

1 通 則

- 1 この基準において、「1 通則」、「2 一般試験法」及び「3 各条」に定めるもののほか、第十四改正日本薬局方の通則 4 の項、6 から 39 の項まで及び一般試験法の規定を準用する。
- 2 医薬品の名称は、「3 各条」中日本名又は日本名別名であり、「3 各条」中英名で示した名称は参考に供したものである。
- 3 医薬品名の前後に「 」を付けたものは、「3 各条」に規定する医薬品を示す。
- 4 医薬品名の後に（日局）を付けたものは、日本薬局方に規定する医薬品を示す。

2 一般試験法

標準品 試薬・試液 容量分析用標準液 標準液

(1) 標準品

アシクロビル標準品 次の規格に適合するもので、必要ならば次の方法で精製する。

精製法 「アシクロビル」10 g をホルムアミド 95 mL 及び水 34 mL の混液に溶かし、90 ~ 95 °C になるまで加熱し、活性炭 0.5 g を加えてかき混ぜ、熱時ろ過する。ろ液にエタノール(95)/メタノール混液(19:1)30 mL を加え、一夜混和した後、放冷し、更に 5 °C に冷却する。析出した結晶を遠心分離し、冷水 8 mL で 2 回洗浄し、再び遠心分離し、脱水する。結晶に水 55 mL を加え、80 ~ 89 °C に加熱して懸濁させ、一夜冷所に放置する。析出した結晶を遠心分離し、水 8 mL で 3 回洗浄した後、冷アセトン 16 mL で洗浄し、55 °C で 24 時間減圧乾燥する。

確認試験 本品を、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1696 cm^{-1} 、1542 cm^{-1} 、1390 cm^{-1} 、1108 cm^{-1} 、1050 cm^{-1} 及び 754 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10 g を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、「アシクロビル」の定量法の移動相を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、上記の移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、「アシクロビル」の類縁物質試験の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得たアシクロビル以外のピークの合計面積は標準溶液から得たアシクロビルのピーク面積より大きくない。

水分 6.0 % 以下(0.05 g, 電量滴定法)。

含量 換算した脱水物に対し、アシクロビル($\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3$) 99.5 % 以上を含む。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸(100)80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.520 mg $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}_3\text{O}_3$

アズレンスルホン酸ナトリウム標準品 「アズレンスルホン酸ナトリウム」。ただし、吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ が 19.95 ~ 20.55 のもの。

アセタゾラミド標準品 アセタゾラミド(日局)をメタノールで 2 回再結晶し、105 °C で 3 時間乾燥したもので、次の規格に適合するもの。

純度試験 本品 0.050 g をメタノール 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアセタゾラミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のアセタゾラミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の測定条件は「アセタゾラミド錠」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たアセタゾラミドのピーク高さがフルスケールの 20 % 前後となるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセタゾラミドの保持時間の約 5 倍の範囲

アデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」10 g を水 100 mL に溶かし、かき混ぜながら液がわずかに白濁するまで 2 プロパノールを滴加する。室温に一夜放置した後、析出した結晶をろ取する。同様の操作を更に 2 回行い、得られた結晶をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (259 nm): 269 ~ 289 (脱水物に換算したものの 0.05 g, pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液, 2500 mL)。

水分 6.0 ~ 12.0 % (0.1 g, 容量滴定法, 逆滴定)。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用エチレングリコール/水分測定用メタノール混液(3:2)50 mL を用いる。

類縁物質 本品 0.03 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のアデノシン三リン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のアデノシン三リン酸のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：259 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：45 °C 付近の一定温度

移動相：塩化テトラ *n* ブチルアンモニウムの pH 6.0 のクエン酸緩衝液溶液(1 : 200)アセトニトリル混液(4 : 1)

流量：アデノシン三リン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.04 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 0.01 g をとり、移動相に溶かして 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アデノシン三リン酸、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μL から得たアデノシン三リン酸のピーク高さがフルスケールの約 70 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からアデノシン三リン酸

の保持時間の約 3 倍の範囲

アテノロール標準品 「アテノロール」.

アフロクアロン標準品 アフロクアロン(日局)を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの.

精製法 アフロクアロン(日局) 10 g をあらかじめ約 30 ℃ に加温した薄めた塩酸(1 10) 60 mL に溶かし、更に塩酸 6 mL を加え、よくかき混ぜた後、析出する結晶をろ取する. この結晶を薄めた塩酸(1 40) に溶かし(必要ならば過する), 水酸化ナトリウム溶液(1 20) を加えて pH 4 ~ 7 に調整する. 析出する結晶をろ取り、水洗して 60 ℃ で 1 時間減圧乾燥し、その約 5 g をとり、2 プロパノール 120 mL を加え、加熱して溶かし、熱時、ろ過する. 冷後、析出する結晶をろ取りし、粉末として 60 ℃ で 3 時間減圧乾燥する.

類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う. 本品 0.010 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする. この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする. この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積の 1/3 より大きくない.

操作条件

アフロクアロン(日局)の純度試験(3)の操作条件を準用する.

含量 99.0 % 以上. **定量法** 本品を 60 ℃ で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液(3 10) 10 mL を加え、15 ℃ 以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定終点検出法の電流滴定法により滴定する.

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

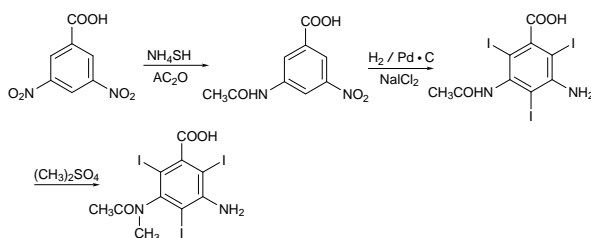
= 28.330 mg C₁₆H₁₄FN₃O

3 アミノ 5(N-メチルアセトアミド) 2,4,β-トリヨード安息香酸標準品、芳香族アミン測定用 C₁₀H₉I₃N₂O₃

製法 3,5-ジニトロ安息香酸(1)を水酸化アンモニウム、硫化水素及び塩酸によって 3-ニトロ 5-アミノ安息香酸とし、これを無水酢酸によってアセチル化し、3-ニトロ 5-アセトアミド安息香酸(2)を得る.(2)を水酸化アンモニウム、パラジウム触媒存在下で水素化し、3-アミノ 5-アセトアミド安息香酸とし、これをナトリウムヨードジクロライドによりヨウ素化し、3-アミノ 5-アセトアミド 2,4,β-トリヨード安息香酸(3)を得る.(3)をジメチル硫酸によってメチル化し、本品(4)を得る.

淡黄色の結晶性の粉末である.

融点 約 259 ℃(分解).



類縁物質 本品 0.10 g をとり、アンモニア水(28)のメタノール溶液(1 100)を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする. この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にクロロホルム/ジエチルエーテル/メタノール/ギ酸混液(11:5:2:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する. これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める.

含量 98.0 % 以上. **定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド 25 mL を加えて溶かし、水 60 mL 及び塩酸 5 mL を加え、15 ℃ に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する. ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液を滴加して 3 分後に被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする.

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

= 58.59 mg C₁₀H₉I₃N₂O₃

γ-アミノ酪酸標準品 「ガンマ-アミノ酪酸」

アムシノニド標準品 「アムシノニド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの.

精製法 「アムシノニド」約 5 g にトルエン 200 mL を加え、90 ~ 95 ℃ に加熱して溶かし、あらかじめ窒素で満たされた共栓三角フラスコにろ過する. 密栓して室温に放置し、析出した結晶を減圧ろ過する. アセトン/ヘキサン混液(1:1) 20 mL で 2 回結晶を洗い、105 ℃ で 4 時間乾燥する.

性状 本品は白色の結晶性の粉末である.

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3450 cm⁻¹, 1750 cm⁻¹, 1730 cm⁻¹, 1660 cm⁻¹, 1620 cm⁻¹, 1605 cm⁻¹, 1230 cm⁻¹, 1080 cm⁻¹ 及び 1060 cm⁻¹ 付近に吸収を認める.

旋光度 [α]_D²⁰: +89.4 ~ +94.0°(乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm).

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 105 ℃, 4 時間).

純度試験 本品 0.020 g を移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアムシノニド以外のピークの合計面積は、標準溶液のアムシノニドのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：ジクロロメタン/2 プロパノール混液（97：3）

流量：アムシノニドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.01 g 及び「酢酸トリアムシノロン」0.02 g を移動相に溶かし，100 mL とする。この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，アムシノニド，酢酸トリアムシノロンの順に溶出し，その分離度が 1.9 以上で，アムシノニドのテーリング係数が 1.60 以下のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たアムシノニドのピーク高さが約 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアムシノニドの保持時間の約 3 倍の範囲

アモガストリン標準品 「アモガストリン」を次に示す方法で精製したもので，次の規格に適合するもの。

精製法 「アモガストリン」1 g に 100 mL のエタノール（99.5）を加え，水浴上で加温して溶かし，活性炭 0.05 g を加えてかき混ぜた後，温時ろ過して活性炭を除去し，室温まで冷却する。析出した結晶をろ過し，得られた結晶を少量のエタノール（99.5）で洗浄した後，50 $^{\circ}\text{C}$ で減圧乾燥する。
旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ ：-32.0 ~ -33.0 $^{\circ}$ （乾燥後，0.1 g，*N,N* ジメチルホルムアミド，10 mL，100 mm）。

純度試験 類縁物質 本品 0.050 g をとり，*N,N* ジメチルホルムアミド 2 mL を加えて溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，*N,N* ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし，この液 2 mL を正確に量り，*N,N* ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，以下アモガストリンの純度試験を準用する。

アリルエストレノール標準品

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥し，その 2 mg をとり，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3480 cm^{-1} ，1639 cm^{-1} ，1000 cm^{-1} 及び 908 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ ：+37.5 ~ +39.5 $^{\circ}$ （乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm）。

純度試験 他のステロイド 本品 0.20 g をとり，以下アリルエストレノールの純度試験（2）を準用する。

アルジオキサ標準品 アルジオキサ（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，アラントイン（ $\text{C}_8\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_3$ ）67.3 ~ 74.3 % 及びアルミニウム（Al）11.6 ~ 13.0 % を含むもの。

アルプラゾラム標準品 アルプラゾラム（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，アルプラゾラム（ $\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{ClN}_4$ ）99.0 % 以上を含むもの。

安息香酸酢酸エステル標準品 「安息香酸酢酸エステル」を次に示す方法で精製したもので，次の規格に適合するもの。

精製法 「安息香酸酢酸エステル」1 g にアセトン 20 mL を加え，加温して溶かし，熱時ろ過し，ろ液を水浴上で約 10 mL となるまで濃縮した後，エタノール（95）20 mL を加え，室温で 2 時間放置する。析出した結晶をろ取り，エタノール（95）少量で洗う。同様の操作を更に 2 回繰り返し，得られた結晶をデシケーター（減圧，酸化リン（V））で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品 2 mg をとり，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 1730 cm^{-1} ，1590 cm^{-1} ，1570 cm^{-1} ，1250 cm^{-1} ，1220 cm^{-1} 及び 1050 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ ：-9 ~ -11 $^{\circ}$ （乾燥後，0.2 g，1,4 ジオキサン，10 mL，100 mm）。

融点 186 ~ 188 $^{\circ}\text{C}$

アンドロステンジオール標準品 「アンドロステンジオール」を次に示す方法で精製したもので，次の規格に適合するもの。

精製法 「アンドロステンジオール」2 g にメタノール 25 mL を加え，加熱して溶かし，熱時ろ過する。ろ液を冷所に放置し，析出する結晶をろ取り，メタノール少量で洗う。同様の操作を更に 2 回繰り返し，得られた結晶を粉砕し，デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 15 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3205 cm^{-1} ，2940 cm^{-1} ，1665 cm^{-1} ，1435 cm^{-1} ，1055 cm^{-1} 及び 840 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$ ：-50 ~ -56 $^{\circ}$ （乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）。

融点 181 ~ 185 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 単一のスポット〔0.05 g，エタノール（95），5 mL，10 μL ，シリカゲル，シクロヘキサン/ピリジン混液（12：7），約 15 cm，風乾，エタノール（95）硫酸混液（1：1）噴霧後，加熱（105 $^{\circ}\text{C}$ ，10 分間）〕。

アンミニトリクロロ白金酸アンモニウム標準品 $\text{H}_2\text{Cl}_3\text{N}_2\text{Pt}$

製法 「シスプラチン」1 g に 6 mol/L 塩酸試液 80 mL を加え，94 $^{\circ}\text{C}$ で 18 時間加熱後，直ちに濃縮乾固する。残留物を熱アセトン 150 mL で 3 回抽出し，不溶物をろ過する。この不溶物にメタノール 5 mL を加えて溶かした後，2 ブタノン 100 mL を加えて振り混ぜ，生じた不溶物をろ過し，先のアセトンのろ液と合わせた後，約 10 mL になるまで濃縮する。濃縮液をろ過し，得られた結晶をアセトン 1 mL で 2 回洗浄した後，乾燥する。

性状 本品は黄褐色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を 80 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3480 cm^{-1} ，3220 cm^{-1} ，1622 cm^{-1} ，1408 cm^{-1} 及び 1321 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 5 mg を塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9 1000）10 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9 1000）を加えて正確に 20 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μL につ

き、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムの面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及びカラムの選定：「シスプラチン」の定量法の項の操作条件を準用する。

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約 20 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液 25 μL から得たアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク高さが 5 mm 以上になるように調整する。

面積測定範囲：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間の 2 倍の範囲

アンレキサノクス標準品「アンレキサノクス」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「アンレキサノクス」50 g に、70 % エタノール 400 mL を加え、約 70 $^{\circ}\text{C}$ に加温して溶かし、25 % アンモニア水 30 mL を加えた後、室温まで冷却する。析出した結晶をろ過し、70 % エタノール 200 mL で洗浄する。得られた結晶に 30 % エタノール 700 mL 及び 25 % アンモニア水 2 mL を加え、約 80 $^{\circ}\text{C}$ に加熱して溶かし、活性炭 4 g を加え、かき混ぜた後、熱時ろ過して活性炭を除去し、このろ液を再び約 80 $^{\circ}\text{C}$ まで加熱し、塩酸 20 mL を約 20 分で滴加し、結晶を析出させる。析出した結晶をろ過し、得られた結晶を少量の水で洗浄した後、更に、エタノール (99.5) 30 mL で洗い、60 $^{\circ}\text{C}$ で恒量となるまで減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (242 nm): 1190 ~ 1240 (乾燥後, 0.01 g, エタノール (99.5), 2500 mL)。

純度試験 本品 0.10 g を *N,N* ジメチルホルムアミド 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、*N,N* ジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に四塩化炭素/テトラヒドロフラン/ギ酸混液 (40 : 25 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

$$= 29.829 \text{ mg } \text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_4$$

イオキサグル酸標準品「イオキサグル酸」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「イオキサグル酸」12 g にエタノール (95) 500 mL を加え、70 $^{\circ}\text{C}$ に加温して溶かし、温時ろ過する。ろ液を冷所に一夜放置した後、析出する結晶をろ取り、少量のエタノール (95) で洗う。得られた結晶をシリカゲルを乾燥剤として 24 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 0.10 g を移動相 25 mL 及び希水酸化ナトリウム試液 1 mL に溶かした後、移動相を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 10 μL につき、「イオキサグル酸」の純度試験 (4) の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、保持時間 7 ~ 18 分のピーク及び 30 ~ 32 分のピークをイオキサグル酸とし、イオキサグル酸のピークの合計面積 A_a 及びそれ以外のピークの合計面積 A_b を自動積分法により測定するとき、類縁物質の量は 0.5 % 以下である。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_b}{A_a + A_b} \times 100$$

イオトロラン標準品「イオトロラン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「イオトロラン」2 g にエタノール (95) 600 mL を加え、加温して溶かす。温時ろ過し、ろ液を氷冷下で 2 時間放置した後、析出物をろ取り、エタノール (95) 5 mL で 3 回洗う。得られた析出物を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は甘い。

確認試験 本品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} , 1641 cm^{-1} , 1534 cm^{-1} , 1382 cm^{-1} 及び 1040 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.20 g を水/メタノール混液 (1 : 1) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μL 、標準溶液 0.5 μL をそれぞれ薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1,4 ジオキサン/水/25 % アンモニア水混液 (20 : 5 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射して観察した後、主スポットが黄色のスポットとして検出されるまで紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、これに塩化鉄 (III)・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム・亜ヒ酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、再び観察する。いずれの観察法によっても、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 7.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0 % 以上 (脱水物換算)。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし、亜鉛粉末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸 (100) 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 27.104 \text{ mg } \text{C}_{37}\text{H}_{46}\text{I}_6\text{N}_6\text{O}_{18}$$

イオヘキソール標準品〔USP 24〕

イオヘキソール類縁物質 A 標準品（〔5（アセチルアミノ）*N,N*ビス（2,3ジヒドロキシプロピル）2,4,6トリオード1,3ベンゼンジカルボキシアミド〕）〔USP 24〕

イコサペント酸エチル標準品「イコサペント酸エチル」を次に示す方法で精製したもので、イコサペント酸エチル（ $C_{22}H_{34}O_2$ ）99.0%以上を含む。

精製法 オクタデシルシリル化したシリカゲルを充てんしたクロマト管に「イコサペント酸エチル」を注入する。移動相としてメタノールを用いて溶出させ、イコサペント酸エチルの画分を捕集し、減圧下で溶媒を留去する。

性状 本品は無色の澄明な液体である。

屈折率 n_D^{20} : 1.485 ~ 1.490

ヨウ素価 370 ~ 390 ただし、本品 0.02 g をとり、試験を行う。

含量 99.0%以上。定量法 本品約 0.08 g にヘキサンを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1.5 μ L につき、「イコサペント酸エチル」の純度試験（4）類縁物質の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。この液のイコサペント酸エチルのピーク面積及びその他の成分のピーク合計面積を自動積分法により測定し、 A_T 及び A を求める。

イコサペント酸エチル（ $C_{22}H_{34}O_2$ ）の量（%）

$$= \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

貯法 密封し、空気を窒素で置換して -20 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

8 イソオルノプロスチル標準品「オルノプロスチル」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する。ただし、カラムは分取用（内径約 10 mm、長さ約 30 cm）のものを用いる。「オルノプロスチル」約 0.2 g をアセトニトリル 1 mL に溶かし、100 μ L ずつを注入して 8 イソオルノプロスチルの溶出液を集める。この液を減圧で濃縮した後、残留した溶液に等量の酢酸エチルを加えて振り混ぜ、遠心分離して酢酸エチル層を取る。この液の溶媒を減圧で留去し、残留物を乾燥（減圧、シリカゲル、15 時間）して本品を得る。

性状 本品は白色のろう状の塊である。

含量 98.0%以上。定量法 本品のアセトニトリル溶液（1 : 1000）3 μ L につき、「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により本品の量を求める。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 3 倍の範囲とする。

イソフルラン標準品〔USP 24〕

イノシン標準品「イノシン」。ただし、乾燥したものを定量するときイノシン（ $C_{10}H_{12}N_4O_5$ ）99.0%以上を含むもの。

イノシトールヘキサニコチネート標準品「イノシトールヘキサニコチネート」。ただし、乾燥したものを定量するとき、イノシトールヘキサニコチネート（ $C_{42}H_{30}N_8O_{12}$ ）99.0%以上を含むもの。

イブフェナック標準品「イブフェナック」をメタノールで 3 回再結晶を行ったもので、次の規格に適合するもの。

融点 84 ~ 85 $^{\circ}$ C

乾燥減量 0.10%以下。

強熱残分 0.10%以下、類縁化合物を認めない。

含量 99.0%以上。

イプリフラボン標準品「イプリフラボン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「イプリフラボン」に 10 倍量のエタノール（99.5）を加え、加熱して溶解し、熱時ろ過する。

ろ液を冷却し、析出する結晶をろ取り、減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (249 nm): 1026 ~ 1065 (乾燥後, 50 mg, メタノール, 10000 mL)。

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (299 nm): 443 ~ 461 (乾燥後, 50 mg, メタノール, 10000 mL)。

融点 117 ~ 119 $^{\circ}$ C

類縁物質 本品約 0.06 g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、イプリフラボン以外のピークを認めない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は「イプリフラボン」の定量法の項の操作条件を準用する。

検出感度: 試料溶液 10 μ L から得たイプリフラボンのピーク高さが 14 ~ 20 cm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後から 13 分間

乾燥減量 0.50%以下 (lg, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10%以下 (1 g)。

イホスファミド標準品〔USP 24〕

インダパミド標準品

精製法 「インダパミド」を 2 プロパノール/水混液（4 : 1）で再結晶し、乾燥減量試験に準じて乾燥したもので、次の規格に適合するもの。

本品を乾燥したものは定量するとき、インダパミド（ $C_{16}H_{16}ClN_3O_3S$: 365.83）99.5%以上を含む。

類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.150 g をとり、エタノール（99.5）に溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール（99.5）を加えて正確に 300 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、「インダパミド」の純度試験（5）を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20%以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン(V), 110 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

定量法 本品約 0.06 g を精密に量り、エタノール（99.5）を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール（99.5）を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液につき、エタノール（99.5）を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 287 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定す

る。

$$\text{インダバミド (C}_{16}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S)} \text{の量 (g)} = \frac{A}{102.3} \times 20$$

インドシアニンググリーン標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

エスクロシド標準品 「エスクロシド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 エスクロシド 1 g にエタノール (95%) 水混液 (9 : 1) 15 mL を加え、加温して溶かし、温時ろ過する。冷後、析出した結晶をろ取り、エタノール (95%) 少量で洗い、40 °C で 24 時間乾燥する。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm⁻¹、1713 cm⁻¹、1683 cm⁻¹、1305 cm⁻¹、1075 cm⁻¹ 及び 827 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

