U. D. C. 615.754.07:545.821

大井尚文, 蔭山和子, 宮崎慧一郎: 赤外線吸収スペクトルによる医薬品の分析的
研究 (第2報*) アミノピリン, フェナセチン, カフェイン混合
製剤中のアミノピリンの定量

Naofumi Ōi, Kazuko Kageyama, and Kei-ichiro Miyazaki: Analyses of
Drugs and Chemicals by Infrared Absorption Spectroscopy. II.
Assay of Aminopyrine in Pharmaceutical Products containing
Aminopyrine, Phenacetine and Caffeine.

(Research Department, Osaka Works, Sumitomo Chemical Co.**)

Determination of aminopyrine in a mixed preparation of aminopyrine, phenacetine, and caffeine through infrared absorption spectrum was examined. It was found that aminopyrine alone could be determined easily as a one-componental system taking the absorption at 14.46μ as the key band, and that the accuracy of the determination was $100\pm2\%$ against the weight taken. This analytic procedure is simple, takes only a short time, and only a small amount of the sample is required.

(Received January 19, 1957)

アセチルサリチル酸, フェナセチン及びカフェイン混合製剤中の各成分を化学的に定量することは相当困難であるが, 赤外線吸収スペクトルによれば比較的簡単に定量できることが Washburn 等¹⁾ によつて報告されている。著者等は今回アセチルサリチル酸の代りにアミノピリンを含んだ混合製剤中のアミノピリンの定量の必要に迫られ同じく赤外線吸収スペクトルによる分析を試みた結果その目的を達した。

まずこれら三成分につき各種溶媒に対する溶解度を調べると赤外線吸収スペクトルの測定に適当な二硫化炭素に対してアミノピリンのみが易溶でフェナセチン, カフェインは難溶であり, しかも製剤の賦形薬として用いられる澱粉等もまた不溶であるので, 製剤中のアミノピリンの定量には二硫化炭素による抽出が好適と考えられる。そしてアミノピリン, フェナセチン及びカフェインの二硫化炭素溶液における赤外線吸収スペクトルを測定したところ Fig. 1 の如くであり, アミノピリンの 14.46μ の吸収帯を key band に選べばフェナセチン及びカ

Fig. 1. Infrared Absorption Spectra of Aminopyrine —, Phenacetine ----, and Caffeine in CS_2

Fig. 2. Calibration Curve for Aminopyrine at 14.46μ (Differential Method)

* 第6回日本薬学会近畿支部総会学術講演会で発表 (1956); 第1報: Pharm. Bull. (Japan) 5, 141(1957).

** Kasugade-cho, Konohana-ku, Osaka.

1) W. H. Washburn, E. O. Krueger: J. Am. Pharm. Assoc. 38, 623(1949).

エインの吸収は殆んどなくアミノピリンのみを一成分系として簡単に定量できることがわかつた。ただ実際の測定にはフェナセチン及びカフェインの微弱な吸収を相殺するために両者の二硫化炭素飽和溶液を補償液として用いることとした。かかる補償法におけるアミノピリンの 14.46μ における検量線を作成すると Fig. 2 に示す如くなり濃度約 2.5 mg/cc までは Beer の法則を満足している。そこで標準試料を製剤中の比に秤量混合した標準混合試料 5 種につき分析した結果 Table I に示す如く秤取量に対して $\pm 2\%$ 程度の誤差で定量でき製剤中の定量法として十分適用できることを認めた。

この方法は操作も極めて簡単で短時間にしかも少量の試料をもつて分析できる利点があり、また共存成分として各種の抗ヒスタミン剤やスルピリン等が存在してもこれらは二硫化炭素に不溶の場合が多く、かかる際には何ら障碍とならず、そのまま本定量法を適用できる。

Table I. Analyses of Weighed Mixtures

No.	Weighed (mg.)	Found (mg.)	Recovered (%)
1	20.0	20.12	100.6
2	"	19.88	99.4
3	"	20.35	101.8
4	"	19.75	98.8
5	"	20.40	102.0

本研究に当り御鞭撻を賜わつた京大薬学科高木誠司教授に謹謝する。

実 験 の 部

装 置 実験装置としては Perkin-Elmer Model 21 double-beam recording infrared spectrophotometer (NaCl プリズム) を使用し、試料容器には NaCl の窓をもつ液層約 1.0 mm のものを用いた。

試 料 標準試料として使用したアミノピリン、フェナセチン、カフェインは何れも市販局方品で融点はそれぞれ 108° , 136° , 235° である。

定量法 錠剤を乳鉢中で十分細粉としたものにつきアミノピリンとして 20 mg を含有すると推定される量を 10 cc メスフラスコに入れ、二硫化炭素をもつて全容 10 cc となし約 10 分間よく振盪した後濾紙にて濾過する。一方アミノピリンの 20 mg に対応する量のフェナセチン及びカフェインを秤取し先と同様に二硫化炭素にて全容 10 cc とし同条件にて濾過して補償液とする。そして試料溶液を試料セルに、補償液を補償セルに入れ 14.46μ における吸光度を測定して定量する。

住友化学大阪製造所研究部