

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  $\mu$ 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。

アミドトリゾ酸 (C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) の量 (mg)  
 = 乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸  
 の量 (mg) ×  $\frac{Q_r}{Q_s} \times 2$

内標準溶液 アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液  
 (3 → 1000) に溶かし、100 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に  
 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化  
 シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及び  
 リン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし、  
 薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 7.0 に調  
 整した後、水を加えて 800 mL とする。この液にア  
 セトニトリル 210 mL を加えて混和する。

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるよ  
 うに調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 5 μL につき、上記の条件  
 で操作するとき、アミドトリゾ酸、内標準物質の順に  
 溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき、上記の条件  
 で試験を 6 回繰り返すとき、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の相対標準  
 偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。本品は着色容器を使用することができ  
 る。

アミドトリゾ酸メグルミン注射液

Meglumine Amidotrizoate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、アミドトリゾ酸  
 (C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> : 613.91) 46.9 ~ 51.8 w/v% を含む。

製法

アミドトリゾ酸 (無水物として)	493.2 g
メグルミン	156.8 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、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 2 mL に水 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-ナフトキノール-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。

旋光度 α<sub>D</sub><sup>20</sup> : -3.63 ~ -4.20 ° (100 mm)。

pH 6.0 ~ 7.7

純度試験

(1) 芳香族第一アミン 本品 0.40 mL 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 0.50 mL に水を加えて  
 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 本品をとり、1 mL 中に本品 0.40 mL 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 1 mL 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 μL 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<sub>r</sub> 及  
 び Q<sub>s</sub> を求める。

アミドトリゾ酸 (C<sub>11</sub>H<sub>9</sub>I<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) の量 (mg)

= 乾燥物に換算した定量用アミドトリゾ酸の量 (mg)  
 ×  $\frac{Q_r}{Q_s} \times 2$

内標準溶液 アセトリゾン酸 0.06 g をメグルミン溶液  
 (3 → 1000) に溶かし、100 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に  
 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化  
 シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸テトラブチルアンモニウム 1.7 g 及び  
 リン酸水素二カリウム 7.0 g を水 750 mL に溶かし、  
 薄めたリン酸 (1 → 10) を加えて pH を 7.0 に調  
 整した後、水を加えて 800 mL とする。この液にア  
 セトニトリル 210 mL を加えて混和する。

流量：アミドトリゾ酸の保持時間が約 5 分になるよ  
 うに調整する。