吸光度 E_{1%}^{1cm} (335 nm): 380 ~ 390 (脱水物に換算したものの 0.050 g, メタノール, 5000 mL)。

水分 7.0 ~ 8.0 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエスクロシド以外のピークの合計面積は、標準溶液のエスクロシドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：335 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水/メタノール/酢酸 (100) 混液 (70 : 30 : 1)

流量：エスクロシドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びエスクレチン 5 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、エスクロシド、エスクレチンの順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たエスクロシドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：エスクロシドの保持時間の約 3 倍の範囲

エストラジオール標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

エストロン標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

エチゾラム標準品 「エチゾラム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、エチゾラム (C₁₇H₁₅ClN₂S) 99.0 % 以上を含むもの。

エチルナンドロール標準品 「エチルナンドロール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「エチルナンドロール」を 10 倍量の四塩化炭素に溶かし、クロマトグラフ用中性アルミナのカラムに吸着させ、四塩化炭素で溶出を行う。四塩化炭素は減圧下で留去し、

残留物に少量のメタノールを加えてろ過し、ろ液を 5 °C 以下で一晩静置する。析出した結晶をガラスろ過器 (G4) でろ過し、得られた結晶をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 2950 cm⁻¹、1450 cm⁻¹、1380 cm⁻¹、1040 cm⁻¹ 及び 880 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +29.0 ~ +32.0° (乾燥後, 0.1 g, 1.4 ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 88 ~ 94 °C

純度試験

(1) メタノール 「エチルナンドロール」の純度試験 (1) を準用する。

(2) 他のステロイド 本品 0.20 g をとり、メタノール 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘプタン/アセトン混液 (4 : 1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し、100 °C で 10 分間加熱するとき、だいたい色 ~ 赤褐色の単一のスポットを認める。

エトボシド標準品 「エトボシド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「エトボシド」80 g をメタノール 1600 mL に加温して溶かす。約半量になるまでメタノールを留去し、この溶液を 50 ~ 55 °C で 30 分間保持した後、20 °C に冷却する。析出した結晶をろ取り、メタノール 50 mL で 2 回洗浄した後、酸化リン (V) を乾燥剤として、減圧下、60 °C で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3380 cm⁻¹、1763 cm⁻¹、1610 cm⁻¹、1485 cm⁻¹、1232 cm⁻¹ 及び 804 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: -101 ~ -104° (乾燥物に換算したものの 0.1 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL につき、エトボシドの純度試験 (3) を準用して試験を行うとき、試料溶液のエトボシド以外のピークの合計面積は、標準溶液のエトボシドのピーク面積より大きくない。

乾燥減量 4.0 % 以下 (0.2 g, 減圧, 100 °C, 4 時間)。

エビジヒドロコレステリン標準品 「エビジヒドロコレステリン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「エビジヒドロコレステリン」1 g に水 10 mL を加え、加温しながらエタノール (95%) 90 mL を徐々に加

えて溶かす。熱時ろ過し、ろ液を水浴上で 30 分間放置した後、冷所に一夜放置する。析出した結晶をろ取り、エタノール (95) 少量で洗う。同様の操作を更に 2 回繰り返して再結晶し、得られた結晶をデシケーター (減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン (V)) で 60 ℃、3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +24 ~ +28° (0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 184 ~ 186 ℃

純度試験 他のステロイド 本品 0.25 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (4:1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、100 ℃ で 15 分間加熱するとき、単一のスポットを認める。

塩化トロスピウム標準品

精製法 「塩化トロスピウム」約 10 g にエタノール (95) 300 mL を加えて水浴上で加熱して溶かし、これをガラスフィルターでろ過する。ろ液にジエチルエーテル 200 mL を加えて一晚冷所に放置し、析出した結晶をろ取る。同様に操作し、3 回再結晶を繰り返し、60 ℃ で 5 時間減圧乾燥して得られた結晶を標準品とする。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (258 nm): 10.45 ~ 10.90 (乾燥後, 0.1 g, 水, 200 mL, 10 mm)。

分解点 約 255 ℃

塩酸アルブレノロール標準品 塩酸アルブレノロール (日局)。

塩酸アンシタピン標準品 「塩酸アンシタピン」を、精製水で 3 回再結晶し、乾燥 (減圧, 酸化リン (V), 60 ℃, 5 時間) したものを。

塩酸エタフェノン標準品 「塩酸エタフェノン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸エタフェノン ($C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸 L エチルシステイン標準品 塩酸エチルシステイン (日局) に適合するほか、次の規格に適合するもの。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -10.5 ~ -12.5° (乾燥後 4.0 g, 1 mol/L 塩酸試液 50 mL, 100 mm)

強熱残分 0.05 % 以下 (1 g)。

塩酸エペリゾン標準品 「塩酸エペリゾン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸オクスプレノロール標準品 塩酸オクスプレノロール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸オクスプレノロール ($C_{15}H_{23}NO_3 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸カルテオロール標準品 塩酸カルテオロール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸カルテオロール ($C_{16}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 99.5 % 以上を含むもの。

塩酸クロルプレナリン標準品 「塩酸クロルプレナリン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸クロルプレナリン ($C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸ジフェニドール標準品 塩酸ジフェニドール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ジフェニドール

($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸ジラゼブ標準品 塩酸ジラゼブ (日局)。ただし、定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸ジラゼブ ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl$: 677.61) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸ジルチアゼム標準品 塩酸ジルチアゼム (日局) を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 塩酸ジルチアゼム (日局) 10 g をとり、エタノール (99.5) 80 mL を加え、加熱溶解する。次にかき混ぜながら冷却し、晶析する。10 ℃ 以下に保ちながら結晶をろ取り、エタノール (99.5) 20 mL で結晶を洗浄後、送風乾燥 (40 ~ 50 ℃) する。更にこの操作を 1 回繰り返す。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +115 ~ +119° (乾燥後, 0.2 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

融点 211 ~ 214 ℃ (分解)。

類縁物質 本品 0.050 g を薄めたエタノール (4 5) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたエタノール (4 5) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の 1/10 より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は「塩酸ジルチアゼム錠」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 20 μ L から得たジルチアゼムのピーク高さが 5 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 2 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、ギ酸 2.0 mL に溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 45.10 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

塩酸チアラミド標準品 塩酸チアラミド (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸チアラミド ($C_{15}H_{16}ClN_3O_3S \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸テラゾシン標準品 「塩酸テラゾシン」を次に示す方法で精製したもので、次に適合するもの。

精製法 「塩酸テラゾシン」10 g をエタノール (95) 100 mL に懸濁し、アンモニア水 (28) 3 mL を徐々に加え、1 時間かき混ぜる。析出した結晶をろ過し、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の *N,N* ジメチルホルムアミドを加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、この液の半量のメタノールを加え、かき混ぜる。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗う。得られた結晶に 10 倍量の *N,N* ジメチルホルムアミドを加え、同様の操作を更に 1 回繰り返す。得られた結晶に 10 倍量のエタノール (95) を加え、結晶 1 g に対し塩酸 0.3 mL を徐々に加え、かき混ぜた後、析出した結晶をろ取り、少量のアセトンで洗った後、40 ℃, 1 時間、減圧で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠削法により測定するとき、波数 1632 cm^{-1} 、 1597 cm^{-1} 、 1248 cm^{-1} 及び 1115 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.10 g を、水/メタノール混液 (1:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL 、 0.25 mL 及び 0.1 mL を正確に量り、それぞれに水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液に対し、 0.5% 、 0.25% 及び 0.1% の標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/ヘキサン/アンモニア試液混液 (10:2:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも 0.5% 以下であり、その総量は 1.0% 以下である。

含量 換算した乾燥物に対し、 99.0% 以上。定量法 本品 (別途「塩酸テラジジン」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく) 約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 100 mL に溶かし、 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 $1\text{ mL} = 42.39\text{ mg C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$
塩酸デラブリル標準品 「塩酸デラブリル」を次に示す方法で精製したもので、乾燥したものを定量するとき、塩酸デラブリル ($\text{C}_{26}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{HCl}$) 99.5% 以上を含み、次の規格に適合するもの。

精製法 「塩酸デラブリル」を 1.25 倍量のメタノールに加温して溶かし、ろ過する。ろ液に塩酸デラブリルの 14 倍量の酢酸エチルを加えてかき混ぜ 5 時間水冷した後、析出した結晶をろ取り、酢酸エチルで洗浄し、 $40\text{ }^\circ\text{C}$ で 20 時間減圧乾燥する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+18.0 \sim +19.2^\circ$ (乾燥後、 0.1 g 、エタノール (99.5)、 10 mL 、 100 mm)。

類縁物質 「塩酸デラブリル」の類縁物質を準用して行うとき、類縁物質の量は 0.5% 以下である。

乾燥減量 0.5% 以下 (0.5 g 、減圧、酸化リン (V)、 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (1:1) 50 mL を加えて溶かし、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 $1\text{ mL} = 48.90\text{ mg C}_{26}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{HCl}$
塩酸トドラジン標準品 塩酸トドラジン (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸トドラジン ($\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸トランス 4 グアニジノメチルシクロヘキサンカルボン酸標準品 $\text{C}_9\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$ 塩酸トランス 4 グアニジノメチルシクロヘキサンカルボン酸で、次の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 本品を 2 倍量の水から再結晶し、得られた結晶を少量のアセトンで洗った後、 $80\text{ }^\circ\text{C}$ で 3 時間減圧乾燥す

る。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

純度試験 類縁物質 本品 0.20 g に水/アセトニトリル混液 (3:1) 100 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (3:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $10\text{ }\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 8 キノリノールのアセトン溶液 (1:1000) を均等に噴霧し、風乾した後、更に臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

塩酸トリメタジジン標準品 塩酸トリメタジジン (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸トリメタジジン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{ HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸トリメトキノール標準品 塩酸トリメトキノール (日局) を次の方法で精製し、次の規格に適合するもの。

精製法 塩酸トリメトキノール (日局) 10 g をとり、熱湯 30 mL に溶かし、必要ならばろ過し、徐々に温度を下げ、 $10\text{ }^\circ\text{C}$ 以下で放置する。析出する結晶をろ取り、 $40\text{ }^\circ\text{C}$ で送風乾燥する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-17.5 \sim -20.0^\circ$ (乾燥物に換算したものの 0.25 g 、水、加温、冷後、 25 mL 、 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は $4.5 \sim 5.5$ である。

乾燥減量 $4.0 \sim 5.0\%$ (1 g 、減圧、 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 、 4 時間)。

含量 99.0% 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、 0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及びエタノール (99.5) 70 mL を加え、よくかき混ぜて溶かし、 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、第 1 変曲点と第 2 変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める。

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL

$= 38.185\text{ mg C}_{19}\text{H}_{23}\text{NO}_5 \cdot \text{HCl}$

塩酸トルペリゾン標準品 塩酸トルペリゾン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸トルペリゾン ($\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{NO} \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸ニカルジピン標準品 塩酸ニカルジピン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ニカルジピン ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含むもの。

塩酸フラボキサート標準品 塩酸フラボキサート (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸フラボキサート ($\text{C}_{24}\text{H}_{25}\text{NO}_4 \cdot \text{HCl}$) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品約 0.030 g を精密に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (500:500:1) 50 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 $2\text{ }\mu\text{L}$ につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により塩酸フラボキサート以外の不純物の和を求めるとき、 1.0% 以下である。

検出器：紫外吸光度計（測定波長：242 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：55 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.01 g をアセトニトリル/薄めたリン酸（1 1000）混液（53：47）に溶かし，1000 mL とする。

流量：塩酸フラボキサートの保持時間が約 6 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1 mL にアセトニトリル/水/リン酸混液（500：500：1）を加えて 100 mL とした液 2 μ L から得た塩酸フラボキサートのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後から塩酸フラボキサートの保持時間の約 3 倍の範囲

塩酸プロプラノロール標準品 塩酸プロプラノロール（日局）。

ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸プロプラノロール（ $C_{18}H_{21}NO_2 \cdot HCl$ ）99.5 % 以上を含むもの。

塩酸プロムヘキシシン標準品 塩酸プロムヘキシシン（日局）。た

ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸プロムヘキシシン（ $C_{14}H_{20}BrN_2 \cdot HCl$ ）99.0 % 以上を含むもの。

塩酸ベタゾール標準品〔USP 24〕

塩酸ベネキサート標準品 $C_{23}H_{27}N_3O_4 \cdot HCl \cdot H_2O$ 「塩酸ベネキサート」を次に示す方法で精製したもので，次の規格に適合するもの。

精製法 本品を 1.4 倍量のメタノールに溶かした後，1.8 倍量の水を加え 12 時間放置し，析出した結晶をろ取する。同様の操作を更に 2 回行い，得られた結晶を 35 $^{\circ}$ C で 20 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

純度試験

（1）サリチル酸ベンジル 本品約 0.09 g を精密に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて溶かし，内標準溶液 20 mL を正確に加え，更に水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 100 mL とし，試料溶液とする。別にサリチル酸ベンジル標準品約 0.04 g を精密に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，更に水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき，「塩酸ベネキサート ベータデクス」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のサリチル酸ベンジル及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し，内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸ベンジルのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求めるとき，サリチル酸ベンジル（ $C_{14}H_{12}O_3$ ；228.24）の量は 0.2 % 以下である。

サリチル酸ベンジル（ $C_{14}H_{12}O_3$ ）の量（%）

$$= \frac{\text{サリチル酸ベンジル標準品の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 安息香酸フェニルの水/アセトニトリル混液（1：1）溶液（1 400）

（2）その他の類縁物質 本品 0.20 g に水/アセトニトリル混液（1：1）10 mL を加えて溶かし，試料溶液とする。別に塩酸トランス 4 グアニジノメチルシクロヘキサンカルボン酸標準品 4.0 mg に水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて溶かし，正確に 200 mL とし，標準溶液とする。これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢酸（100）混液（3：1：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに 8 キノリノールのアセトン溶液（1 1000）を均等に噴霧し，風乾した後，更に臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 3.7 ~ 4.2 %（0.2 g，容量滴定法，直接滴定）。

含量 99.5 % 以上（脱水物換算）。定量法 本品約 0.7 g を精密に量り，無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）50 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.59 mg $C_{23}H_{27}N_3O_4 \cdot HCl$
塩酸ホモクロルシクリジン標準品 塩酸ホモクロルシクリジン（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，塩酸ホモクロルシクリジン（ $C_{19}H_{23}ClN_2 \cdot 2HCl$ ）99.0 % 以上を含むもの。

塩酸マニジピン標準品 「塩酸マニジピン」を次に示す方法で精製したもので，乾燥したものを定量するとき，塩酸マニジピン（ $C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$ ）99.5 % 以上を含み，次の規格に適合するもの。

精製法 「塩酸マニジピン」に 7 倍量の 95 vol % メタノールを加え，加熱還流下で溶解する。室温でゆっくりかき混ぜながら徐々に冷却し，更に，室温で 6 時間かき混ぜた後，一夜放置する。析出した結晶をろ取し，約 2 倍量の 95 vol % メタノールで洗浄し，室温で約 10 時間減圧乾燥した後，60 ~ 70 $^{\circ}$ C で約 20 時間乾燥する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ （228 nm）：460 ~ 490（乾燥後，1 mg，メタノール，100 mL）。

類縁物質 次に示す液体クロマトグラフ法及び薄層クロマトグラフ法の 2 つの方法で試験を行うとき，いずれの試験にも適合する。

（i）液体クロマトグラフ法

「塩酸マニジピン」の類縁物質試験を準用して行うとき，総類縁物質量は，0.5 % 以下である。ただし，試料溶液及び標準溶液の調製は次のように行う。

本品を乾燥し，その 0.10 g を水/アセトニトリル混液（1：1）に溶かし，正確に 50 mL とし，試料原液とする。試料原液 5 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。別に試料原液 1 mL を正確に量り，水/アセトニトリル混液

(1:1)を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液(1:1)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。

(ii) 薄層クロマトグラフ法

本品を乾燥し、その 0.10 g をアセトン/ジエチルアミン溶液(1:20)混液(9:1)5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトン/ジエチルアミン溶液(1:20)混液(9:1)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ジエチルアミン混液(200:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.5 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、希硫酸/酢酸(100)混液(1:1)100 mL に溶かし、0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液 1 mL
= 34.181 mg $C_{25}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$

塩酸メクロフェノキサート標準品 塩酸メクロフェノキサート(日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し塩酸メクロフェノキサート($C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$)99.0 % 以上を含むもの。

塩酸メチキセン標準品 「塩酸メチキセン」。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸メチキセン($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$)99.0 % 以上を含むもの。

塩酸ラニチジン標準品 「塩酸ラニチジン」の定量法以外の規格及び試験法に適合するほか次の規格に適合するもの。ただし、「塩酸ラニチジン」の純度試験(4)で主類縁物質以外の類縁物質のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(7:3)50 mL に溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 17.543 mg $C_{13}H_{22}N_4O_5S \cdot HCl$

塩酸ラベタロール標準品 「塩酸ラベタロール」の規格及び試験方法に適合し、更に、次の規格に適合するもので、必要ならば次の方法で精製する。

精製法 「塩酸ラベタロール」20 g にアセトン 20 mL、水 10 mL 及び塩酸 0.1 mL を加え、加熱還流して溶かした後、直ちにろ過する。ろ液にアセトン 180 mL を加え、15 $^{\circ}$ C で一夜放置する。析出した結晶をろ取り、アセトンで洗浄し、得られた結晶を乾燥(減圧, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (302nm): 85 ~ 87(乾燥後, 0.05 g, 0.05 mol/L 硫酸, 1000 mL)。

含量 99.0 % 以上。

塩酸リトドリン標準品 「塩酸リトドリン」の規格及び試験方法に適合し、次の規格に適合するもので、必要ならば次の方法で精製する。

精製法 「塩酸リトドリン」5 g をメタノール 15 mL に溶かし、これにアセトン 100 mL 及びジエチルエーテル 100 mL を加えて放置し、析出した結晶をろ取る。同様の操作を 3 回繰り返して得られた結晶を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥する。

融点 197 ~ 199 $^{\circ}$ C(分解)。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/2 プロパノール/アンモニア水(28)混液(8:3:2)を 30 分間振り混ぜた後の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和した容器中に放置するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液(5:3)50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬:クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の色が緑色を経て黄緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.381 mg $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$
塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル標準品 「塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル($C_{28}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$)99.0 % 以上を含み、次の規格に適合するもの。

純度試験 本品 0.030 g を精密に量り、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル以外のピーク面積の和を求めるとき、1.0 % 以下である。

操作条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長:270 nm)

カラム:内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度:45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相:0.03 mol/L リン酸二水素カリウム溶液/アセトニトリル混液(10:1)にリン酸を加えて pH 3.0 に調整する。

流量:塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチルの保持時間が約 13 分になるように調整する。

検出感度:試料溶液 1 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液 5 μ L から得た塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチルのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲:溶媒のピークの後から塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチルの保持時間の約 3 倍の範囲
塩酸ロキサチジンアセター標準品 「塩酸ロキサチジンアセター」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「塩酸ロキサチジンアセター」10 g を 2 プロ

パノール 50 mL に加熱して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を室温で一晩放置する。析出した結晶をろ取りし、少量の 2 プロパノールで洗浄し、得られた結晶を減圧下に 70 °C で 5 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペーパースト法により測定するとき、波数 3260 cm^{-1} 、1762 cm^{-1} 、1656 cm^{-1} 、1567 cm^{-1} 、1167 cm^{-1} 及び 881 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 148 ~ 151 °C

純度試験 本品 0.050 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の塩酸ロキサチジンアセテート以外のピークの合計面積は、標準溶液の塩酸ロキサチジンアセテートのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度以外の測定条件は「塩酸ロキサチジンアセテート」の純度試験(4)を準用する。

検出感度：標準溶液 10 μL から得た塩酸ロキサチジンアセテートのピーク高さが、記録紙のフルスケールの 2 ~ 4 % になるように調整する。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸(100) 5 mL に溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 38.490 mg $\text{C}_{19}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_4 \cdot \text{HCl}$

塩酸ロペラミド標準品 「塩酸ロペラミド」を 2 プロパノールで再結晶したもので、乾燥したものを定量するとき、塩酸ロペラミド($\text{C}_{25}\text{H}_{33}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含むもの。

黄体形成ホルモン標準品 国際標準品と比較して単位の決定されたもの。

オキサゾラム標準品 $\text{C}_{18}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_2$ オキサゾラム(日局)。

オキサンドロン標準品

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

旋光度 [α]_D²⁰：-21.0 ~ -22.0°(乾燥後、0.3 g、クロロホルム、10 mL、100 mm)。

赤外吸収スペクトル 本品 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3520 cm^{-1} 、2940 cm^{-1} 及び 1720 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で 4 時間乾燥し、その 0.10 g を精密に量り、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とした液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行うとき、単一のピークを認める。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1 m のシラン処理し

たガラス管に、ジメチルシリコン樹脂(シリコン OV 1)を 131 ~ 149 μm のガスクロム Q に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：220 °C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：250 °C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：窒素、毎分約 50 mL の一定量

オキサンドロン標準品 「オキサンドロン」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「オキサンドロン」に 3.5 倍量の酢酸イソプロピル/メタノール混液(6:1)を加え、加熱して溶かした後、冷却し、析出する結晶をろ取る。この結晶に 1.7 倍量のアセトニトリル/メタノール混液(1:1)を加え、加熱して溶かした後、冷却し、析出する結晶をろ取る。更にこの結晶に 3.3 倍量の酢酸イソプロピル/メタノール混液(6:1)を加え、加熱して溶かした後、冷却し、析出する結晶をろ取る。この結晶に 3 倍量のエタノール(95)を加え、加熱して溶かし、熱時ろ過する。ろ液に同量の温水を加えた後、冷却し、析出する結晶をろ取りし、この結晶を減圧で乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

旋光度 [α]_D²⁰：+43 ~ +48°(乾燥後、0.5 g、1.4 ジオキサン、50 mL、100 mm)。

融点 153 ~ 156 °C

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/酢酸エチル混液(4:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。また、この薄層板にバニリン・リン酸試液を均等に噴霧し、120 °C で 15 分間加熱するとき、単一のスポットを認める。

オザグレルナトリウム標準品 「オザグレルナトリウム」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「オザグレルナトリウム」をエタノール(95)から再結晶を 3 回繰り返して行い、105 °C で 4 時間乾燥して製する。

類縁物質 「オザグレルナトリウム」の類縁物質の項に準じて薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸(100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.511 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{NaO}_2$

オーラノフィン標準品 「オーラノフィン」の性状、確認試験(1)及び純度試験(1)~(3)の規格及び試験方法に適合し、更に次の規格に適合するもの。

X 線回折 本品は、粉末 X 線回折測定法により測定するとき、 $2\theta = 5.6^\circ$ 付近で回折ピークを認め、 $2\theta = 6.9^\circ$ 付近で回折ピークを認めない。

旋光度 [α]_D²⁰：-54.0 ~ -60.0°(乾燥後、0.2 g、メタ

ノール, 20 mL, 100 mm).

