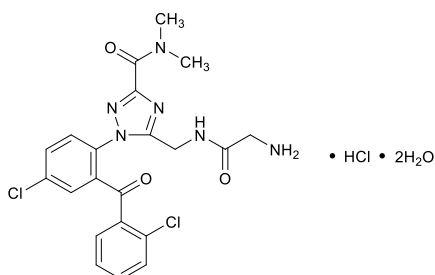


1 リルマザホン塩酸塩水和物

2 Rilmafazone Hydrochloride Hydrate



3

4 $C_{21}H_{20}Cl_2N_6O_3 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 547.82

5 5-[(2-Aminoacetamido)methyl]-1-[4-chloro-2-(2-chlorobenzoyl)

6 phenyl]-*N,N*-dimethyl-1*H*-1,2,4-triazole-3-carboxamide

7 monohydrochloride dihydrate

8 [85815-37-8, 無水物]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リルマザホン塩酸塩($C_{21}H_{20}Cl_2N_6O_3 \cdot HCl$: 511.79) 98.0 ~ 102.0%を含む。

12 性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品はメタノールに極めて溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けにくい。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はリルマザホン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩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又はリルマザホン塩酸塩標準品の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。

27 (3) 本品の水溶液(1→200)は塩化物の定性反応(2)(1.09)を呈する。

29 純度試験

30 (1) 重金属(1.07) 本品1.0 gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準溶液1.0 mLを加える(10 ppm以下)。

33 (2) 類縁物質 本品25 mgを水/アセトニトリル混液(1:1) 50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリルマザホンに対する相対保持時間約0.87のピーク面積は、標準溶液のリルマザホンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のリルマザホン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のリルマザホンのピーク面積の1/5より大きくない。また、試料溶液

44 のリルマザホン以外のピークの合計面積は、標準溶液のリルマザホンのピーク面積の2倍より大きくない。

46 試験条件

47 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

48 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

50 化シリカゲルを充填する。

51 カラム温度：25°C付近の一定温度

52 移動相A：pH 3.0の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液

53 移動相B：アセトニトリル

54 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ

55 うに変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ~ 3	75	25
3 ~ 20	75 → 70	25 → 30
20 ~ 30	70 → 50	30 → 50
30 ~ 45	50	50

56 流量：毎分1.0 mL

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後45分まで

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たリルマザホンのピーク面積が、標準溶液のリルマザホンのピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。

64 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、リルマザホンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ20000段以上、1.3以下である。

68 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、リルマザホンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 水分(2.48) 5.5 ~ 7.5%(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

72 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

73 定量法 本品及びリルマザホン塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約40 mgずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に200 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液20 mLを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液15 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリルマザホンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

81 リルマザホン塩酸塩($C_{21}H_{20}Cl_2N_6O_3 \cdot HCl$)の量(mg)

$$82 = M_S \times Q_T / Q_S$$

83 M_S ：脱水物に換算したリルマザホン塩酸塩標準品の称取量(mg)

85 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/アセトニトリル混液(1:1)溶液(3→100000)

87 試験条件

88 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

89 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5

90 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
91 化シリカゲルを充填する。

92 カラム温度：25°C付近の一定温度

93 移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.1 gを水
94 1000 mLに溶かし、酢酸(100)を加えてpH 3.0に調整
95 する。この液500 mLにアセトニトリル300 mLを加
96 える。

97 流量：リルマザホンの保持時間が約5分になるように調
98 整する。

99 システム適合性

100 システムの性能：標準溶液15 μL につき、上記の条件で
101 操作するとき、リルマザホン、内標準物質の順に溶出
102 し、その分離度は13以上である。

103 システムの再現性：標準溶液15 μL につき、上記の条件
104 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
105 に対するリルマザホンのピーク面積の比の相対標準偏
106 差は1.0%以下である。

107 貯法 容器 密閉容器。

108 -----

109 **9.01 標準品(1)の項に次を追加する。**

110 リルマザホン塩酸塩標準品

111

112