}_2\text{O}_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 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。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.20 g をとり、水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置する。次にアミド硫酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、1 分間放置した後、 α -ナフトールのエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 0.4 mL、水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 485 nm における吸光度は 0.15 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 2.5 g に水 20 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし、更に希硝酸 20 mL 及び水を加えて 100 mL とし、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をネスラー管にとり、エタノール (95) を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 25 mL とし、エタノール (95) を加えて 50 mL とする。

(4) ヨウ素 本品 0.20 g を水酸化ナトリウム試液 2.0 mL に溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無

色である。

(5) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.6 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 (3.3 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし、亜鉛粉末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸 (100) 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬: テトラプロモフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 20.464 mg $C_{11}H_{13}N_2O_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アミドトリゾ酸ナトリウムメグルミン注射液

Meglumine Sodium Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するアミドトリゾ酸 ($C_{11}H_{13}N_2O_4$: 613.91) を含む。

製法

(1)

アミドトリゾ酸 (無水物として)	522.77 g
水酸化ナトリウム	25.16 g
メグルミン	43.43 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

(2)

アミドトリゾ酸 (無水物として)	471.78 g
水酸化ナトリウム	5.03 g
メグルミン	125.46 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

(3)

アミドトリゾ酸 (無水物として)	597.30 g
水酸化ナトリウム	6.29 g
メグルミン	159.24 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上 (1)、(2) 又は (3) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液で、わずかに粘性がある。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」1 g に対応する容量をとり、水 25 mL を加え、よくかき混ぜながら希塩酸 2.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、105 °C で 1 時間乾燥する。このものにつき、「アミドトリゾ酸」の確認試験 (2) を準用する。

(2) 本品 1 mL に 1,2-ナフトキノロン-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

(3) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度

製法 (1) によるもの $[\alpha]_D^{20}$: -1.01 ~ -1.17° (100 mm)。

製法 (2) によるもの $[\alpha]_D^{20}$: -2.91 ~ -3.36° (100 mm)。

製法 (3) によるもの $[\alpha]_D^{20}$: -3.69 ~ -4.27° (100 mm)。

pH 6.0 ~ 7.7

純度試験

(1) 芳香族第一アミン 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.20 g に対応する容量をとり、水 6 mL を加えて混和した後、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、以下「アミドトリゾ酸」の純度試験 (2) を準用する。ただし、吸光度は 0.19 以下である。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品の表示量に従い「アミドトリゾ酸」0.25 g に対応する容量をとり、水を加えて 20 mL とし、希硝酸 5 mL を加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器 (G4) を用いて吸引ろ過する。ろ液にクロロホルム 5 mL を加え、激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は無色である。次に過酸化水素 (30) 1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は次の比較液より濃くない。

比較液: ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かし、100 mL とする。この液 0.10 mL に水 20 mL を加え、更に希硝酸 5 mL、クロロホルム 5 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加えて激しく振り混ぜる。

発熱性物質 本品の表示量に従い、1 mL 中にアミドトリゾ酸 ($C_{11}H_{13}N_2O_4$) 0.20 g を含むように生理食塩液を加えて調製した液につき、試験を行うとき、これに適合する。

定量法 本品のアミドトリゾ酸 ($C_{11}H_{13}N_2O_4$) 約 0.5 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用アミドトリゾ酸 (別途 105 °C で 4 時間乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.25 g を精密に量り、メグルミン溶液 (3 → 1000) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアミドトリゾ酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。