融点 114 ~ 116 °C

乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間).

オルノプロスチル標準品 「オルノプロスチル」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する. ただし, カラムは分取用 (内径約 10 mm, 長さ約 30 cm) のものを用いる. 「オルノプロスチル」約 0.2 g をアセトニトリル 1 mL に溶かし, 100 μ L ずつを注入してオルノプロスチルの溶出液を集める. この液を減圧で濃縮した後, 残留した溶液に等量の酢酸エチルを加えて振り混ぜ, 遠心分離して酢酸エチル層を取る. この液の溶媒を減圧で留去し, 残留物を乾燥 (減圧, シリカゲル, 15 時間) して本品を得る.

性状 本品は無色~微黄色の粘稠性のある液である.

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$: 595 ~ 615 本品を乾燥 (減圧, シリカゲル, 15 時間) し, その約 0.01 g を精密に量り, メタノールに溶かして正確に 100 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液とする. 試料溶液 10 mL を正確に量り, 水酸化カリウムのメタノール溶液 (3 : 100) 8 mL を加え, メタノールを加えて正確に 20 mL とした後, 15 分間放置する. この液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 276 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度を測定する.

含量 99.5 % 以上. 定量法 本品のアセトニトリル溶液 (1 : 1000) 3 μ L につき, 「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により本品の量を求める. ただし, 面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 3 倍の範囲とする.

オルノプロスチルラクトン体標準品 「オルノプロスチル」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する. ただし, カラムは分取用 (内径約 10 mm, 長さ約 30 cm) のものを用いる. 「オルノプロスチル」約 0.2 g をアセトニトリル 1 mL に溶かし, この液 100 μ L ずつを注入してオルノプロスチルラクトン体の溶出液を集める. この液を減圧で濃縮した後, 残留した溶液に等量の酢酸エチルを加えて振り混ぜ, 遠心分離して酢酸エチル層を取る. この液の溶媒を減圧で留去し, 残留物を乾燥 (減圧, シリカゲル, 15 時間) して本品を得る.

性状 本品は無色~微黄色の粘稠性のある液である.

含量 98.0 % 以上. 定量法 本品のアセトニトリル溶液 (1 : 1000) 3 μ L につき, 「オルノプロスチル」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により本品の量を求める. ただし, 面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 3 倍の範囲とする.

下垂体性性腺刺激ホルモン標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン標準品 「カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン」 3 g にエタノール (95) / 水混液 (7 : 3) 20 mL を加え, 加熱して溶かす. 熱時ろ過し, ろ液を室温に 5 時間放置する. 析出した結晶をろ取し, エタノール (95) / 水混液 (7 : 3) 少量で洗う. 同様の操作を更に 1 回繰り返し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥する.

性状 本品は白色の結晶で, においはない.

確認試験 本品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥し, その 2 mg をとり, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 1733 cm^{-1} , 1671 cm^{-1} , 1609 cm^{-1} , 1272 cm^{-1} 及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点 122 ~ 124 °C

純度試験 本品 0.020 g にクロロホルムを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. この液につき, 薄層クロマトグラフ法によって試験を行う. 試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 単一のスポットを認める.

カブロン酸ヒドロコルチゾン標準品 「カブロン酸ヒドロコルチゾン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「カブロン酸ヒドロコルチゾン」 2 g にエタノール (95) 20 mL を加え, 加温して溶かす. 熱時ろ過し, 冷所に 2 時間放置後, 析出した結晶をろ取し, エタノール (95) 少量で洗う. 同様の操作を行い再結晶し, 得られた結晶をアセトンに溶かした後, 溶媒を蒸発し, 残留物を乾燥する.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはない.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +148 ~ +152° (乾燥後, 0.1 g, 1.4 ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

融点 152 ~ 155 °C

乾燥減量 0.1 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.025 g をメタノールに溶かし, 正確に 50 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 mL とし, 試料溶液とする. この液 20 μ L につき, 「カブロン酸ヒドロコルチゾン」の定量法の操作条件に従い, 液体クロマトグラフ法により試験を行う. 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により, カブロン酸ヒドロコルチゾンの量を求めるとき, 99.0 % 以上である. ただし, 検出感度は本品 20 μ L から得たカブロン酸ヒドロコルチゾンのピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整する.

カルバミン酸クロルフェネシン標準品 カルバミン酸クロルフェネシン (日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, カルバミン酸クロルフェネシン ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{ClNO}_4$) 99.0 % 以上を含むもの.

L カルボシステイン標準品 L カルボシステイン (日局). ただし, 次の規格に適合するもの.

純度試験 本品 0.20 g を 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 3 mL を正確に量り, 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確

に 200mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。以下 L カルボシステイン（日局）の純度試験（6）を準用する（0.15 % 以下）。

キセノン基準ガス Xe：131.29 本品はキセノン（Xe）のガスである。

製法 空気液化分留法の酸素精留部分から副成するクリプトン、キセノン混合ガスを沸点差〔Kr：-153.4℃，Xe：-108.1℃（101.3 kPa）〕により製する。

性状 本品は無色ガスである。

含量 99.995 vol % 以上。定量法 本品の採取量は、その容器を試験前 6 時間以上、18 ~ 22℃ に保った後、20℃ で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとす。

本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製又はステンレス製導入管を用いてガスクロマトグラフ用ガス計量管又はガスタイトシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、酸素、窒素及びクリプトンのピーク面積 A_{T1} 、 A_{T2} 及び A_{T3} を求める。別に混合ガス調整器に酸素 0.01 mL、窒素 0.01 mL 及びクリプトン基準ガス 0.01 mL を正確に採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、酸素、窒素及びクリプトンのピーク面積 A_{S1} 、 A_{S2} 及び A_{S3} を求める。

キセノンの量 (Xe) vol %

$$= 100 - \frac{A_{T1} \times 0.01}{A_{S1}} - \frac{A_{T2} \times 0.01}{A_{S2}} - \frac{A_{T3} \times 0.01}{A_{S3}}$$

操作条件

検出器：熱伝導型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする。

カラム温度：100℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：酸素、窒素、クリプトン、本品の保持時間が酸素約 1 分 30 秒、窒素約 2 分、クリプトン約 2 分 30 秒、本品約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調整器に酸素 0.01 mL、窒素 0.01 mL 及びクリプトン基準ガス 0.01 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、クリプトン、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 6 回繰り返すとき、酸素、窒素及びクリプトンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である。

吉草酸エストラジオール標準品 「吉草酸エストラジオール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「吉草酸エストラジオール」2 g を薄めたエタノール（95）（9 ~ 10）10 mL に加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に一夜放置する。析出した結晶をろ取り、薄めたエタノール（95）（9 ~ 10）少量で洗う。同様の操作を更に 1 回行い、得られた結晶をデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (281 nm) 57 ~ 62（乾燥後、0.02 g、エタノール（95）、400 mL、10 mm）。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ ：+43 ~ +46°（乾燥後、0.25 g、1 A ジオキサン、10 mL、100 mm）。

融点 146 ~ 150℃

赤外吸収スペクトル 本品をデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 4 時間乾燥し、その 2 mg を量り、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3430 cm^{-1} 、1700 cm^{-1} 、1626 cm^{-1} 、1503 cm^{-1} 、1280 cm^{-1} 、878 cm^{-1} 及び 825 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール（95）10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。以下「吉草酸エストラジオール」の純度試験（3）に準じて行う。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

吉草酸酢酸プレドニゾロン標準品 「吉草酸酢酸プレドニゾロン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「吉草酸酢酸プレドニゾロン」10 g をとり、ヘキサン/アセトン混液（5：1）120 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、熱時ろ過し、一夜放置する。析出した結晶をろ取り、デシケーター（減圧、シリカゲル）で 3 時間乾燥した後、更にこの結晶 1 g をとり、メタノール 10 mL を加えて、同様に水浴上で加温して溶かし、熱時ろ過し、一夜放置する。析出した結晶をろ取り、得られた結晶を 105℃ で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥し、その 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3570 cm^{-1} 、3470 cm^{-1} 、1755 cm^{-1} 、1730 cm^{-1} 、1660 cm^{-1} 及び 1235 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ ：+31 ~ +34°（乾燥後、0.1 g、1 A ジオキサン、10 mL、100 mm）。

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g、105℃、3 時間）。

純度試験 本品 0.020 g をとり、メタノール 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液の吉草酸酢酸プレドニゾロン以外のピークの合計面積は標準溶液の吉草酸酢酸プレドニゾロンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：243 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に充てん剤として 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（10：3）

流量：酢酸プレドニゾロンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び「酢酸デキサメタゾン」0.02 g ずつをメタノール 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸デキサメタゾン、吉草酸酢酸プレドニゾロンの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL をとり、メタノールを加えて 50 mL とする。この液 5 μ L から得た吉草酸酢酸プレドニゾロンのピーク高さがフルスケールの約 70 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後から吉草酸酢酸プレドニゾロンの保持時間の約 3 倍の範囲

吉草酸ジフルコルトロン標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

吉草酸デキサメタゾン標準品 「吉草酸デキサメタゾン」をアセトン/ヘキサン混液 (1:1) から再結晶したもので、次の規格に適合するもの。

元素分析 理論値 (C: 68.05 %, H: 7.82 %) \pm 0.3 % 以内。

純度試験 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g をとり、クロロホルム/メタノール混液 (9:1) 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水飽和ジエチルエーテル/2 プロパノール/クロロホルム混液 (18:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、主スポット以外の淡紫色のスポットを認めない。

乾燥減量 0.2 % 以下 (0.5 g, 120 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

含量 吉草酸デキサメタゾン (C₂₇H₃₇FO₆) 99.0 % 以上、フッ素 (F: 18.998) 3.7 ~ 4.3 %。

定量法

(1) 吉草酸デキサメタゾン 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

吉草酸デキサメタゾン (C₂₇H₃₇FO₆) の量 (mg)

$$= \frac{A}{329} \times 10000$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

キモトリプシン標準品 [USP 24]

クエン酸タモキシフェン標準品 「クエン酸タモキシフェン」。

ただし、乾燥したものを定量するとき、クエン酸タモキシフェン (C₂₆H₂₉NO \cdot C₆H₆O₇) 99.5 % 以上を含むもの。

クエン酸タモキシフェン類縁物質標準品

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

E 異性体含量 表示量の 95 ~ 105 % に対応する E 異性体を含む。定量法 本品 0.025 g をアセトニトリル/水/テトラヒドロフラン混液 (12:5:3) 10 mL に溶かし、試

料溶液とする。この液 20 μ L につき、「クエン酸タモキシフェン」の純度試験を準用して、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液から得られる各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により E 異性体含量を求める。

クエン酸ペントキシベリン標準品 クエン酸ペントキシベリン (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クエン酸ペントキシベリン (C₂₀H₃₁NO₃ \cdot C₆H₆O₇) 99.0 % 以上を含むもの。

クマリン標準品

性状 本品は無色の柱状結晶で、特異な香気がある。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (273 nm): 735 ~ 760 (5 mg, メタノール, 1000 mL)。

融点 69.0 ~ 72.0 $^{\circ}$ C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 g をエタノール (95) に溶かし、正確に 10 mL とし試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液の溶媒ピーク及びクマリン以外のピーク合計面積 A は標準溶液のクマリンのピーク面積 A_0 より小さい。ただし、ピーク面積は自動積分法によって測定する。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にメチルシリコンをジメチルクロロシラン処理及び酸処理した 177 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：160 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：320 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量：ヘリウム、毎分約 50 mL の一定量

カラムの選定：本品及びレゾルシノール 100 mg ずつをエタノール (95) 10 mL に溶かす。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レゾルシノール、クマリンの順に流出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 μ L から得たクマリンのピーク高さがフルスケールの約 15 % になるよう調整する。

面積測定範囲：クマリンの保持時間の約 2 倍の範囲

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、クマリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

グリクラジド標準品 C₁₅H₂₇N₃O₃S 「グリクラジド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、グリクラジド (C₁₅H₂₇N₃O₃S) 99.0 % 以上を含むもの。

クリプトン基準ガス Kr: 83.80 本品はクリプトン (Kr) のガスである。

製法 空気液化分留法の酸素精留部分から副成するクリプトン、キセノン混合ガスを沸点差 [Kr: -153.4 $^{\circ}$ C, Xe: -108.1 $^{\circ}$ C (101.3 kPa)] により製する。

性状 本品は無色ガスである。

含量 99.995 vol % 以上。定量法 本品の採取量は、その容器を試験前 6 時間以上、18 ~ 22 $^{\circ}$ C に保った後、

20 ℃ で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする。

本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製又はステンレス製導入管を用いてガスクロマトグラフ用ガス計量管又はガスタイトシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、酸素、窒素及びキセノンのピーク面積 A_{T1} 、 A_{T2} 及び A_{T3} を求める。別に混合ガス調整器に酸素 0.01 mL、窒素 0.01 mL 及びキセノン基準ガス 0.01 mL を正確に採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、酸素、窒素及びキセノンのピーク面積 A_{S1} 、 A_{S2} 及び A_{S3} を求める。

クリプトンの量 (Kr) vol %

$$= 100 \cdot \frac{A_{T1} \times 0.01}{A_{S1}} - \frac{A_{T2} \times 0.01}{A_{S2}} - \frac{A_{T3} \times 0.01}{A_{S3}}$$

操作条件

検出器：熱伝導型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ゼオライト（孔径 0.5 nm）を充てんする。

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：酸素、窒素、キセノン、本品の保持時間が酸素約 1 分 30 秒、窒素約 2 分、本品約 2 分 30 秒、キセノン約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調整器に酸素 0.01 mL、窒素 0.01 mL 及びキセノン基準ガス 0.01 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、本品、キセノンの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき、試験を 6 回繰り返すとき、酸素、窒素及びキセノンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である。

D グルクロノラクトン標準品 $C_6H_{12}O_6$ 。本品を乾燥したものは定量するとき、D グルクロノラクトン ($C_6H_{12}O_6$) 99.0 % 以上を含むもの。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けにくい。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ ：+18.4 ~ +19.6° (乾燥後、0.2 g、水、10 mL、100 mm)。

融点 171 ~ 176 ℃

類縁物質 本品 0.45 g をとり、水に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次にピリジン/酢酸エチル/水/酢酸 (100) 混液 (5 : 5 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアニリン・フタル酸試液を均等に噴霧した後、110 ℃ で 5 分間加熱するとき、褐色の単一スポットを認める。

乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g、減圧・0.67 kPa 以下、シリ

カゲル、24 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、氷水で冷却する。これに振り混ぜながら 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を正確に加えた後、氷水中で窒素ガスを通気しながら 30 分間放置する。0.05 mol/L 硫酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液が黄赤色に変わったとき更に指示薬を 3 滴追加し、加熱して発色しないときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 17.612 \text{ mg } C_6H_{12}O_6$$

貯法 気密容器。

クロチアゼパム標準品 クロチアゼパム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、クロチアゼパム ($C_{18}H_{15}ClN_2OS$) 99.0 % 以上を含むもの。

クロチアピン標準品 「クロチアピン」をとり、エタノール (95) を用いて再結晶を 3 回繰り返す、乾燥 (減圧、酸化リン (V)、80 ℃、3 時間) したもので、次の規格に適合するもの。

融点 118 ~ 121 ℃

クロフェゾン標準品 「クロフェゾン」を薄めたアセトン (4 : 5) で 3 回再結晶したもので、次の規格に適合するもの。

融点 95.5 ~ 96.5 ℃

含量 本品を乾燥したものは定量するときフェニルブタゾン 48.3 ~ 49.7 % 及びクロフェキサミド 44.6 ~ 45.9 % を含む。

クロフェナミド標準品 「クロフェナミド」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「クロフェナミド」をとり、エタノール (95) を用いて再結晶を 3 回繰り返す、105 ℃ で 4 時間乾燥する。

類縁物質 本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のクロフェナミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のクロフェナミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：276 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：リン酸ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (2 : 1)

流量：クロフェナミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液から得たクロフェナミドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：クロフェナミドの保持時間の約 5 倍の範囲

含量 99.0 % 以上。 定量法 本品を乾燥し、その約

0.2 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する（指示薬：マグネソン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の紅色が赤紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 13.536 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_7\text{ClIN}_2\text{O}_4\text{S}_2$$

クロロチアジド標準品 「クロロチアジド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「クロロチアジド」1 g に薄めたエタノール (95)(1 2) 100 mL を加え、加温して溶かす。熱時を過ぎ、冷所に一夜放置後、析出した結晶をろ取り、薄めたエタノール (95)(1 3) 少量で洗う。同様の操作を行い再結晶を繰り返して、得た結晶を 105 °C で 2 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

類縁物質 本品 0.080 g にメタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とした液につき「クロロチアジド」の定量法の操作条件に従い、液体クロマトグラフ法を行うとき、スルファミンの位置にピークを認めない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する（指示薬：プロモチモールブルー・*N,N* ジメチルホルムアミド試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 29.572 \text{ mg } \text{C}_7\text{H}_6\text{ClIN}_3\text{O}_4\text{S}_2$$

ケトプロフェン標準品 ケトプロフェン（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、ケトプロフェン ($\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3$) 99.0 % 以上を含むもの。

ゲファルナート標準品 「ゲファルナート」を次に示す方法で精製したもので、次の試験に適合するもの。

精製法 「ゲファルナート」を約 3 倍量のヘキサノール/酢酸エチル混液 (50 : 1) と混和し、試料とする。別にカラムクロマトグラフ用シリカゲルにヘキサノール/酢酸エチル混液 (50 : 1) を加えてクロマトグラフ管に流し込み、シリカゲルカラムを作製する。このシリカゲルカラムの上部に試料を充てんする。次いで、展開溶媒としてヘキサノール/酢酸エチル混液 (50 : 1) を用いて展開し、一定量ずつ分取する。それぞれの分取液について次の操作条件で薄層クロマトグラフ法を行う。分取液を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、ヘキサノール/酢酸エチル混液 (5 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開し、*R_f* 値約 0.6 に単一のスポットを示す分取液のみを集め、減圧でじゅうぶん濃縮した後、窒素ガスを通じてじゅうぶん乾燥し、油状のゲファルナート標準品を得る。

類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。

次にヘキサノール/酢酸エチル混液 (5 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に約 10 分間放置した後、観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは認めないか、認めても 1 個で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 2 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 20 mL を正確に加え、これに還流冷却器を付け、水浴中でしばしば振り混ぜて 1 時間加熱する。冷後、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行う。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 200.32 \text{ mg } \text{C}_{27}\text{H}_{44}\text{O}_2$$

ゲメプロスト標準品

精製法 「ゲメプロスト」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する。ただし、カラムは分取用のものを用いる。分取した液を集め、減圧で濃縮した後、残留した溶液に酢酸エチルを加えて振り混ぜ、遠心分離して酢酸エチル層を取る。この液の溶媒を減圧で留去し、残留物を恒量になるまで減圧乾燥して本品を得る。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠性のある液である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$: 750 ~ 765 本品を乾燥（シリカゲル、減圧、15 時間）し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かして正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL を正確に量り、水酸化カリウムのメタノール溶液 (3 100) 8 mL を加え、メタノールを加えて正確に 20 mL とした後、15 分間放置する。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 279 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度を測定する。

純度試験 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液 (1 1000) 2 μL につき、「ゲメプロスト」の純度試験 (1) 8 iso 体、2 cis 体及び 11 deoxy ¹⁰ 体の操作条件で液体クロマトグラフ法により、試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により本品の量を求めるとき、99.5 % 以上である。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 1.5 倍の範囲とする。

2 cis ゲメプロスト標準品 $\text{C}_{23}\text{H}_{36}\text{O}_5$

精製法 「ゲメプロスト」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する。ただし、カラムは分取用のものを用いる。分取した液を集め、減圧で濃縮した後、残留した溶液に酢酸エチルを加えて振り混ぜ、遠心分離して酢酸エチル層を取る。この液の溶媒を減圧で留去し、残留物を恒量になるまで減圧乾燥して本品を得る。

性状 本品は白色の粉末である。

純度試験 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液 (1 1000) 2 μL につき、「ゲメプロスト」の純度試験 (1) 8 iso 体、2 cis 体及び 11 deoxy ¹⁰ 体の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により本品の量を求めるとき、98.0 % 以上である。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 1.5 倍の範囲とする。

8 iso ゲメプロスト標準品 $\text{C}_{23}\text{H}_{36}\text{O}_5$

精製法 「ゲメプロスト」の定量法の操作条件で液体クロ

マトグラフ法により本品を分取する。ただし、カラムは分取用のものを用いる。分取した液を集め、減圧で濃縮した後、残留した溶液に酢酸エチルを加えて振り混ぜ、遠心分離して酢酸エチル層を取る。この液の溶媒を減圧で留去し、残留物を恒量になるまで減圧乾燥して本品を得る。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠性のある液である。

純度試験 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液(1000) 2 μ L につき、「ゲメプロスト」の純度試験(1) 8 iso 体, 2 cis 体及び 11 deoxy¹⁰ 体の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により本品の量を求めるとき、98.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 1.5 倍の範囲とする。

11 deoxy¹⁰ ゲメプロスト標準品

精製法 「ゲメプロスト」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により本品を分取する。ただし、カラムは分取用のものを用いる。分取した液を集め、減圧で濃縮した後、残留した溶液に酢酸エチルを加えて振り混ぜ、遠心分離して酢酸エチル層を取る。この液の溶媒を減圧で留去し、残留物を恒量になるまで減圧乾燥して本品を得る。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠性のある液である。

純度試験 類縁物質 本品のアセトニトリル溶液(1000) 2 μ L につき、「ゲメプロスト」の純度試験(1) 8 iso 体, 2 cis 体及び 11 deoxy¹⁰ 体の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により本品の量を求めるとき、98.0% 以上である。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から本品の保持時間の 1.5 倍の範囲とする。

コカルボキシラーゼ標準品

精製法

(1) 弱酸性イオン交換樹脂柱の調製 弱酸性イオン交換樹脂(アンバーライト IRC 50, 330 ~ 500 μ m) 120 mL を約 500 mL の水に 15 時間浸した後、内径 20 mm, 高さ 600 mm のクロマトグラフ管に水とともに移して樹脂柱を作る。これに水酸化ナトリウム試液 500 mL を 1 分間約 4 mL の速度で流下させ、洗液が中性になるまで水洗する。次に 1 mol/L 塩酸試液 700 mL を 1 分間約 4 mL の速度で流下させ、洗液が中性になるまで水洗する。

(2) 「コカルボキシラーゼ」3 g を水に溶かし、20 mL とする。この液を調製した弱酸性イオン交換樹脂柱に加え、1 分間約 2 mL の速度で流下させ、次いで水を加え、溶出液の pH を測定する(溶出液の pH は初め下ってからその後徐々に上昇し、一度 pH 約 3.6 で一定になり、その後徐々に上昇する)。pH 3.6 ~ 4.2 の全溶出液(約 250 mL)を採取し、0.05 mol/L 塩酸試液約 300 mL を加えて pH 1.5 ~ 1.8 とし、30 $^{\circ}$ C の水浴中で振り動かしながら減圧で濃縮し、約 10 mL とする。直ちに残留液にアセトンを加えて白濁させ、2 ~ 8 $^{\circ}$ C で 15 時間放置し、晶析する(アセトンを加えても白濁しないときは、更に液を濃縮する)。結晶を吸引し、アセトンでじゅうぶん洗浄した後、減圧乾燥する。本品は、次の試験規格に適合する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはな

いか、又は特異なにおいがある。

純度試験

(1) 遊離リン酸 「コカルボキシラーゼ」の遊離リン酸純度試験を準用する(0.5% 以下)。

(2) 塩酸チアミン, 塩化チアミン-リン酸及びその他の類縁物質 本品 0.060 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、「コカルボキシラーゼ」の規格及び試験方法の純度試験(6)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。保持時間約 2 分(塩酸チアミン), 約 3 分(塩化チアミン-リン酸)及びコカルボキシラーゼより遅く溶出する類縁物質の各々のピーク合計面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、塩酸チアミンは 0.1% 以下、塩化チアミン-リン酸は 0.5% 以下及びその他の類縁物質は 0.1% 以下である。

乾燥減量 2.0% 以下(0.5 g, 130 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

含量 99.5% 以上(乾燥物換算)。定量法 本品及び塩酸チアミン標準品(あらかじめ水分を測定しておく)約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれ 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、それぞれ試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液 1 mL ずつを共栓試験管 T 及び T' に正確に量り、各々に pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 1 mL 及び薄めた酵素試液(1 ~ 3) 1 mL を加え、水浴中で 50 $^{\circ}$ C に保ち、1 時間加熱する。冷後、T' にはチアミン定量用臭化シアン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液(3 ~ 10) 5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。T' には水酸化ナトリウム溶液(3 ~ 10) 5.0 mL を加えて振り混ぜた後、チアミン定量用臭化シアン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜる。次いで T 及び T' に 2 プロパノール 10 mL を正確に加え、1 分間激しく振り混ぜ、30 分間静置する。別に標準溶液 1 mL ずつを共栓試験管 S 及び S' に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。それぞれの 2 プロパノール層につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 368 nm における吸光度 A_T , $A_{T'}$, A_S 及び $A_{S'}$ を測定する。

コカルボキシラーゼ($C_{12}H_{19}ClN_4O_6P_2S$)の量(mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量(mg)

$$\times \frac{A_{T'} - A_T}{A_{S'} - A_S} \times 1.366$$

コハク酸標準品 「セミコハク酸ブトクタミド」の純度試験(4)を行うとき、R_f 値約 0.5 付近の主スポット以外のスポットを認めない。

コバマミド標準品 「コバマミド」を次に示す方法で精製したもので、次に適合するもの。

精製法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。「コバマミド」5 g に水 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、アセトン 50 mL を加えて溶かす。この液にアセトン 200 mL を少量ずつ加えた後、氷冷し、析出した結晶をろ過する。同様の操作を 2 回繰り返す、得られた結晶をデンケーター(減圧、酸化リン(V))で 24 時間乾燥する。

類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。

この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のコバミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のコバミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

カラムの選定、検出感度及び面積測定範囲以外の測定条件は「コバミド」の定量法の操作条件を準用する。

カラムの選定：本品 0.05 g を移動相に溶かし、100 mL とする。この液 10 mL に 4-ニトロアニリン 0.07 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、移動相を加えて 1000 mL とした液 5 mL を加え、移動相を加えて 100 mL とした液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コバミド、4-ニトロアニリンの順に溶出し、その分離度が 15 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たコバミドのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：コバミドの保持時間の約 3 倍の範囲
酢酸エチノジオール標準品 「酢酸エチノジオール」をとり、メタノールを用いて再結晶を 3 回繰り返し、デシケーター (減圧、酸化リン (V)) で 4 時間乾燥する。

融点 127 ~ 132 $^{\circ}$ C

酢酸ゴナドレリン標準品 $C_{55}H_{75}N_{17}O_{13} \cdot 2CH_3COOH$ 「酢酸ゴナドレリン」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 オクタデシルシリル化した 75 μ m のシリカゲルを充てんしたカラムに酢酸ゴナドレリンの水溶液を注入し、移動相として pH 3 のアセトニトリル/水/酢酸 (100) 混液を用い、各分画を捕集する。各捕集液につき、液体クロマトグラフ法により純度を測定し、類縁物質 1 % 以下のものを減圧濃縮した後、凍結乾燥する。本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、酢酸ゴナドレリン ($C_{55}H_{75}N_{17}O_{13} \cdot 2CH_3COOH$: 1302.39) 99.0 % 以上を含む。

類縁物質 「酢酸ゴナドレリン」の類縁物質試験を行うとき、試料溶液から得たゴナドレリン以外のピーク合計面積は標準溶液から得たゴナドレリンのピーク面積の 1/5 より大きくない。

水分 「酢酸ゴナドレリン」の水分試験を行うとき、水分は 5.0 % 以下である。

定量法 本品約 0.14 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 13.024 mg $C_{55}H_{75}N_{17}O_{13} \cdot 2CH_3COOH$

酢酸シプロテロン標準品 「酢酸シプロテロン」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 酢酸シプロテロン 2 g にメタノール/ヘキサン混液 (3 : 2) 25 mL を加え、加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に一夜放置後、析出した結晶をろ取り、メタノール/ヘキサン混液 (3 : 2) 少量で洗う。同様の操作を更に 2 回繰り返し、再結晶し、得られた結晶を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1740 cm^{-1} 、1718 cm^{-1} 、1648 cm^{-1} 、1607 cm^{-1} 、1259 cm^{-1} 及び 1245 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +148 ~ +152 $^{\circ}$ (乾燥後、0.1 g、クロロホルム、10 mL、100 mm)。

融点 209 ~ 212 $^{\circ}$ C

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、総量は 0.5 % 以下である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、282 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

酢酸ジプロテロン ($C_{24}H_{29}ClO_4$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{418} \times 10000$$

酢酸テトラコサクチド標準品 $C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S \cdot 6CH_3COOH$ 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、テトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$: 2933.44) 86 ~ 92 % を含む。

性状 本品は白色~微黄色の粉末又は薄片で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。本品は水又は酢酸 (31) に溶けやすい。

吸光度 「酢酸テトラコサクチド」の紫外可視吸光度試験を行うとき、テトラコサクチドの $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (276 nm) は 26.5 ~ 28.5 である。

旋光度 「酢酸テトラコサクチド」の旋光度試験を行うとき、テトラコサクチドの $[\alpha]_D^{20}$ は -102 ~ -108 $^{\circ}$ である。

構成アミノ酸 「酢酸テトラコサクチド」の構成アミノ酸試験を行うとき、各構成アミノ酸の組成比はバリンの値を 3.0 とするとき、グルタミン酸、ヒスチジン、フェニルアラニン及びメチオニンは約 1、グリシン、セリン及びチロジンは約 2、アルギニン及びプロリンは約 3、リジンは約 4 である。

酢酸 「酢酸テトラコサクチド」の酢酸試験を行うとき、酢酸は 8 ~ 13 % である。

水分 「酢酸テトラコサクチド」の水分試験を行うとき、水分は 7 ~ 12 % である。

定量法 本品約 0.03 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 6.519 mg $C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$

酢酸トリアムシノロン標準品〔USP 24〕

酢酸ベタメタゾン標準品「酢酸ベタメタゾン」。ただし、次の規格に適合するもので、必要ならば次の方法で精製したもの。

精製法 本品をエタノール(95)から2回再結晶し、減圧乾燥する。

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ベタメタゾン($C_{24}H_{31}FO_6$) 99.0%以上を含む。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.020 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 5 μ L につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。この液の酢酸ベタメタゾンのピーク面積及びそのほかの成分のピーク合計面積を自動積分法により測定し、 A_T 及び A を求める。

酢酸ベタメタゾン($C_{24}H_{31}FO_6$)の量(%)

$$= \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

酢酸メチルプレドニゾロン標準品「酢酸メチルプレドニゾロン」。ただし、次の規格に適合するもの。

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸メチルプレドニゾロン($C_{24}H_{32}O_6$) 98.5%以上を含む。

確認試験 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その 0.8 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3430 cm^{-1} 、1745 cm^{-1} 、1725 cm^{-1} 、1655 cm^{-1} 、1615 cm^{-1} 、1225 cm^{-1} 及び 895 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、エタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。この液の酢酸メチルプレドニゾロンのピーク面積及びそのほかの成分のピーク合計面積を自動積分法によって測定し、 A_T 及び A を求める。

酢酸メチルプレドニゾロン($C_{24}H_{32}O_6$)の量(%)

$$= \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管にオクタデシルシリル化した 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

移動相：メタノール 57 mL に水 43 mL を加える。

流量：酢酸メチルプレドニゾロンの保持時間が約 11.5 分となるように調整する。

カラムの選定：本品 0.03 g 及びパラオキシ安息香酸エチル 0.03 g を精密に量り、エタノール(99.5)を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作し、分離度を求め、7.0 以上のものを用いる。

酢酸メドロキシプロゲステロン標準品「酢酸メドロキシプロゲステロン」をエタノール(99.5)で再結晶したもので、次の規格に適合するもの。

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸メドロキシプロゲステロン($C_{24}H_{34}O_4$) 99.0%以上を含む。

確認試験 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その 1 mg

をとる、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 1730 cm^{-1} 、1670 cm^{-1} 、1606 cm^{-1} 、1360 cm^{-1} 、1259 cm^{-1} 及び 867 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

定量法 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 20 μ L につき、「酢酸メドロキシプロゲステロン」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。この液の酢酸メドロキシプロゲステロンのピーク面積及びそのほかの成分のピーク合計面積を自動積分法によって測定し、 A 及び A_i を求める。

酢酸メドロキシプロゲステロン($C_{24}H_{34}O_4$)の量(%)

$$= \frac{A}{A + A_i} \times 100$$

サケカルシトニン(合成)標準品「サケカルシトニン(合成)」を次に示す方法で精製し、賦形剤を添加して凍結乾燥したもので、次の規格に適合し、国際標準品と比較して力価が決定されたものである。

精製法及び調製法 「サケカルシトニン(合成)」を用い、カラムクロマトグラフィー(ゲル過)により、主成分をとり凍結乾燥して精製粉末を得る。この粉末につき、「サケカルシトニン(合成)」の純度試験(2)により試験し、他のペプチド含量が 2% 以下であることを確認し、さらに「サケカルシトニン(合成)」の定量法により力価を求める。この精製粉末をとり、1 mL 中に約 160 国際単位を含むように希酢酸で pH 4.0 に調整した D マンニトール溶液(1/250)を加えて溶かし、無菌ろ過する。この液 0.5 mL (約 80 国際単位)ずつをガラスアンプルに正確に充てんして凍結乾燥し、窒素置換後融封して製する。

力価 (i) 試験動物体重 55 ~ 180 g の栄養状態の良い健康なラットを 1 群 8 匹以上とし、各群同数とする。ただし、試験前 24 時間絶食し、水を自由摂取させる。

(ii) 標準溶液 サケカルシトニン国際標準品の 1 容器に 0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし、その液 1 mL 中に 0.050 及び 0.025 国際単位を含むように正確に薄め、高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(iii) 試料溶液 本品 1 アンプルに 0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 40 mL を正確に加えて溶かす。この液 1 及び 0.5 mL を正確に量り、0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 39 及び 39.5 mL を正確に加え、高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(iv) 注射量 試験動物 1 匹当たり 0.3 mL を注射する。

(v) 操作法 標準溶液及び試料溶液を各試験動物の尾静脈又はエーテル麻酔下で頸背部皮下に投与する。投与 1 時間後エーテル麻酔下で腹部大動脈から採血し、その血液を常温で、約 30 分間放置した後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離して血清を得る。

(vi) 血清カルシウムの測定 血清 0.1 mL を正確に量り、ストロンチウム試液 6.9 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、試料溶液とする。別に原子吸光度用塩化カルシウム標準液適量を正確に量り、ストロンチウム試液を加えて正確に 1000 mL とし、1 mL 中にカルシウム(Ca: 40.08) 0.5 ~ 2 μ g を含むように薄め、標準溶液とする。試料溶液及び

標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のカルシウム含量を求める。

$$\begin{aligned} & \text{血清カルシウム値 (mg/100 mL)} \\ & = \text{試料溶液のカルシウム含量 (ppm)} \times 7 \end{aligned}$$

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

(vii) 計算式 S_H , S_L , T_H 及び T_L 投与群の各血清カルシウム値をそれぞれ y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 とする。更に各群の y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 を投与群ごとにそれぞれ合計して Y_1 , Y_2 , Y_3 及び Y_4 とする。

本品のアンプル中のサケカルシトニン単位数

(国際単位/アンプル) = $\text{antilog } M \times 0.050 \times 1600$

$$M = 0.3010 \times \frac{Y_5}{Y_6}$$

$$Y_5 = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_6 = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

ただし、次の式によって計算される F は F より小さい。また、次の式によって L ($P = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.20 以下である。もし、 F が F を、また L が 0.20 を超えるときはこの値以下になるまで試験動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$F = \frac{(-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2}{4fs^2}$$

f : 各群の試験動物数

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y^2}{f}}{n}$$

$\sum y^2$: 各群の y_1 , y_2 , y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し、合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$$C = \frac{Y_6^2}{Y_5^2 - 4fs^2}$$

$f^2 = F$: 確率 = 0.05, 自由度 1 = 1, 自由度 2 = n に対する F 分布の値

(viii) 力価決定 本品の力価 (国際単位/アンプル) は、(i) ~ (vii) の操作を 5 回繰り返して得たサケカルシトニン単位の平均値とする。

貯法 密封容器で遮光して、-20 °C 以下で保存する。

サリチル酸ベンジル標準品 $C_{14}H_{12}O_3$ 次の規格に適合するもの。

性状 本品は無色の液体で、芳香がある。

純度試験 本品 0.040 g に水/アセトニトリル混液 (1:1) 100 mL を加え、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、「塩酸ベネキサート ベータデクス」の定量法の操作条件のほか、次の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積

分法により測定するとき、試料溶液のサリチル酸ベンジル以外のピークの合計面積は、標準溶液のサリチル酸ベンジルのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たサリチル酸ベンジルのピーク高さが 5 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサリチル酸ベンジルの保持時間の約 2 倍の範囲

サルブタモール標準品 $C_{13}H_{21}NO_3$ 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。本品は水、エタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (276 nm): 69.0 ~ 72.0 (8 mg, 0.1 mol/L 塩酸試液, 100 mL)。

融点 153 ~ 157 °C

類縁物質 本品 0.050 g をエタノール (99.5) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/2 プロパノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (25:15:8:2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に 5 分間放置した後、噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.1 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 50 °C, 3 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.931 mg $C_{13}H_{21}NO_3$

ジアゼパム標準品 ジアゼパム (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジアゼパム ($C_{16}H_{13}ClN_2O$) 99.0 % 以上を含むもの。

シコニン標準品 $C_{16}H_{16}O_5$: 288.30

製法 シコンエキスをジエチルエーテルに溶かし、この液をカラムクロマトグラフ用シリカゲルに吸着させ、蒸発乾固して試料とする。別にカラムクロマトグラフ用シリカゲルにヘキサン/アセトン混液 (47:3) を加えてクロマト用ガラス管に流し込み、シリカゲルカラムを作製する。このシリカゲルカラムの上部に試料を充てんする。次いで、展開溶媒としてヘキサン/アセトン混液 (47:3) を用い展開し、一定量ずつ分取する。それぞれの分取液について次の操作条件で薄層クロマトグラフ法を行う。

分取液を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/酸混液 (850:150:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開し、 R_f 値

約 0.2 にスポットを認める分取液を集め、減圧で濃縮乾固する。残留物をジエチルエーテルに溶かし、上記のカラムクロマトグラフを R_f 値約 0.2 のスポット以外のスポットを認めなくなるまで繰り返し行う。次いで、単一のスポットを示す分取液のみを集め、減圧で濃縮し、結晶化させる。更に結晶をジエチルエーテルで溶かし、この液 1 容量に対しヘキサン 1 容量を加え、再結晶を行う。再結晶を数回行い、デシケーター（減圧、酸化リン（V））で 24 時間乾燥する。

性状 本品は暗い黄赤色～暗い灰赤色の結晶で、わずかに特異なおいがあり、味はない。

確認試験 本品 0.01 g をエタノール（95）5 mL に溶かすとき、液は赤色～暗赤色を呈する。この液に水酸化カリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色～濃青色を呈する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (279 nm): 270 ~ 286 (乾燥後, 0.01 g, エタノール (95), 1000 mL)。

融点 145 ~ 152 °C (ただし、融けはじめ及び融け終りの範囲を示す)。

純度試験 本品 0.010 g をとり、クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 15 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/ギ酸混液 (850 : 150 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。主スポット以外のスポットは認めない。

乾燥減量 0.50 % 以下 (0.010 g, 105 °C, 3 時間)。

シスプラチン標準品 「シスプラチン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「シスプラチン」10 g を 0.1 mol/L 塩酸試液約 900 mL に約 80 °C に加熱して溶かし、熱時ろ過し、5 °C に冷却する。析出した結晶をろ取り、水、エタノール（95）及びジエチルエーテルで順次洗い、得られた結晶を室温で減圧乾燥する。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3290 cm^{-1} , 3210 cm^{-1} , 1540 cm^{-1} , 1300 cm^{-1} 及び 800 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 5 mg を塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 1000) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 1000) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 100 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のシスプラチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のシスプラチンの面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定はシスプラチンの定量法の項の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 100 μL から得たシスプラチンのピーク高さが 5 mm 以上になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からシスプラチンの保

持時間の 2 倍の範囲

含量 本品を乾燥したものは定量するとき、白金 (Pt : 195.08) 64.36 ~ 65.33 % を含む。定量法 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 300 mL を加え、ガラス棒でかき混ぜながら加熱し、ゆっくりと溶解させる。完全に溶けた後、10 分間沸騰させ、1 分間室温で放置し、定量分析用ろ紙 (5 C) を用いてろ過する。沈殿を熱湯で洗い、洗液を先のろ液と合わせ、加熱し、約 300 mL になるまで濃縮する。この溶液を沸騰させ、ガラス棒でかき混ぜながらヒドラジン-水和物溶液 (4 5) 10.6 mL をゆっくりと滴加した後、10 mol/L 水酸化ナトリウム液 2 滴を加え、10 分間煮沸する。冷後、沈殿を定量分析用ろ紙 (5 C) を用いてろ過し、沈殿をろ紙とともにろ過に入れる。800 °C で 1 時間灰化し、得た重量を白金の量とする。

ジソピラミド標準品 ジソピラミド (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジソピラミド ($\text{C}_{27}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}$) 99.0 % 以上を含むもの。

シゾフィラン標準品 本品は「シゾフィラン」の規格に適合するほか、次の規格に適合する。

精製法 「シゾフィラン」に水を加えて溶かし、1 % 溶液とした後、 25 ± 1 °C でかき混ぜながら、加えた水の約 1/2 容量のアセトンを徐々に加える。次に温度を 50 °C まで上げて沈殿を溶かした後、徐々に温度を下げ、 25 ± 1 °C で 15 時間以上放置して再び沈殿を生成させた後、遠心分離して上澄液を除き、得られた沈殿について、同様の操作を繰り返し、得られた沈殿を減圧乾燥 (室温, 一夜) する。次に、水を加えて溶かし、1 % 溶液とした後、 25 ± 1 °C でかき混ぜながら、加えた水の約 1/3 容量のアセトンを徐々に加える。次に温度を 50 °C まで上げて沈殿を溶かした後、徐々に温度を下げ、 25 ± 1 °C で 15 時間以上放置して再び沈殿を生成させた後、遠心分離して沈殿を除き、上澄液からほとんどのアセトンを減圧 (室温) で留去し、得られた残留物について、同様の操作を繰り返す。得られた残留物に水を加えて約 1 % 溶液とした後、水及びアセトンを減圧で留去 (約 35 °C) する。得られた残留物を水に溶かして凍結乾燥し、更にデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 16 時間乾燥する。

極限粘度 4.0 ~ 5.0

シチコリン標準品

製法 「シチコリン」を 10 倍量の水に溶かした後、シチコリンの 0.3 倍量の活性炭を加えて混合する。しばらくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液を 5 ~ 10 °C で減圧蒸留して濃縮し、シチコリンの 45 ~ 50 % 水溶液とする。濃縮液を加熱して 50 °C に調整し、かき混ぜながら、エタノールの最終濃度が約 71 vol % になるようにエタノール (95) を約 30 分間で滴加する。エタノール (95) を滴加後、種晶を加え、更にかき混ぜていると、混合液は二層に分かれ、下層はあめ状となり、更にかき混ぜていると、あめ状物質が分散して白濁し、結晶化が始まる。分散開始後に引き続きかき混ぜ、50 °C に調整しながら、エタノールの最終濃度が約 85 vol % になるようにエタノール (95) を滴加する。そのまましばらくかき混ぜた後、室温まで冷却する。晶出したシチコリンをろ過した後、得られた結晶の 2 倍容量の 85 vol % エタノールを用いて結晶を洗う。湿結晶をシャーレに移し、別

に用意した水を入れたシャーレと共に密閉容器（デシケータなど）に入れ、加熱乾燥器内で 17 時間 50 ℃ に保った後、結晶を入れたシャーレを真空乾燥器に移し、常温で 5 時間真空乾燥を行う。得られた結晶を標準品とする。

本品は「シチコリン」の規格に適合するほか、次の規格に適合する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$: 255 ~ 270 (乾燥物換算, 0.15 g, 0.01 mol/L 塩酸試液, 10000 mL)。ただし、遊離リン酸の試験に用いるリン酸標準液は 2.0 mL を用いる。

また、5 シチジル酸は次のように行う。

本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、強塩基性イオン交換樹脂カラムに通し、次に、あらかじめ 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を入れた 200 mL メスフラスコを受器として、薄めた 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液溶液 (10) で溶離し、通過液を合わせて、正確に 200 mL とし、試料溶液 S_1 とする。更に 100 mL メスフラスコを受器として、0.01 mol/L 塩酸試液で溶離し通過液を合わせて、正確に 100 mL とし、試料溶液 S_2 とする。試料溶液 S_1 及び S_2 につき、試料と同様の操作を行って得た空試験液を対照として、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 280 nm における吸光度 A_{S_1} 及び A_{S_2} を測定する。本品の吸光度 A_{S_1} 及び A_{S_2} から、次の式によって計算するとき、5 シチジル酸の量は 0.3 % 以下である。

5 シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) の量 (%)

$$= \frac{A_{S_2}}{A_{S_1}} \times 50 \times 0.6618$$

0.6618 : 5 シチジル酸 ($C_9H_{14}N_3O_8P$) とシチコリン ($C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$) の分子量比

なお、アンモニウム、重金属、ヒ素及び定量法は行わない。

ジドブジン標準品 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ジドブジン ($C_{10}H_{13}N_5O_4$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3460 cm^{-1} , 2120 cm^{-1} , 2080 cm^{-1} , 1685 cm^{-1} , 1467 cm^{-1} , 1439 cm^{-1} , 1282 cm^{-1} , 1260 cm^{-1} , 1090 cm^{-1} 及び 1068 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α_D^{25}]: +60.5 ~ +63.0° (脱水物に換算したものの 0.50 g, エタノール (99.5), 50 mL, 100 mm)。

総類縁物質 「ジドブジン」の純度試験 (2) を行うとき、総類縁物質は 1.0 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (0.25 g, 電量滴定法)。

定量法 本品 0.10 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。この液のジドブジン及びそのほかの成分のピーク合計面積を自動積分法により測定し、 A_T 及び A を求める。

$$\text{ジドブジン } (C_{10}H_{13}N_5O_4) \text{ の量 } (\%) = \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は「ジドブジン」の定量法の操作条件を準用す

る。

面積測定範囲: ジドブジンの保持時間の約 2 倍の範囲
1.8 ジドブジンの標準品 $C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$: 240.21

性状 本品は黄色～黄赤色の結晶又は粉末である。本品はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 191 ~ 196 ℃

純度試験 溶状 本品 0.5 g に酢酸 (31) 20 mL を加え、加熱して溶かした液の混濁はわずかである。

強熱残分 あらかじめ、白金製、石英製又は磁製のつばを 450 ~ 550 ℃ で恒量になるまで強熱し、放冷後、その質量を精密に量る。本品約 1 g を精密に量り、上記の容器に入れる。徐々に加熱して試料を分解した後、放冷する。更に硫酸 0.2 mL で潤し、徐々に加熱し、白煙が生じなくなった後、450 ~ 550 ℃ で強熱し、残留物を完全に灰化し、放冷後、その質量を精密に量る。放冷はデシケーター (シリカゲル) で行う (0.5 % 以下)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、ピリジン 75 mL を加えて溶かした後、水 25 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

$$= 24.021\text{ mg } C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$$

ジピリダモール標準品 ジピリダモール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ジピリダモール ($C_{24}H_{40}N_6O_4$) 99.0 % 以上を含むもの。

ジブナートナトリウム標準品

精製法 「ジブナートナトリウム」 20 g にエタノール (99.5) 80 mL を加え、加温して溶かし、温時ろ過し、ろ液を氷水中で冷却する。析出した結晶をろ取り、105 ℃ で 4 時間乾燥したもの。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (279 nm): 156 ~ 173 (乾燥後, 0.015 g, 水, 500 mL)。

純度試験 類縁物質 「ジブナートナトリウム」の純度試験 (5) を準用し、試験を行うとき、主スポット以外のスポットは認めない。

ジフルブレドナート標準品 「ジフルブレドナート」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「ジフルブレドナート」の定量法の操作条件を準用して、液体クロマトグラフ法により本品を分取する。ジフルブレドナートの溶出液を減圧で濃縮した後、析出した結晶をろ取る。この結晶をメタノールに溶かし、液がじゅうぶん白濁するまで水を滴加し、2 時間放置する。析出した結晶をろ取り、水で洗い、得られた結晶を 80 ℃ で 3 時間減圧乾燥する。

旋光度 [α_D^{25}]: +30 ~ +33° (0.2 g, 1 A ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

類縁物質 本品 5 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かす。この液 10 μL につき、「ジフルブレドナート」の純度試験 (2) を準用して試験を行い、面積百分率法によりジフルブレドナート以外の類縁物質の量を求めるとき、1.0 % 以下である。

ジプロフィリン標準品 「ジプロフィリン」。ただし、乾燥した

ものを定量するとき、ジプロフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₄) 99.0 % 以上を含むもの。

シメチジン標準品 シメチジン (日局)。

シメトリド標準品

精製法 「シメトリド」30 g に *N,N* ジメチルホルムアミド 200 mL を加え、加温して溶かし、活性炭を加えてろ過する。析出した結晶をろ取り、得られた結晶にエタノール (95) 400 mL を加え、加温して溶かし、ろ過する。析出した結晶をろ取り、105 °C で 4 時間乾燥したもの。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ [281 nm, 波長幅 (半値幅) 1.0 nm 以下]: 104 ~ 114 (乾燥後, 5 mg, エタノール (95), 100 mL)。

融点 136 ~ 138 °C

純度試験 類縁物質 本品 0.50 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、「シメトリド」の純度試験 (6) を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

臭化バクタメート標準品 「臭化バクタメート」。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化バクタメート

(C₁₉H₃₂BrNO₂) 99.0 % 以上を含むもの。

臭化ブチルスコポラミン標準品 臭化ブチルスコポラミン (日局)。ただし、乾燥したものは定量するとき、臭化ブチルスコポラミン (C₂₁H₃₀BrNO₄) 99.0 % 以上を含むもの。

臭化メベンゾラート標準品 臭化メベンゾラート (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、臭化メベンゾラート (C₂₁H₂₆BrNO₃) 99.0 % 以上を含むもの。

酒石酸イフェンプロジル標準品 酒石酸イフェンプロジル (日局) を次に示す方法で精製したもので、次に適合するものを用いる。

精製法 酒石酸イフェンプロジル (日局) 10 g にメタノール 350 mL を加え、加温して溶かす。温時ろ過し、ろ液を 4 °C に放置し、析出した結晶をろ取る。同様の操作を更に 1 回繰り返し、得られた結晶を 105 °C で 3 時間乾燥した後、室温で 5 時間放置する。

含量 99.5 % 以上 (脱水物換算)

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補助する。

0.1 mo/L 過塩素酸 1 mL

= 40.05 mg (C₂₁H₂₇NO₂)₂ · C₄H₆O₆

酒石酸メトプロロール標準品 「酒石酸メトプロロール」。ただし、乾燥したものを定量するとき、酒石酸メトプロロール (C₁₅H₂₅NO₃ · 1/2C₄H₆O₆) 99.5 % 以上を含み、次の規格に適合するもの。

純度試験 「酒石酸メトプロロール」の純度試験 (3) を準用して試験を行うとき、類縁物質の総量は 0.5 % 以下である。

硝酸イソソルビド標準品 硝酸イソソルビド (日局)。ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、硝酸イソソルビド

(C₈H₈N₂O₈) 99.0 % 以上を含むもの。

シロシゴピン標準品 「シロシゴピン」。ただし、乾燥したものを定量するとき、シロシゴピン (C₃₈H₄₂N₂O₁₁) 99.0 % 以上を含むもの。

シロスタゾール標準品 「シロスタゾール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「シロスタゾール」を 10 倍量のアセトン/水混液 (9:1) に加熱して溶かした後、熱時ろ過し、ろ液を 10 °C 以下に冷却する。析出した結晶をろ取り、70 ~ 80 °C で 1 時間乾燥する。更に同様の操作を行う。得られた結晶を 15 倍量のメタノール/水混液 (9:1) に加熱して溶かした後、熱時ろ過し、ろ液を 10 °C 以下に冷却する。析出した結晶をろ取り、70 ~ 80 °C で 4 時間乾燥する。

赤外吸収スペクトル 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3180 cm⁻¹, 3060 cm⁻¹, 1667 cm⁻¹, 1505 cm⁻¹, 1246 cm⁻¹ 及び 1039 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.025 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、個々の類縁物質は 0.1 % 以下であり、それらの合計は 0.3 % 以下である。

操作条件

「シロスタゾール」の純度試験 (3) 類縁物質の操作条件を準用する。

乾燥減量 0.1 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

シンフィブラート標準品 シンフィブラート (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、シンフィブラート (C₂₃H₂₆Cl₂O₆) 99.0 % 以上を含むもの。

スタノゾール標準品 「スタノゾール」を 50 % エタノールで数回再結晶を繰り返し、融点が次の規格に常に一定となったもの。

融点 241 °C

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$: 144

ストレプトキナーゼ標準品 American Cyanamid Company 指定のもので、1 mg 中に 2000 単位以上を含む。

ストレプトドルナーゼ標準品 American Cyanamid Company 指定のもので、1 mg 中に 500 単位以上を含む。

スピペロン標準品 「スピペロン」をエタノール (95) で再結晶を 3 回繰り返し行って、105 °C で 3 時間乾燥し、定量するときスピペロン (C₂₃H₂₆FN₃O₂) 99.0 % 以上を含むもの。

スルピリド標準品 スルピリド (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、スルピリド (C₁₅H₂₃N₃O₄S) 99.0 % 以上を含むもの。

スルファメトピラジン標準品 「スルファメトピラジン」をメタノールで再結晶を 3 回繰り返し、105 °C で 4 時間乾燥したもので分析結果が次の通りであるもの。

元素分析値	C	H	N
理論値	47.14 %	4.32 %	19.99 %

センノシド A 標準品

製法 センナエキス 100 g にシュウ酸 2 g 及びテトラヒドロフラン 1000 mL を加えて振り混ぜた後、テトラヒド

ロフラン層を分取する。更にテトラヒドロフラン 1000 mL を加えて同様の操作を 2 回行う。全テトラヒドロフラン抽出液をカラムクロマトグラフ用ポリアミドの 200 g を充てんしたカラムに通す。全溶出液につき、水浴上でテトラヒドロフランを減圧留去した後、残留物にメタノール 50 mL を加えて溶かし、3 日間放置する。析出した結晶をろ取り、アセトン/水混液 (7:3) で 2 回再結晶し、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥する。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 215 ~ 225 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g をとり、アセトン/水混液 (7:3) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 プロパノール/酢酸エチル/水/ギ酸混液 (7:7:4:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硝酸 (1:4) を均等に噴霧し、120 °C で 10 分間加熱する。冷後、水酸化カリウムのメタノール溶液 (1:50) を均等に噴霧するとき、単一のスポットを認める。

ゾニサミド標準品 「ゾニサミド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 ゾニサミド 100 g に 50 vol % 2 プロパノール 1000 mL、活性炭 5 g を加え、かき混ぜながら 80 ~ 83 °C に加熱し、50 ~ 70 分間かき混ぜた後、熱時ろ過によって活性炭を除く。ろ液をかき混ぜながら 10 °C 以下に冷却し、析出した結晶をろ取り、50 vol % 2 プロパノール 50 mL で洗浄する。この結晶に 50 vol % 2 プロパノール 1000 mL と活性炭 5 g を加え、かき混ぜながら 80 ~ 83 °C に加熱し、50 ~ 70 分間かき混ぜた後、熱時ろ過によって活性炭を除く。ろ液をかき混ぜながら 10 °C 以下に冷却し、析出した結晶をろ取り、50 vol % 2 プロパノール 50 mL、次いで 100 mL で洗浄する。ろ過した結晶を 75 ~ 85 °C で 15 ~ 20 時間送風乾燥する。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3320 cm^{-1} 、1611 cm^{-1} 、1516 cm^{-1} 、1151 cm^{-1} 及び 747 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.025 g をテトラヒドロフラン 8 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液につき、溶媒ピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のゾニサミドのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積の合計は、標準溶液のゾニサミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 239 nm)

カラム: 内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 水/テトラヒドロフラン混液 (5:1)

流量: ゾニサミドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

カラムの選定: 試料溶液 5 mL をとり、4 アミノアセトフェノールのメタノール溶液 (1:1000) 2.5 mL を加え、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、4 アミノアセトフェノール、ゾニサミドの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μ L から得たゾニサミドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からゾニサミドの保持時間の約 2 倍の範囲

含量 99.0 % 以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 55 mL に溶かした後、水 5 mL を加えて混和し、0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 42.45 mg $\text{C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$
ダナゾール標準品 本品を乾燥したものは、定量するとき、ダナゾール ($\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{NO}_2$) 99.0 % 以上を含む。

精製法 250 g のシリカゲルカラムに「ダナゾール」約 5 g を添付し、カラムクロマトグラフ法を行う。ベンゼン/酢酸エチル混液 (10:1) を分離液とし、200 mL ずつ分取し、分画 5 ~ 7 をとり、減圧で溶媒を留去する。得られた結晶を 1 プロパノールから再結晶し、デシケーター (減圧, 酸化リン (V), 60 °C) で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3510 cm^{-1} 、3260 cm^{-1} 、2940 cm^{-1} 、2100 cm^{-1} 、1632 cm^{-1} 、1600 cm^{-1} 、1471 cm^{-1} 及び 1062 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +24 ~ +27° (乾燥後, 0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 100 mm)。

融点 223 ~ 227 °C (分解)。

純度試験

(1) 元素分析 理論値 (C: 78.30 %, H: 8.06 %, N: 4.15 %) \pm 0.3 % 以内。

(2) 他のステロイド 本品 0.020 g をとり、クロロホルム/メタノール混液 (9:1) 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液 (3:2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60

℃, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, テトラヒドロフラン 40 mL に溶かした後, 硝酸銀溶液 (10) 10 mL を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 33.746 mg $C_{22}H_{27}NO_2$

貯法 遮光した密閉容器。

チアミンジスルフィド標準品 「チアミンジスルフィド」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, チアミンジスルフィド ($C_{24}H_{34}N_6O_4S_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

チアンフェニコール標準品 「チアンフェニコール」を水で再結晶を 3 回繰り返して行い, 105 ℃ で乾燥したもので, 確認試験 (3) の薄層クロマトグラフ法で試験を行うとき, 単一のスポットであるもの。

チオクト酸アミド標準品 「チオクト酸アミド」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「チオクト酸アミド」10 g をエタノール (95) 200 mL に加温して溶かす。熱時ろ過し, ろ液を氷冷し, 生じた結晶をろ取する。この操作を 3 回繰り返して, 得られた結晶を 105 ℃ で 4 時間乾燥する。

確認試験 本品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3370 cm^{-1} , 3190 cm^{-1} , 2940 cm^{-1} , 1659 cm^{-1} , 1631 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} 及び 1413 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かした後, 移動相を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のチオクト酸アミド以外のピークの合計面積は, 標準溶液のチオクト酸アミドのピーク面積より大きくない。

操作条件

「チオクト酸アミド」の純度試験 (2) の操作条件を準用する。

含量 99.0 % 以上。

定量法 本品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し, その約 0.03 g を精密に量り, 窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 2.0534 mg $C_8H_{15}NOS_2$

L チロジン標準品 「L チロジン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, L チロジン ($C_9H_{11}NO_3$) 99.0 % 以上を含むもの。

テオフィリン標準品 テオフィリン (日局)。

テガフル標準品 テガフル (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) 99.0 % 以上を含むもの。

デカン酸ナンドロロン標準品 「デカン酸ナンドロロン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「デカン酸ナンドロロン」を 2 倍量の四塩化炭素に溶かし, クロマトグラフ用中性アルミナのカラムに吸着させ, 四塩化炭素で溶出を行う。四塩化炭素は減圧下で留去し,

残留物に少量のエタノール (99.5) を加える。これを冷却した水中に滴加した後, 2 ℃ 以下に一夜静置する。析出した結晶をガラスろ過器でろ過し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥する。なお, 操作はなるべく光を避けて行う。

性状 本品は白色の粉末で, においはないか又はわずかに特異なおいがある。

確認試験 「デカン酸ナンドロロン」の確認試験 (3) を準用する。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (239 nm): 400 ~ 410 (乾燥物に換算して 5 mg, エタノール (95), 500 mL)。

旋光度 [α]_D²⁰: +33 ~ +37° (乾燥後, 0.1 g, 1 A ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 34 ~ 37 ℃

純度試験 他のステロイド及び不純物 本品 0.040 g をとり, エタノール (95) / クロロホルム混液 (1:1) を加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。別に試料溶液 0.2 mL を正確に量り, エタノール (95) / クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とし, 標準溶液とする。以下「デカン酸ナンドロロン」の純度試験 (2) を準用する。デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 標準品 デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 (日局) を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 (日局) 50 g をとり, 水 250 mL を加えて溶かした後, エタノール (95) 100 mL を加え, 25 ± 2 ℃ に一夜放置する。遠心分離し, 析出したシロップ状の沈殿を除いた後, 得られた上澄液に更にエタノール (95) 150 mL を加え, 同様に 25 ± 2 ℃ に一夜放置する。析出したシロップ状の沈殿を遠心分離して集め, これをエタノール (99.5) 500 mL に滴加し激しく振り混ぜる。析出した沈殿物をろ取し, 酸化リン (V) を乾燥剤として 60 ℃ で 4 時間減圧乾燥する。

旋光度 [α]_D²⁰: +90 ~ +110° (1.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

粘度 デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 (日局) の粘度を準用するとき, 0.022 ~ 0.030 である。

含量 イオウ (S: 32.07) 16.5 ~ 18.5 %。定量法 デキストラン硫酸ナトリウムイオウ 18 (日局) のイオウ含量を準用する。

テニル酸ナトリウム標準品 $C_{10}H_7NaO_5S_2$

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。水に極めて溶けやすく, メタノール又はアセトンに溶けやすい。

融点 約 280 ℃ (分解)。

溶状 本品 1 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

純度試験 本品 0.010 g をとり, メタノール 2 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/メタノール/酢酸 (100) / クロロホルム/二硫化炭素混液 (4:1:1:1:1) を展開溶

媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 0.5 % 以下（1 g, 容量滴定法, 直接滴定）。

含量 換算した脱水物に対しテニル酸ナトリウム（ $C_{10}H_7NaO_3S_2$ ）99.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、酢酸（100）50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の色が緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.228 mg $C_{10}H_7NaO_3S_2$

テプト酸プレドニゾロン標準品 「テプト酸プレドニゾロン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「テプト酸プレドニゾロン」5 g にエタノール（95）50 mL を加え、加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に放置する。析出した結晶をろ取し、エタノール（95）少量で洗う。同様の操作を行って再結晶し、更に、アセトンに溶かした後、アセトンを蒸発させ、得られた結晶をデシケーター（減圧, 105 °C）で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム測定法により測定するとき、波数 1745 cm^{-1} , 1720 cm^{-1} , 1658 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} , 1601 cm^{-1} 及び 1368 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 減圧, 105 °C, 4 時間）。

類縁物質 本品 0.10 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1:1）を 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、テトラヒドロフラン/イソオクタン混液（1:1）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、テプト酸プレドニゾロンの類縁物質の操作法に従い、液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のテプト酸プレドニゾロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のテプト酸プレドニゾロンのピーク面積より大きくない。

テラクリルシコニン標準品 $C_{23}H_{26}O_6$: 398.45

製法 *Arnebia euchroma* (Royle) Johnston. (Boraginaceae) の乾燥根である軟紫根をジエチルエーテル抽出して得たエキスに石油エーテルを加えて振り混ぜた後、可溶部を分取する。この液を減圧で留去した後、残留物にジエチルエーテルを加えて溶かし、カラムクロマトグラフ用シリカゲルに吸着させ、蒸発乾固して試料とする。別にカラムクロマトグラフ用シリカゲルにヘキサン/アセトン混液（24:1）を加えてクロマトグラフ用ガラス管に流し込み、シリカゲルカラムを作製する。このシリカゲルカラムの上部に試料を充てんする。次いで、展開溶媒としてヘキサン/アセトン混液（24:1）を用い展開し、一定量ずつ分取する。それぞれの分取液について次の操作条件で薄層クロマトグラフ法を行う。

分取液を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、ヘキサン/アセトン/ギ酸混液（850:150:1）を展開溶媒として約 10 cm 展開し、 R_f 値約 0.3 に単一のスポットを示す分取液のみを集め、減圧で

じゅうぶん濃縮し、油状のテラクリルシコニン標準品を得る。

純度試験 本品 0.10 g をとり、クロロホルム 20 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 30 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/ギ酸混液（850:150:1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。主スポット以外のスポットは認めない。

トラニラスト標準品 「トラニラスト」。ただし、乾燥したものを定量するとき、トラニラスト（ $C_{18}H_{17}NO_3$ ）99.0 % 以上を含むもの。

トリアゾラム標準品 「トリアゾラム」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「トリアゾラム」をエタノール（99.5）に溶解した後、冷却し、析出した結晶をろ取し、得られた結晶を減圧下で乾燥する。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

赤外吸収スペクトル 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1620 cm^{-1} , 1325 cm^{-1} , 1315 cm^{-1} , 838 cm^{-1} 及び 753 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 $240.0 \sim 241.5\text{ }^\circ\text{C}$

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 3 mg を精密に量り、アルミニウム製の試料容器に入れ、シールし、これを測定試料とする。別に空の試料容器をシールし、参照試料とする。測定試料につき、参照試料を対照として、次の条件で示差走査熱量計（DSC）により、二つの間の温度差をゼロに保つに必要なエネルギーを時間又は温度に対して記録し（DSC 曲線）、融解中の平衡融点（ T_i ）及び融解率（ F ）を求める。次に式（1）より、不純物のモル分率（ X_2 ）を求める。式（1）から、 T_i は $1/F$ の一次関数であり、DSC 曲線より T_i 及び $1/F$ を求めてプロットすることにより縦座標交点（ T_0 ）及び（ $X_2 \cdot R \cdot T_0^2/H$ ）が求められる。ここから、不純物のモル分率（ X_2 ）を算出することにより純度を求める。

トリアゾラム標準品の含量（%）= $(1 - X_2) \times 100$

操作条件

開始温度 210 °C

昇温速度 2 K/min.

終了温度 270 °C

$$T_i = T_0 - \frac{X_2 \cdot R \cdot T_0^2}{\Delta H_f} \cdot \frac{1}{F} \quad (1)$$

T_i = 融解中の平衡融点

T_0 = 主純物質の融点

X_2 = 完全に融解した物質の液相中又は元の物質中での不純物のモル分率

R = 気体定数 = $8.31\text{ J/mole} \cdot \text{K}$

ΔH_f = 主純物質の融解熱（J/mole）

F = 融解率

トリアムテレン標準品 トリアムテレン（日局）を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 トリアムテレン（日局）をとり、1 ブタノールを用いて再結晶を 3 回繰り返す、105 °C で 4 時間乾燥する。

類縁物質 本品 0.10 g をとり、ジメチルスルホキシド 20 mL を正確に加えて溶かす。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/酢酸 (100) 混液 (8:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線を照射するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。 **定量法** 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 (100) 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.663 mg $C_{12}H_{11}N_7$

トリクロルメチアジド標準品 トリクロルメチアジド (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、トリクロルメチアジド ($C_3H_2Cl_3N_3O_4S_2$) 99.0 % 以上を含むほか、次の規格に適合するもの。

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g をアセトニトリル/薄めたリン酸 (1 50) 混液 (4:1) 125 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 50) 混液 (4:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のトリクロルメチアジド以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリクロルメチアジドのピーク面積より大きくない (1.0 % 以下)。

操作条件

検出感度及び面積測定範囲以外の操作条件は、「トリクロルメチアジド錠」の定量法の操作条件を準用する。
検出感度: 標準溶液 10 μ L から得たトリクロルメチアジドのピーク高さが 5 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からトリクロルメチアジドの保持時間の約 2 倍の範囲

トリプシン標準品 [USP 24]

トリプロピオン酸エストリオール標準品 「トリプロピオン酸エストリオール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「トリプロピオン酸エストリオール」2 g を薄めたエタノール (95) (9 10) 10 mL に加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に一夜放置する。析出した結晶をろ取し、薄めたエタノール (95) (9 10) 少量で洗う。同様の操作を更に 1 回行い、得られた結晶をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (268 nm): 16.9 ~ 17.9 (乾燥後, 0.02 g, エタノール (95), 100 mL)。

$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (276 nm): 16.5 ~ 17.5 (乾燥後, 0.02 g, エタノール (95), 100 mL)。

旋光度 [α]_D: -12 ~ -18° (乾燥後, 0.3 g, クロロホルム 30 mL, 100 mm)。

融点 100 ~ 103 °C

赤外吸収スペクトル 本品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し、その 2 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1742 cm^{-1} , 1497 cm^{-1} , 1202 cm^{-1} , 902 cm^{-1} 及び 810 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール (95) 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。以下「トリプロピオン酸エストリオール」の純度試験 (3) に準じて試験を行う。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

m トリフロロメチルアニリン標準品 $C_7H_6F_3N$: 161.13

性状 本品は無色 ~ 黄褐色のわずかに粘稠性のある澄明な液で、特異なおいがある。本品はメタノール, エタノール (95) 又はアセトンに溶けやすく、水に溶けにくい。

比重 d_{20}^{20} : 約 1.30

沸点 188 ~ 189 °C

用時蒸留を行い、185.0 ~ 102.0 °C の留分を用いる。

トリベノシド標準品 「トリベノシド」。ただし、次の規格に適合するもの。

旋光度 [α]_D: -29 ~ -33° (脱水物換算, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)

水分 0.2 % 以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。ただし、溶媒は水分測定用クロロホルム/水分測定用メタノール混液 (4:1) を用いる。

含量 99.0 % 以上。

1,3,5 トリメトキシベンゼン標準品 「1,3,5 トリメトキシベンゼン」をエタノール (95) を用いて、2 回再結晶を繰り返したもので、次の規格に適合するもの。

融点 51 ~ 53 °C

トルシクラート標準品 「トルシクラート」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「トルシクラート」をジエチルエーテルに溶かし、シリカゲルカラムに吸着させる。ジエチルエーテル/石油エーテル/酢酸 (100) 混液 (9:4:1) で溶出し、ジエチルエーテルを減圧下で留去する。残留物を 2 プロパノールから再結晶し、60 °C で 3 時間減圧乾燥する。得られた結晶性の粉末を標準品とする。

赤外吸収スペクトル 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2970 cm^{-1} , 1608 cm^{-1} , 1589 cm^{-1} , 1477 cm^{-1} , 1385 cm^{-1} 及び 708 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルムを展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素

蒸気中に 30 分間放置するとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。
ナプロキセン標準品 ナプロキセン（日局）を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 ナプロキセン（日局）15 g をジクロロメタン 500 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL ずつで 3 回洗う。ジクロロメタン層をとり、溶媒を除去し、残留物にアセトン 70 mL を加え、加温して溶かし、直ちにろ過する。ろ液に水 3 mL を加え、室温で放冷後、ナプロキセン（日局）の結晶を少量加え、24 時間放置した後、氷水中で冷却する。析出した結晶を氷冷したアセトン少量で洗い、風乾した後、105 °C で 3 時間減圧乾燥する。

融点 155 ~ 158 °C

純度試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をエタノール（99.5%）クロロホルム混液（1:1）10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサシクロロメタン/テトラヒドロフラン/酢酸（100）混液（50:30:17:3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。 **定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、メタノール/水混液（4:1）100 mL を加え、必要ならば穏やかに加温して溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 23.026 \text{ mg } C_{14}H_{14}O_3$$

ナリジクス酸標準品 ナリジクス酸（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、ナリジクス酸（ $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ）99.0 % 以上を含むもの。

ニザチジン標準品 「ニザチジン」。ただし、次の規格に適合するもの。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} 、1621 cm^{-1} 、1587 cm^{-1} 、1436 cm^{-1} 及び 1378 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.050 g を量り、移動相 A/メタノール混液（19:6）10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相 A/メタノール混液（19:6）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L につき、「ニザチジン」の純度試験（2）の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニザチジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のニザチジンのピーク面積より大きくない。

含量 99.0 % 以上。本品を乾燥したのものにつき、次式により含量を求める。

$$\text{含量 (\%)} = 100 - \text{類縁物質の量 (\%)}$$

ニソルジピン標準品 「ニソルジピン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 以下の操作はすべて遮光して行う。

「ニソルジピン」をシクロヘキサン/酢酸エチル混液（3:2）を溶出液として、シリカゲルカラムクロマトグラフ法により精製する。得られた結晶をメタノールから再結晶した後、乾燥する。

確認試験 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3320 cm^{-1} 、1706 cm^{-1} 、1655 cm^{-1} 、1531 cm^{-1} 、1348 cm^{-1} 及び 1215 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 ニフェジピン、1,4-ジヒドロ-2,6-ジメチル-4-(2-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジイソブチルエステル（以下ジイソブチルエステル体と略す）、2,6-ジメチル-4-(2-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸イソブチルエステル、メチルエステル（以下ニトロピリジン体と略す）及び 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸イソブチルエステル、メチルエステル（以下ニトロソピリジン体と略す）

本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をとり、酢酸エチル 25 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50 mL とする。更に、この液 2 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液（3:2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得たニソルジピン（ R_f 値約 0.21）のスポット以外のニフェジピン（ R_f 値約 0.13）、ジイソブチルエステル体（ R_f 値約 0.25）、ニトロピリジン体（ R_f 値約 0.29）及びニトロソピリジン体（ R_f 値約 0.33）のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない（それぞれ 0.2 % 以下）。

p ニトロアニリン標準品 $C_6H_6N_2O_2$ 〔K 8708, 特級〕

ニフェジピン標準品 ニフェジピン（日局）の規格及び試験方法に適合し、更に次の規格に適合するもので、必要ならば次の方法により精製する。以下の操作はすべて遮光して行う。

精製法 ニフェジピン（日局）5 g をエタノール（95）300 mL に溶かし、ろ過した後、エタノールを除去する。残留物を 1-ブタノールで 3 回再結晶を繰り返した後、結晶をデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 5 時間乾燥する。

純度試験 塩基性物質 ニフェジピン（日局）の純度試験（6）を準用し、試験を行うとき、0.02 mol/L 過塩素酸の消費量は 1.3 mL 以下である。

含量 換算した乾燥物に対し、99.0 % 以上。

ニブラジロール標準品 「ニブラジロール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「ニブラジロール」を 2-プロパノール/水混液から再結晶し、じゅうぶん風乾した後、デシケーター（減圧、酸化リン（V）, 60 °C）で 4 時間乾燥する。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、3280 cm^{-1} 、1620 cm^{-1} 、1589 cm^{-1} 、1383 cm^{-1} 、1279 cm^{-1} 及び 766 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質 本品 0.025 g をとり、移動相を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のニブラジロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のニブラジロールのピーク面積より大きくない。

操作条件「ニブラジロール」の純度試験(3)の操作条件を準用する。

含量 99.5 % 以上。定量法 本品約 0.22 g を精密に量り、メタノール 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 塩酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 32.634 mg $C_{15}H_{22}N_2O_6$

ニメタゼパム標準品 「ニメタゼパム」を 2 プロパノールで再結晶したもので、「ニメタゼパム」の規格及び試験方法に適合し、融点 159 ~ 161 $^{\circ}$ C のもの。

ニルバジピン標準品 $C_{19}H_{19}N_3O_6$: 385.37 (±) δ イソプロピル 3 メチル 2 シアノ 1,4ジヒドロ 6 メチル 4 (*m* ニトロフェニル) 3,5 ピリジンジカルボキシラートで、次の規格に適合するもの。必要ならば次に示す方法で精製する。

精製法 本品 20 g をエタノール(99.5) 50 mL に加熱還流下かき混ぜながら溶かし、ろ過する。ろ紙は約 60 $^{\circ}$ C に加熱したエタノール(99.5) 10 mL で洗い、ろ液と洗液を合わせる、この液をかき混ぜながら徐々に冷却し、析出し始めた結晶を含む溶液を約 50 $^{\circ}$ C で 15 分間かき混ぜた後、約 2 時間かけて約 5 $^{\circ}$ C まで冷却する。析出した結晶をろ取し、得られた結晶を約 5 $^{\circ}$ C に冷却したエタノール(99.5) 30 mL で洗い、室温で 24 時間風乾し、ニルバジピン標準品を得る。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} 、2240 cm^{-1} 、1710 cm^{-1} 、1650 cm^{-1} 、1525 cm^{-1} 、1350 cm^{-1} 、1215 cm^{-1} 及び 1100 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 167 ~ 171 $^{\circ}$ C

純度試験 類縁物質 本品 0.020 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、個々の類縁物質は 0.07 % 以下であり、それらの合計は 0.1 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液(32 : 27 : 18)

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 mL に、アセトニトリルを加えて 10 mL とする。この液 5 μ L につき、上記

の条件で操作し、ニルバジピンのピークからカラムの理論段数を求めるとき 3300 段以上、シンメトリー係数を求めるとき 1.3 以下となるカラムを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニルバジピンのピーク高さが 15 ~ 30 mm になるように調整する。面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.10 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.1 g をヨウ素瓶に精密に量り、酢酸(100) 20 mL に溶かし、希硫酸 20 mL を加え、更に 0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液 10 mL を正確に加え、密栓して時々振り混ぜながら 30 分間放置する。この液にヨウ化カリウム 1 g 及び水 50 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液 1 mL = 19.269 mg $C_{19}H_{19}N_3O_6$

パラニトロフェノール標準品 「パラニトロフェノール」をエタノール(95)により再結晶を 3 回繰り返して行い、融点が 113 ~ 114 $^{\circ}$ C のもの。

ハルシノイド標準品〔USP 24〕

バルプロ酸ナトリウム標準品 バルプロ酸ナトリウム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、バルプロ酸ナトリウム($C_8H_7NaO_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

バルミチン酸デキサメタゾン標準品 「バルミチン酸デキサメタゾン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 本操作はできるだけ光を避け、遮光した容器を用いて行う。「バルミチン酸デキサメタゾン」5 g にアセトン 20 mL を加えて、必要ならば加温して溶かした後、ろ過する。このろ液を 2 ~ 8 $^{\circ}$ C で 24 時間以上結晶が析出するまで静置する。結晶をろ取した後、更に少量の冷アセトンを用いて洗浄する。この結晶につき同じ操作を繰り返す。得られた結晶をデシケーター(減圧、酸化リン(V))で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

類縁物質 本品 0.02 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μ L につき、「バルミチン酸デキサメタゾン」の純度試験(3)他のステロイドの操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のバルミチン酸デキサメタゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液のバルミチン酸デキサメタゾンのピーク面積より大きくない(0.5 % 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(0.5 g, 減圧, 酸化リン(V), 4 時間)。

含量 99.5 % 以上。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、239 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

パルミチン酸デキサメタゾン ($C_{38}H_{58}FO_6$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{244} \times 10000$$

ハロペリドール標準品 ハロペリドール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ハロペリドール ($C_{21}H_{23}ClFNO_2$) 99.5 % 以上を含むもの。

ピバル酸フルメタゾン標準品 「ピバル酸フルメタゾン」の規格及び試験方法に適合するほか、次の規格に適合するもの。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +71 ~ +75° (乾燥後, 0.1 g, アセトン, 10 mL, 100 mm)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.1 g, 105 °C, 3 時間)。

含量 98.0 ~ 102.0 %

ヒプル酸メテナミン標準品 「ヒプル酸メテナミン」を 2 プロパノールで再結晶を 2 回繰り返す、減圧 0.27 kPa 以下で乾燥したもので、次の規格に適合するもの。

ヘキサミン 本品につき、「ヒプル酸メテナミン」のヘキサミン定量法を準用するとき 43 ~ 45 % である。

馬尿酸 本品につき、「ヒプル酸メテナミン」の馬尿酸定量法を準用するとき、55 ~ 57 % である。

ピペミド酸三水合物標準品 ピペミド酸三水合物 (日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_5O_3$) 99.0 % 以上を含むもの。

ピリジノールカルバメート標準品 「ピリジノールカルバメート」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「ピリジノールカルバメート」10 g に水 80 mL を加えて、80 °C に加熱して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に放置した後、析出した結晶をろ取り、温湯少量で洗う。同様の操作を行って再結晶し、得られた結晶を 105 °C で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

融点 136 ~ 139 °C

純度試験 本品 0.040 g をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、以下「ピリジノールカルバメート」の純度試験 (4) を準用し試験を行う。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

ピロキシカム標準品 「ピロキシカム」をジメチルアセトアミド/アセトン/水混液で 2 回再結晶し、メタノールで洗浄したもので、「ピロキシカム」の規格及び試験方法に適合し、更に次の規格に適合する。

本品を乾燥したものは定量するとき、ピロキシカム ($C_{15}H_{13}N_2O_4S$) 99.0 % 以上を含む。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (334 nm): 790 ~ 839 (乾燥後, 5 mg,

塩酸メタノール試液, 1000 mL)。

ピンドロール標準品 ピンドロール (日局)。ただし、乾燥したものを定量するときピンドロール ($C_{14}H_{26}N_2O_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

ピンボセチン標準品 「ピンボセチン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「ピンボセチン」10 g を熱エタノール (95) 200 mL で再結晶した後、105 °C で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} , 1719 cm^{-1} , 1630 cm^{-1} , 1606 cm^{-1} , 1479 cm^{-1} 及び 748 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 「ピンボセチン」の確認試験 (3) を準用する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (274 nm): 330 ~ 343 (乾燥後, 1 mg, メタノール, 100 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +127 ~ +134° (乾燥後, 1.0 g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 100 mL, 100 mm)。

融点 150 ~ 153 °C

類縁物質 0.3 % 以下。「ピンボセチン」の純度試験 (4) 類縁物質試験を準用する。ただし、類縁物質の量は面積百分率法により算出する。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (1:1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.045 mg $C_{22}H_{26}N_2O_2$

フェニペントール標準品 「フェニペントール」。ただし、定量法に従い定量するとき、フェニペントール 99.0 % 以上を含むもの。

フェニルプロピオン酸ナンドロロン標準品 「フェニルプロピオン酸ナンドロロン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「フェニルプロピオン酸ナンドロロン」を 2 倍量の四塩化炭素に溶かし、クロマトグラフ用中性アルミナのカラムに吸着させ、四塩化炭素で溶出を行う。四塩化炭素は減圧下で留去し、残留物に少量のメタノールを加えてろ過し、ろ液を 2 °C 以下に一夜静置する。析出した結晶をガラスろ過器でろ過し、得られた結晶を酸化リン (V) を乾燥剤として 80 °C で 3 時間、減圧乾燥する。なお、操作はなるべく光を避けて行う。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 「フェニルプロピオン酸ナンドロロン」の確認試験 (3) を準用する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (239 nm): 430 ~ 440 (乾燥後に換算して 5 mg, エタノール (95) 500 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +49 ~ +52° (乾燥後, 0.2 g, 1 *N*-ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 95.0 ~ 100.5 °C

純度試験 他のステロイド及び不純物 本品 0.040 g を

とり、エタノール(95)クロロホルム混液(1:1)を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に試料溶液 0.2 mL を正確に量り、エタノール(95)クロロホルム混液(1:1)を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。以下「フェニルプロピオン酸ナンドロロン」の純度試験(2)を準用する。

フェンブフェン標準品 フェンブフェン(日局)を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 フェンブフェン(日局)5 g にエタノール(95)120 mL を加えて溶かし、ろ過する。ろ液を室温に放置し、生じた結晶をろ取する。この操作を 3 ~ 4 回繰り返して得た結晶を 105 °C で 3 時間乾燥する。

類縁物質 本品 0.1 g をとり、アセトン 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/水混液(80:20:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 99.0 % 以上。 **定量法** 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その 0.2 g を精密に量り、エタノール(99.5)100 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 25.428 \text{ mg } C_{16}H_{14}O_3$$

ブクラデシンナトリウム標準品

製法 アデノシン 3,5 環状リン酸 10 g に水酸化ナトリウム試液 27 mL を加え、ほとんど溶けるまでかき混ぜた後、水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8 ~ 9 に調整し、完全に溶かす。この液にかき混ぜながら結晶が析出するまでアセトンを徐々に加え、更に 30 分間かき混ぜた後、アセトンの量が合計 400 mL になるようにアセトンを加え、更に 1 時間かき混ぜる。次に氷冷しながら 1 時間かき混ぜた後、析出した結晶をろ取し、アセトン 53 mL で洗い、100 °C で 5 時間減圧乾燥(酸化リン(V))する。この結晶 10 g に無水 *n* 酪酸 18 g を加え、窒素を吹き込んで窒素置換し、かき混ぜながら約 130 °C で 4 ~ 5 時間放置する。室温まで冷却し、アセトン/水混液(9:1)63 mL を加えて溶かし、活性炭 0.7 g を加えて 30 分間かき混ぜた後、孔径 0.45 µm のメンブランフィルターを付けたろ過装置を用いてろ過し、活性炭をアセトン/水混液(9:1)50 mL で洗い、ろ液と合わせる。この液にかき混ぜながらアセトン 125 mL を加え、結晶が析出した後、更に 30 分間かき混ぜ、アセトン 335 mL を加え、更に 1 時間かき混ぜる。次に氷冷しながら 1 時間かき混ぜ、析出した結晶をろ取し、アセトン 275 mL で洗い、110 °C で 5 時間減圧乾燥した後、粉碎する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2970 cm⁻¹, 2940 cm⁻¹, 2880 cm⁻¹, 1740 cm⁻¹, 1718 cm⁻¹, 1614 cm⁻¹, 1590 cm⁻¹ 及び 1098 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: -31.5 ~ -33.0°(脱水物に換算したものの 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

類縁物質 本品 0.050 g を移動相に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に本品, N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム及び 2',O' ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム 5 mg ずつを移動相に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。以下ブクラデシンナトリウムの純度試験(4)に準じて試験を行うとき、試料溶液のブクラデシンナトリウム以外のピークで N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウムのピーク面積, 2',O' ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウムのピーク面積及び前記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液の N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム, 2',O' ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム及びブクラデシンナトリウムのピーク面積のそれぞれ 0.2 倍より大きくない。

水分 4.0 % 以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 99.0 % 以上(脱水物に換算して)。 **定量法** 本品約 0.1 g を精密に量り、ケルダールフラスコに入れ、これに硫酸カリウム 33 g, 硫酸銅(II)五水和物 1 g 及び酸化チタン(IV)1 g の混合物を粉末とし、その 5 g を加え、フラスコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラスコの内壁に沿って硫酸 7 mL を加える。フラスコを石綿上で加熱し、液が黄緑色澄明になり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなつてから更に 1 時間加熱を続ける。冷後、水 20 mL を注意しながら加えて冷却する。フラスコを、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶液(1 ~ 25)30 mL 及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、適量の水を加え、冷却器の下端をこの液に浸す。漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2 ~ 5)30 mL を加え、注意して水 10 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液 80 ~ 100 mL を得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.025 mol/L 硫酸で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.025 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 4.9137 \text{ mg } C_{18}H_{23}N_5NaO_8P$$

ブデソニド標準品 「ブデソニド」の性状、確認試験、旋光度、強熱残分及び異性本比の規格及び試験方法に適合するほか、次の規格に適合する。必要ならば次の方法で精製する。

精製法 ブデソニドにメタノールを加え、60 °C に加温して溶かす。この液を 60 °C に保ちながら、水を徐々に加えた後、10 °C まで冷却する。析出した結晶をろ取し、水/メタノール混液(1:1)で洗った後、減圧下、45 °C で乾燥する。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3495 cm⁻¹, 1723 cm⁻¹, 1667 cm⁻¹, 1626 cm⁻¹, 及び 1099 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験 類縁物質「ブデソニド」の純度試験、類縁物質の項に従い、試験を行い、類縁物質の量を求めるとき、ブデソニドの2つのピークのうち先に溶出するピークに対する相対保持時間がそれぞれ約0.1, 0.4, 0.6及び0.9の類縁物質の合計は0.2%以下で、その他の類縁物質の合計は0.1%以下である。

ブホゲニン標準品「ブホゲニン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「ブホゲニン」に3倍量のアセトンを加えて溶かし、氷冷し、析出した結晶をろ取する。更に同様の操作を2回繰り返して、得られた結晶に適量のエタノール(95)を加えて溶かし、この液を多量の水の中に注ぎ、析出した結晶をろ取り、デシケーター(減圧、酸化リン(V))で24時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性粉末で、においはない。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (300 nm): 141 ~ 146 (3 mg, エタノール(95), 100 mL)。

赤外吸収スペクトル 臭化カリウム錠剤法 波数 3020 cm^{-1} , 1725 cm^{-1} , 1633 cm^{-1} , 1535 cm^{-1}

融点 167 ~ 170 °C

純度試験 他のステロイド 本品 0.040 g をとり、クロロホルム 50 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、「ブホゲニン」の純度試験(3)を準用し、試験を行うとき、単一のスポットを認める。

フマル酸クレマスチン標準品 フマル酸クレマスチン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、フマル酸クレマスチン($\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{ClNO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 99.0%以上を含むもの。

フマル酸ケトチフェン標準品 「フマル酸ケトチフェン」。

ブラウノール標準品 $\text{C}_{20}\text{H}_{30}\text{O}_2$

精製法 シリカゲルをヘキサンで湿式充てんしたクロマト管に、ブラウノール抽出精製油を注ぎ込む。溶離液として、ヘキサン/酢酸エチル混液(95:5 ~ 70:30)を用いて濃度勾配溶離法により溶出させ、ブラウノール主分画を得る。この液を減圧下濃縮し、得られた濃縮液につき、ガラスチューブオープンを用いて減圧蒸留(減圧, 13 ~ 27 Pa, 170 ~ 180 °C)を行い、ブラウノール標準品を得る。

性状 本品は微黄色~淡黄色澄明の粘性の液である。本品はメタノール、エタノール(95)、ピリジン及びジエチルエーテルと混和し、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3320 cm^{-1} , 2920 cm^{-1} , 1665 cm^{-1} , 1440 cm^{-1} , 1380 cm^{-1} 及び 1005 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品約 0.30 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフ用高性能シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、酢酸エチル/トルエン混液(3:1)を展開溶媒として約 8 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧した後、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

含量 98.0%以上。定量法 本品 0.03 g をピリジン 10 mL に溶かし、この液 1 mL を共栓試験管に量り、N, O ビス トリメチルシリル トリフルオロアセトアミド 0.2 mL を正確に加え、1 分間激しく振り混ぜた後、室温で 30 分間放置し、試料溶液とする。試料溶液 2 μL につき、ガスクロマトグラフ法により試験を行い、ピーク面積を自動積分法により求める。ピリジン 1 mL を正確に量り、N, O ビス トリメチルシリル トリフルオロアセトアミド 0.2 mL を正確に加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。試料溶液のブラウノールのピーク面積及びブラウノール以外のピークの合計面積、A 及び A_1 を測定し、面積百分率 $A \times 100 / (A + A_1)$ を求める。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

試料注入装置及び試料導入法: ソルベントレス注入装置を使用し、サンプルニードルの先端に試料溶液 2 μL を付け、約 3 分間後、導入する。空試験の液についても同様に操作する。

カラム: 内径約 0.2 mm, 長さ約 25 m の熔融シリカ製カラムの内面に厚さ約 0.33 μm のガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを化学結合したものの。

カラム温度: 245 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素又はヘリウム

流量: ブラウノールの保持時間が約 12 分となるように調整する。

検出感度: 試料溶液をピリジンで 2000 倍に希釈した液約 2 μL を注入したとき、ブラウノールのピーク面積を精度よく測定できるように設定する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からブラウノールの保持時間の 2.5 倍の範囲

貯法 遮光した気密容器に入れ、空気を窒素(日局)で置換し、-20 °C 以下に保存する。

フラザボール標準品

精製法 「フラザボール」10 g をとり、2 プロパノール 50 mL を加えて加熱して溶かし、活性炭を加えて脱色した後ろ過する。ろ液を氷冷し、生じた結晶をろ取する。この操作を3回繰り返して、得られた結晶を 80 °C で乾燥して標準品とする。本品を乾燥したものは定量するとき、窒素(N: 14.01) 8.4 ~ 8.6%を含む。

融点 155.0 ~ 157.0 °C

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (217 nm): 127 ~ 131 (乾燥後, 0.1 g, エタノール(99.5), 5000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +37.0 ~ +39.0° (乾燥後, 0.03 g, クロロホルム, 1 mL, 100 mm)。

定量法 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り窒素定量法(セミマイクロケルダール法)によって試験を行う。

ブラノプロフェン標準品 ブラノプロフェン(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ブラノプロフェン($\text{C}_{15}\text{H}_{13}\text{NO}_3$) 99.0%以上を含むもの。

ブラリドキシムヨウ化メチル標準品 「ブラリドキシムヨウ化メチル」をメタノールで再結晶を繰り返したもので、「ブラリドキシムヨウ化メチル」の規格及び試験方法に適合し、更に次の規格に適合するもの。

本品を乾燥したものは定量するとき、プラリドキシムヨウ化メチル ($C_7H_9IN_2O$) 99.0 % 以上を含む。

純度試験 塩化物及び臭化物 本品 0.25 g にアンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液 15 mL を加え、2 ~ 3 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に希硝酸 15 mL を加えるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：0.01 mol/L 塩酸試液 0.3 mL にアンモニア試液 2.5 mL、0.1 mol/L 硝酸銀液 15 mL 及び希硝酸 15 mL を加える。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かし、硝酸 1 mL を加え、更に正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL を加えた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 26.406 mg $C_7H_9IN_2O$

フリルプロピオン酸ナンドロロン標準品 「フリルプロピオン酸ナンドロロン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「フリルプロピオン酸ナンドロロン」2 g を薄めたエタノール（95）（9 ~ 10）10 mL に加温して溶かす。熱時ろ過し、ろ液を冷所に一夜放置する。析出した結晶をろ取し、薄めたエタノール（95）（9 ~ 10）少量で洗う。同様の操作を更に一回行い、得られた結晶をデシケーター（減圧、酸化リン（Ⅴ））で 24 時間乾燥する。

性状 本品は微黄白色の結晶である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (238 nm): 438 ~ 446 (1 mg, エタノール（95）, 100 mL, 10 mm)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +42 ~ +49° (乾燥後, 0.3 g, エタノール（95）, 30 mL, 100 mm)。

融点 88 ~ 89 °C

赤外吸収スペクトル 本品をデシケーター（減圧、酸化リン（Ⅴ））で 4 時間乾燥し、その 2 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 1750 cm^{-1} , 1665 cm^{-1} , 1604 cm^{-1} , 1174 cm^{-1} , 878 cm^{-1} 及び 728 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール（95）10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノール（95）を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。以下「フリルプロピオン酸ナンドロロン」の純度試験（2）に準じて試験を行う。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

フルオロウラシル標準品 フルオロウラシル（日局）。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルオロウラシル ($C_8H_6FN_2O_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

フルドロキシコルチド標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品。

フルニソリド標準品 「フルニソリド」を次の方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「フルニソリド」2.5 g をジクロロメタン 20 mL に溶かし、溶離液としてジクロロメタン/酢酸エチル混

液（1:1）を用い、シリカゲルカラムクロマトグラフィーを行う（カラム：内径 25 mm, 長さ 50 cm）。試料をカラムの上端に吸着させ、溶離液を 450 mL 流した後、溶出液を 10 mL ずつ分画し、シリカゲル薄層クロマトグラフィー（展開溶媒：トルエン/エタノール（95）混液（20:1））で分画試料の純度を調べる。不純物が取り除かれた分画（約 550 mL ~ 950 mL の範囲）を減圧乾固し、約 1.9 g のフルニソリドを得る。これを酢酸エチル 20 mL に加熱して溶かし、ヘキサン 4 mL を加え、室温に静置する。析出した結晶をろ取し、2 % の水を含む 1 ブタノール 6 mL に加熱して溶かし、室温に静置する。析出した結晶をろ取し、室温で約 12 時間減圧乾燥し、約 1 g のフルニソリド標準品を得る。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1715 cm^{-1} , 1665 cm^{-1} , 1625 cm^{-1} , 1090 cm^{-1} 及び 1050 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (241 nm): 361 ~ 367 (0.01 g, メタノール, 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +106.0 ~ +110.0° (脱水物に換算したものの 0.2 g, クロロホルム, 20 mL, 100 mm)。

水分 1.9 ~ 2.4 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

他のステロイド 本品 0.025 g をアセトン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液（1）とする。また、試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液（2）とする。これらの液につき、「フルニソリド」の純度試験（4）を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットの総量は 1.0 % 以下である。

フルフェナム酸アルミニウム標準品 「フルフェナム酸アルミニウム」。ただし、乾燥したものを定量するとき、フルフェナム酸 ($C_{14}H_{10}F_3NO_2$) 95.0 ~ 97.0 %, アルミニウム (Al) 3.0 ~ 3.4 % を含むもの。

プレグナンジオール標準品 「プレグナンジオール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「プレグナンジオール」0.8 g をとり、エタノール（99.5）70 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、熱時ろ過し、12 時間放置する。析出した結晶をろ取し、105 °C で 2 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

融点 237 ~ 243 °C

純度試験 類縁物質 本品 0.025 g をとり、以下「プレグナンジオール」の純度試験類縁物質に準じて試験を行う。ただし、標準溶液は試料原液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、共栓小試験管に入れ、以下試料溶液と同様に操作する。

プレグネロン標準品 「プレグネロン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「プレグネロン」2.5 g に 60 % エタノール 120 mL を加え、加熱して溶かし、熱時ろ過する。ろ液を冷所に放置し、析出する結晶をろ取し、60 % エタノール少量で洗う。この操作を更に2回繰り返す、得られた結晶を粉

砕し、デシケーター（減圧，酸化リン（V））で 16 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥（減圧，酸化リン（V），4 時間）し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3530 cm^{-1} ， 2930 cm^{-1} ， 2840 cm^{-1} ， 1685 cm^{-1} ， 1360 cm^{-1} 及び 802 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+27 \sim +32^\circ$ （乾燥後，0.1 g，エタノール（95），10 mL，100 mm）。

融点 $191 \sim 194\text{ }^\circ\text{C}$

純度試験 本品 0.10 g をエタノール（95）に溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。この液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液（9：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これにエタノール（95）/硫酸混液（1：1）を均等に噴霧した後， $105\text{ }^\circ\text{C}$ で 10 分間加熱するとき，主スポット以外のスポットを認めない。

プロスシラリジン標準品 「プロスシラリジン」をアセトンで 3 回再結晶を繰り返したもので，「プロスシラリジン」の規格に適合する。ただし，乾燥したものを定量するとき，プロスシラリジン（ $\text{C}_{30}\text{H}_{42}\text{O}_8$ ）99.0 % 以上を含むもの。

フロセミド標準品 フロセミド（日局）。ただし，乾燥したものを定量するとき，フロセミド（ $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_5\text{S}$ ）99.0 % 以上を含むもの。

プロピオン酸アルクロメタゾン標準品〔USP 24〕

プロピオン酸エストラジオール標準品 「プロピオン酸エストラジオール」を次に示す方法で精製したもので，次の規格に適合するもの。

精製法 「プロピオン酸エストラジオール」1 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし，液が白濁するまで水を滴加する。冷所に一夜放置後，析出した結晶をろ取り，水/アセトン混液（1：1）少量で洗い，再結晶し，得られた結晶をデシケーター（減圧，シリカゲル）で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶で，においはない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+37 \sim +40^\circ$ （乾燥後，0.1 g，1.4 ジオキサン，10 mL，100 mm）。

融点 $106 \sim 109\text{ }^\circ\text{C}$

純度試験 本品 0.10 g にアセトンを加えて溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。この液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/エタノール（95）混液（100：70：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸（1 2）を均等に噴霧した後， $105\text{ }^\circ\text{C}$ で 15 分間加熱するとき，単一のスポットを認める。

プロピオン酸デキサメタゾン標準品 「プロピオン酸デキサメタゾン」。ただし，次の規格に適合するもの。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

確認試験 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭

化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3300 cm^{-1} ， 1729 cm^{-1} ， 1659 cm^{-1} ， 1616 cm^{-1} ， 1602 cm^{-1} 及び 1188 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 0.050 g をメタノールに溶かして 25 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のプロピオン酸デキサメタゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のプロピオン酸デキサメタゾンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出感度以外の測定条件は「プロピオン酸デキサメタゾン」の純度試験（2）を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たプロピオン酸デキサメタゾンのピークの高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g， $105\text{ }^\circ\text{C}$ ，3 時間）。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.025 g を精密に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，238 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

プロピオン酸デキサメタゾン（ $\text{C}_{23}\text{H}_{37}\text{FO}_7$ ）の量（mg）

$$= \frac{A}{311} \times \frac{50000}{3}$$

プロブコール標準品〔USP 24〕

プロブコール類縁物質 A 標準品（2,2,6,6-テトラ第三ブチルジフェノキノン）〔USP 24〕

プロブコール類縁物質 B 標準品（4,4-（ジチオ）ビス（2,6-ジ第三ブチルフェノール））〔USP 24〕

プロブコール類縁物質 C 標準品（4-[(3,5-ジ第三ブチル 2-ヒドロキシフェニルチオ)イソプロピリデンチオ]2,6-ジ第三ブチルフェノール）〔USP 24〕

フロプロピオン標準品 フロプロピオン（日局）。ただし，換算した脱水物に対し，フロプロピオン（ $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$ ）99.0 % 以上を含むもの。

プロペリシアジン標準品 「プロペリシアジン」。ただし，乾燥したものを定量するとき，プロペリシアジン（ $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{OS}$ ）99.0 % 以上を含むもの。

ヘキサステロール標準品 $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{O}_2$ 。白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，エタノール（95）又はジエチルエーテルに溶けやすく，ピリジンにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ （278 nm）： $120 \sim 125$ （5 mg，薄めたエタノール（95）（3 5），100 mL）。

融点 $185 \sim 188\text{ }^\circ\text{C}$

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g， $105\text{ }^\circ\text{C}$ ，3 時間）。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 1.5 g を精密に量り，正確にピリジン/無水酢酸混液（17：3）10 mL を加え，還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加熱する。冷後，氷冷した水 50 mL を加え，ガラスろ過器（G 4）でろ過し，残留物を氷冷した水 15 mL ずつで 3 回洗い，洗液はろ液に

合わせ, 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行う.

1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 135.18 mg $C_{18}H_{22}O_2$
ペンタガストリン標準品 「ペンタガストリン」を 2 エトキシエタノールで再結晶したもので, 次の規格に適合するもの.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -27.5 ~ -28.5°(乾燥後, 0.1 g, N,N ジメチルホルムアミド, 10 mL, 100 mm).

ベンツチアジド標準品 「ベンツチアジド」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「ベンツチアジド」2.5 g に薄めたエタノール(95)(13 : 20) 200 mL を加え, 加温して溶かす. 熱時ろ過し, ろ液を冷所に一夜放置後, 析出した結晶をろ取り, 薄めたエタノール(95)(1 : 3)少量で洗う. 同様の操作を行い再結晶し, 得られた結晶を風乾したのち, 105 °C で 1 時間乾燥する.

性状 本品は白色の結晶である.

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (282 nm): 221 ~ 225 (乾燥後, 5 mg, 水/ N,N ジメチルホルムアミド混液(49 : 1) 250 mL).

融点 242 ~ 245 °C

類縁物質 本品 0.20 g をとり, メタノール/アンモニア水(28)混液(19 : 1)を加えて溶かし, 正確に 10 mL とした液につき, 「ベンツチアジド」の純度試験(4)を準用し, 試験を行うとき, R_f 約 0.40 の位置に 1 スポットを示すもの.

ポリチアジド標準品 「ポリチアジド」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「ポリチアジド」3 g に希エタノール 200 mL を加え, 加温して溶かす. 熱時ろ過し, ろ液を冷所に一夜放置後, 析出した結晶をろ取り, 水少量で洗う. 同様の操作を行い再結晶し, 得られた結晶を風乾した後, 105 °C で 3 時間乾燥する.

性状 本品は白色の結晶である.

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (268 nm): 492 ~ 502 (乾燥後, 5 mg, メタノール, 500 mL).

類縁物質 本品 0.20 g をとり, メタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とした液につき, 「ポリチアジド」の純度試験(4)を準用し, 試験を行うとき, R_f 約 0.35 の位置に単一のスポットを示す.

マレイン酸エナラプリル標準品 [USP 24]

マレイン酸シネバジド標準品 「マレイン酸シネバジド」. ただし, 定量するとき, マレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$) 99.0 % 以上を含むもの.

マレイン酸チエチルペラジン標準品 「マレイン酸チエチルペラジン」. ただし, 乾燥したものを定量するとき, マレイン酸チエチルペラジン($C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_4O_4$) 99.0 % 以上を含むもの.

マレイン酸トリメブチン標準品 「マレイン酸トリメブチン」を次の方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「マレイン酸トリメブチン」10 g を 80 °C に加熱した水 100 mL に溶かした後, 70 ~ 80 °C に保ちながらろ過する. ろ液を 40 °C で 17 時間かき混ぜ, 放置する. 更に 10 °C 以下に冷却した後, 析出した結晶をろ取る. 結晶を冷水で洗い, 50 °C で 17 時間送風乾燥する.

類縁物質 本品 0.10 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液(13 : 7) 100 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液(13 : 7)を加えて正確に 250 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のトリメブチンのピーク面積の 1/4 より大きくない.

操作条件

「マレイン酸トリメブチン」の純度試験(3)の操作条件を準用する.

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し, その約 1 g を精密に量り, 酢酸(100) 70 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴). ただし, 滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.35 mg $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$
マレイン酸リスリド標準品 「マレイン酸リスリド」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 本操作は暗所で行う. 「マレイン酸リスリド」2 g にエタノール(95) 200 mL を加え, 加温して溶かし, 活性炭 0.1 g を加え, 温時ろ過する. ろ液を冷所に 3 時間放置した後, 析出した結晶をろ取り, 氷冷したエタノール(95) 5 mL で 3 回洗う. 得られた結晶にエタノール(95) 160 mL を加え, 加温して溶かし, 温時ろ過する. ろ液を冷所に 3 時間放置した後, 析出した結晶をろ取り, 氷冷したエタノール(95) 5 mL で 3 回洗い, 得られた結晶をデシケーター(減圧, 酸化リソ(V))で 4 時間乾燥する.

性状 本品は白色の結晶である.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +279 ~ +289°(0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm).

類縁物質 「マレイン酸リスリド」の純度試験(2)を準用する. 試料溶液のマレイン酸及びリスリド以外のピークの各々のピーク面積は, 標準溶液のリスリドのピーク面積の 1/10 より大きくなく, それらのピーク面積の合計は, 標準溶液のリスリドのピーク面積の 1/2 より大きくない.

マレイン酸レボメプロマジン標準品 マレイン酸レボメプロマジン(日局). ただし, 乾燥したものを定量するとき, マレイン酸レボメプロマジン($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$) 99.0 % 以上を含むもの.

ミゾリピン標準品 「ミゾリピン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの.

精製法 「ミゾリピン」に水を加え, 加温して溶かし, 50 % 水溶液とする. この液に 3 倍量のアセトンを加え, 5 °C で 24 時間放置した後, 析出した結晶をろ取り, アセトンで洗浄する. この操作を 2 回繰り返した後, 24 時間減圧乾燥する. 得られた結晶の 7 ~ 10 倍量のメタノールを加え, 3 時間還流した後, ろ取り, 冷メタノールで洗浄する. 得られた結晶性粉末を 30 °C で 48 時間減圧乾燥する.

赤外吸収スペクトル 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3400

cm^{-1} , 3190 cm^{-1} , 1633 cm^{-1} , 1577 cm^{-1} 及び 1553 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質「ミゾリピン」の純度試験(4)類縁物質を準用する。

水分 0.5 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

含量 換算した脱水物に対し, 99.5 % 以上。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, ジメチルスルホキシド/メタノール混液 (1:1) 60 mL に溶かし, 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 25.922 \text{ mg } \text{C}_9\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_6$$

メキタジン標準品 メキタジン (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メキタジン ($\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{S}$) 99.5 % 以上を含むもの。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品 メシル酸ジヒドロエルゴタミン (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メシル酸ジヒドロエルゴタミン ($\text{C}_{33}\text{H}_{37}\text{N}_5\text{O}_5 \cdot \text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの。

メシル酸ジメトチアジン標準品 「メシル酸ジメトチアジン」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メシル酸ジメトチアジン ($\text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2 \cdot \text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの。

メシル酸ブリジノール標準品 「メシル酸ブリジノール」。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メシル酸ブリジノール ($\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{NO} \cdot \text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含み, 次の規格に適合するもの。

純度試験 本品約 0.020 g を精密に量り, 薄めたリン酸 (1 1000)メタノール混液 (1:1) 25 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液 3 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりメシル酸ブリジノール以外の不純物のピーク面積の和を求めるとき, 1.0 % 以下である。

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 150 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 55 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 1 オクタンスルホン酸ナトリウム 1.05 g をメタノール/薄めたリン酸 (1 1000) 混液 (3:2) に溶かし, 1000 mL とする。

流量: メシル酸ブリジノールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

検出感度: 試料溶液 1 mL に薄めたリン酸 (1 1000)メタノール混液 (1:1) を加えて 100 mL とした液 3 μL から得たメシル酸ブリジノールのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からメシル酸ブリジノールの保持時間の約 3 倍の範囲

メシル酸プロモクリプチン標準品 メシル酸プロモクリプチン (日局)。ただし, 定量するとき, 換算した乾燥物に対し, メシル酸プロモクリプチン ($\text{C}_{32}\text{H}_{40}\text{BrN}_5\text{O}_5 \cdot \text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの。

メシル酸ベタヒスチン標準品 メシル酸ベタヒスチン (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メシル酸ベタヒスチン ($\text{C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 99.0 % 以上を含むもの。

メスタノロン標準品 「メスタノロン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「メスタノロン」1 g を薄めたエタノール (95) (9 10) 20 mL に加温して溶かす。熱時ろ過し, ろ液を冷所に一夜放置する。析出した結晶をろ取り, 薄めたエタノール (95) (9 10) 少量で洗う。同様の操作を更に 1 回繰り返し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶である。

赤外吸収スペクトル 本品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 4 時間乾燥し, その 2 mg をとり, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3440 cm^{-1} , 1700 cm^{-1} , 1378 cm^{-1} 及び 1150 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +7 ~ +11 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.4 g, クロロホルム 20 mL, 100 mm)。

融点 191 ~ 193 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をとり, エタノール (95) 10 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, エタノール (95) を加えて正確に 20 mL とし, この液 1 mL を正確に量り, エタノール (95) を加えて正確に 20 mL とし標準溶液とする。以下「メスタノロン」の純度試験 (2) に準じて試験を行う。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液より得たスポットより濃くない。

メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム標準品 「メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム」をエタノール (95) から再結晶し, 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはない。

融点 約 260 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (236 nm): 425 ~ 435 (乾燥後, 10 mg, 水, 1000 mL)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.020 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 40 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし, 以下「メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム」の純度試験 (4) を準用して試験を行うとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

メダゼパム標準品 メダゼパム (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メダゼパム ($\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{ClN}_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

メチ克蘭標準品 メチ克蘭 (日局)。ただし, 乾燥したものを定量するとき, メチ克蘭 ($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_4\text{S}_2$; 275.34) 99.0 % 以上を含み, 次の規格に適合するもの。

純度試験 本品約 0.03 g を精密に量り, *N,N* ジメチルホルムアミド 25 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液 5 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法によ

り試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりメチ克蘭以外の不純物のピーク面積の和を求めるとき、1.0 % 以下である。

検出器：紫外吸光度計（測定波長：230 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（9：1）

流量：メチ克蘭の保持時間が約 9 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1 mL に *N,N* ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とした液 5 μ L から得たメチ克蘭のピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメチ克蘭の保持時間の約 3 倍の範囲

メチル硫酸ペボニウム標準品 「メチル硫酸ペボニウム」を、アセトン/エタノール（95）混液（20：1）で再結晶を 3 回繰り返して、60 $^{\circ}$ C、減圧で 3 時間乾燥したもので、次の規格に適合するもの。

融点 134 ~ 136 $^{\circ}$ C

純度試験 本品 0.20 g に、メタノール 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/ギ酸混液（4：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、*R_f* 約 0.6 付近に単一のスポットを認める。

メトカルバモール標準品 「メトカルバモール」を酢酸エチルで 2 回再結晶したもので、次の規格に適合するもの。

融点 96 ~ 97 $^{\circ}$ C

乾燥減量 0.2 % 以下（1 g、60 $^{\circ}$ C、2 時間）。

類縁物質 本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメトカルバモール以外のピークの合計面積は、標準溶液のメトカルバモールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：274 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：pH 4.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液（3：1）

流量：メトカルバモールの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：「メトカルバモール」及びグアイフェネ

シン（日局）0.05 g ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、グアイフェネシン、メトカルバモールの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

面積測定範囲：メトカルバモールの保持時間の 0.5 以上からメトカルバモールの保持時間までの範囲

メトクロプラミド標準品 メトクロプラミド（日局）。

メトロニダゾール標準品 メトロニダゾール（日局）。

メリナミド標準品

製法 リノール酸を加熱した尿素のメタノール溶液に加え、室温まで放冷する。これをろ過し、ろ液をとり、メタノールを留去し、残留物をトルエンに溶かし、水で洗った後、トルエンを留去して精製リノール酸を得る。精製リノール酸に α メチルベンジルアミン（含量：99 % 以上）を加え、加熱し、脱水縮合を行った後、酸及びアルカリ洗浄し、次いで減圧で蒸留（沸点：223 ~ 225 $^{\circ}$ C/4 ~ 5.3 Pa）を行う。本品は「メリナミド」の規格に適合するほか、次の規格に適合する。

屈折率 n_D^{20} ：1.507 ~ 1.509

ヨウ素価 131.0 ~ 133.0

酸 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.18 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

過酸化物質 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は 0.20 mL 以下である。

含量 99.0 % 以上。定量法 「メリナミド」の純度試験（7）の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、面積百分率法によりメリナミドの量を求める。

6 メルカプトプリンリボシド標準品 「6 メルカプトプリンリボシド」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「6 メルカプトプリンリボシド」を精製水で再結晶を 3 回繰り返して行い、105 $^{\circ}$ C で（減圧）1 時間乾燥し、更に乳鉢で粉砕し 105 $^{\circ}$ C で（減圧）3 時間乾燥して製する。

融点 208 ~ 212 $^{\circ}$ C（分解）。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$ ：-69.0 ~ -71.0 $^{\circ}$

重金属 10 ppm 以下。

類縁物質 「6 メルカプトプリンリボシド」の類縁物質の項に準じて薄層クロマトグラフ法を行うとき、単一のスポットを認める。ただし、30 μ g をスポットする。

乾燥減量 0.05 % 以下（1 g、105 $^{\circ}$ C、減圧、3 時間）。

強熱残分 0.005 % 以下（2 g）。

ヨウ化オキサピウム標準品 ヨウ化オキサピウム（日局）を 2 プロパノールで再結晶し、105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、次の規格に適合するもの。

類縁物質 本品 0.050 g をとり、水/アセトニトリル混液（1：1）に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液（1：1）を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のオキサピウム以外のピークの合計面積は、標準溶液のオキサピウムのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は「ヨウ化オキサピウム錠」の定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 50 μL から得たオキサピウムのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲: ヨウ素イオンのピークの後からオキサピウムの保持時間の約 6 倍の範囲

酪酸クロベタゾン標準品 「酪酸クロベタゾン」を次の方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「酪酸クロベタゾン」5 g をヘキサン/酢酸エチル混液 (3:2) 200 mL で再結晶し, 乾燥 (減圧, 60 $^{\circ}\text{C}$, 酸化リン (V), 3 時間) する。

類縁物質 本品を乾燥し, その 0.025 g をとり, エタノール (95) 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき, 試料溶液の酪酸クロベタゾン以外のピークの合計面積は標準溶液の酪酸クロベタゾンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 241 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 60 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 水/エタノール (95) 混液 (3:2)

流量: 酪酸クロベタゾンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 酪酸クロベタゾン及び吉草酸ベタメタゾン (日局) をそれぞれ 0.01 g ずつ量り, エタノール (95) に溶かし 100 mL とする。この液 10 μL につき上記の条件で操作するとき吉草酸ベタメタゾン, 酪酸クロベタゾンの順に溶出し, その分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 20 μL から得た酪酸クロベタゾンのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後から酪酸クロベタゾンの保持時間の約 3 倍の範囲

酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン標準品 「酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 「酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン」をエタノール (99.5) に溶解し, 水に分散させて精製する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 1752 cm^{-1} , 1732 cm^{-1} , 1657 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} , 1184 cm^{-1} 及び 1053 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (242 nm): 333 ~ 345 (乾燥後, 0.01 g, メタノール, 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +65.5 ~ +70.5 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, 1 mL)

ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 120 ~ 124 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をとり, ジクロロメタンに溶かし, 正確に 10 mL とした液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。この液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (4:3:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 淡紫色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 50 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

ラニムスチン標準品 「ラニムスチン」を次に示す方法で精製したもので, 次の規格に適合するもの。

精製法 本操作はできるだけ光を避け, 遮光した容器を用いて行う。「ラニムスチン」10 g をエタノール (99.5) 100 mL に 50 ~ 60 $^{\circ}\text{C}$ に加温して溶かす。熱時ろ過し, ろ液を 5 $^{\circ}\text{C}$ 以下で 3 時間放置した後, 析出した結晶をろ取り, エタノール (99.5) で洗浄する。同様の操作を行い, 再結晶し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, 乾燥用塩化カルシウム) で 24 時間乾燥する。

類縁物質 本操作はできるだけ光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸 (100)/メタノール/水混液 (20:10:5:3) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにバナジン酸アンモニウム・硫酸溶液 (1:200) を均等に噴霧した後, 120 $^{\circ}\text{C}$ で 5 ~ 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

リゾチーム標準品 国立医薬品食品衛生研究所標準品

リノール酸メチル標準品 $\text{C}_{19}\text{H}_{34}\text{O}_2$: 294.47

性状 本品は無色~淡黄色澄明な油状の液で, わずかに特異なにおいがある。

本品はアセトン, ジエチルエーテル, クロロホルム又は植物油と混和する。

本品はエタノール (95) に溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

屈折率 n_D^{20} : 1.460 ~ 1.470

比重 d_4^{20} : 0.875 ~ 0.895

酸価 1.0 以下

ヨウ素価 165 ~ 180

類縁物質 本品約 0.10 g を精密に量り, クロロホルムを加えて溶かし, 正確に 100 mL とした液 2 μL につき, 「リノール酸カルシウム」の定量法 (1) の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき, リノール酸メチルのピーク以外のピークを認めない。

リマプロスト標準品 $\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{O}_5$ 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は *N,N* ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく,

エタノール (99.5) に溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2910 cm^{-1} , 1738 cm^{-1} , 1690 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} 及び 965 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

類縁物質 本品 3 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、「リマプロスト アルファデクス」の類縁物質の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得たリマプロスト以外のピークの合計面積は、標準溶液から得たピーク面積より大きくない。

含量 99.0 % 以上。 **定量法** 本品約 0.05 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、窒素気流中で 0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.02 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 7.610 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{O}_5$

貯法 気密容器で遮光して、 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下に保存する。

***d* リモネン標準品** 「*d* リモネン」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「*d* リモネン」をとり、硬質ガラス製の精密分留装置を用いて減圧下窒素気流中で精密分留 (還流比 20 : 1, 沸点 $73\text{ }^{\circ}\text{C}$ (3.2 kPa)) し、これを 3 回繰り返す。

含量 本品は定量するとき、「*d* リモネン ($\text{C}_{10}\text{H}_{16}$)」99.5 % 以上を含む。

屈折率 n_D^{20} : 1.472 ~ 1.473

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +121 ~ +125 $^{\circ}$

比重 d_4^{20} : 0.843 ~ 0.845

純度試験 本品 1.0 mL をアセトン 7 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1.0 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキササン/酢酸エチル混液 (17 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 10 分間入れ、放置するとき、*R_f* 値約 0.65 の褐色の主スポット以外のスポットを認めない。

定量法 本品 1.0 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。次に *d* リモネンのピーク面積及びそのほかの成分のピーク合計面積を自動積分法により測定し、*A_T* 及び *A* を求める。

$$d \text{ リモネン } (\text{C}_{10}\text{H}_{16}) \text{ の量 } (\%) = \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を酸処理及びシラン処理した 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 75 ~ 195 $^{\circ}\text{C}$

昇温速度: 毎分 4 $^{\circ}\text{C}$

注入口及び検出器温度: 250 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: *d* リモネンの保持時間が約 5 分になるように窒素の流量を調整する。

カラムの選定: 本品 0.4 g をシクロヘキサノールのアセトン溶液 (7 : 100) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、*d* リモネン、シクロヘキサノールの順に流出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度: 本品のアセトン溶液 (1 : 100) 1.0 μL につき測定したクロマトグラム *d* リモネンのピーク高さが記録紙のフルスケールの約 10 % の高さを示すように感度を調整する。

リン酸ピリドキサミン標準品 「リン酸ピリドキサミン」。ただし、定量するとき、リン酸ピリドキサミン ($\text{C}_8\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_5\text{P}$) 99.0 % 以上のもの。

リン酸ピリドキサール標準品 「リン酸ピリドキサール」を次に示す方法で精製したもので、次の規格に適合するもの。

精製法 「リン酸ピリドキサール」10 g に水 50 mL を加え、水酸化ナトリウム試液で pH 約 5 に調整して溶解した後、希塩酸を加えて pH 3.3 とし、10 $^{\circ}\text{C}$ 以下に冷却しながらかき混ぜ、析出した結晶をろ取する。この操作を 2 回以上繰り返す。ろ取した結晶を水 10 mL ずつで 3 回洗い、デシケーター (減圧, 酸化リン (V), 60 $^{\circ}\text{C}$) で 3 時間乾燥する。

性状 本品は微黄白色 ~ 微黄色の結晶性の粉末で、おおいではない。

赤外吸収スペクトル 本品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V), 60 $^{\circ}\text{C}$) で 3 時間乾燥し、その 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3420 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1550 cm^{-1} 及び 1150 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (388 nm): 205 ~ 209 (乾燥後, 4.5 mg, pH 6.8 リン酸塩緩衝液, 250 mL)。

レシナミン標準品 「レシナミン」を次に示す方法で精製したもので、次に適合するもの。

精製法 「レシナミン」1.0 g にメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 2 mL を加え、加温して溶かし、熱時ろ過する。ろ液にメタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、暗所で 2 時間放冷し、更に氷水中で 30 分間冷却し、析出した結晶をろ取し、少量のメタノールで洗う。同様の操作を行い、再結晶し、得られた結晶を 60 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥する。

性状 本品は白色 ~ 淡黄色の結晶性の粉末で、おおいではない。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (302 nm): 411 ~ 426 (3.0 mg, エタノール (95)/クロロホルム混液 (100 : 1), 200 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -90 ~ -97 $^{\circ}$ (0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

レピリナスト標準品 「レピリナスト」。ただし、乾燥したものを定量するとき、レピリナスト ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NO}_5$) 99.0 % 以上を含み、次の規格に適合するもの。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2960 cm^{-1} ,

1750 cm^{-1} , 1698 cm^{-1} , 1615 cm^{-1} , 1245 cm^{-1} 及び 1123 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 薄層クロマトグラフ法 「レピリナスト」の純度試験(2)の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 液体クロマトグラフ法 本品 0.010 g をアセトニトリル/水混液(7:3) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液(7:3)を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/水混液(7:3)を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、「レピリナスト」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のレピリナスト以外のピークの合計面積は、標準溶液のレピリナストのピーク面積より大きくない。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 3.5538 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NO}_5$

ロラゼパム標準品 ロラゼパム(日局)。ただし、乾燥したものを定量するとき、ロラゼパム($\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_2$) 99.0 % 以上を含むもの。

(2) 試薬・試液

(日局に記載されている名称と同じで、調製法の内容が異なる試薬を使用する場合には、その右肩に*を付した。)

アイコサノール、イコサノール $\text{CH}(\text{CH}_2)_9\text{OH}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、定量を妨害するピークを認めないもの。
融点 約 65 $^{\circ}\text{C}$

アジ化ナトリウム NaN_3 [K 9501, 特級]

アジ化ナトリウム・ヨウ素試液 アジ化ナトリウム 3 g に薄めた 0.5 mol/L ヨウ素試液(1/10)を加えて溶かし、100 mL とする。

亜硝酸試液 亜硝酸ナトリウム 0.2 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かす。用時製する。

亜硝酸ナトリウム試液* 亜硝酸ナトリウム 15 g に水を加えて溶かし 50 mL とする。空試験を行うとき、0.3 mL 以下の窒素を発生するように調整する。

亜硝酸ナトリウム・塩酸試液 亜硝酸ナトリウム 1 g に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とする。

アスパラギン L アスパラギン-水和物 を見よ。

L アスパラギン-水和物 $\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [K 8021, 特級]

DL アスパラギン酸 $\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$ 白色の結晶性粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

アスピリン懸濁液 アスピリン 15.0 g をカルメロースナトリウム(日局)溶液(1/100)に懸濁し、500 mL とする。

アセグラトン用薄層板 薄層板, アセグラトン用 を見よ。

アセチルアセトン・炭酸ナトリウム試液 アセチルアセトン 1.5 mL に炭酸ナトリウム試液を加えて 50 mL とする。

アセチル化剤 無水酢酸 1 容とピリジン 3 容とを混合して製する。用時製する。

N アセチル D グルコサミン $\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NO}_5$

窒素含量 5.9 ~ 6.5 % (窒素定量法による)。

融点 196 ~ 202 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +40 ~ +41 $^{\circ}$ (1 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

N アセチル L グルタミン酸, 薄層クロマトグラフ用

$\text{C}_7\text{H}_{11}\text{NO}_5$ 白色の結晶性の粉末で、水にやや溶けにくい。

融点 196 ~ 201 $^{\circ}\text{C}$

類縁物質 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かした液 5 μL につき、「アセグルタミドアルミニウム」の純度試験(5)を準用〔薄層板(A)〕し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.8 の位置に淡黄色の単一のスポットを示す。

N アセチル L チロジエチルエステル $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{NO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶性の粉末である。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +22.0 ~ +24.5 $^{\circ}$ (0.2 g, エタノール(95), 10 mL, 100 mm)。

融点 79 ~ 82 $^{\circ}\text{C}$

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/酢酸(100)混液(95:5:3)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。次に薄層板を 30 秒間ヨウ素蒸気中に放置するとき、単一のスポットを認める。

DL ϵ N アセチルリジン, 薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3$ 白色の粉末で、においはない。水に溶けやすく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。
融点 約 213 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

類縁物質 本品 0.010 g を、水 10 mL に溶かした液 5 μL につき、「アスピリン DL リジン」の純度試験(6)を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.6 の主スポット以外のスポットを認めない。

4 アセトアニシジド $\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$ 白色~帯紫白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおいがある。エタノール(95)、クロロホルム及びアセトニトリルに溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

融点 120 ~ 132 $^{\circ}\text{C}$

含量 98.0 % 以上。定量法 本品 0.10 g をとり、クロロホルム 5 mL を加えて溶かす。この液 2 μL につき、ガスクロマトグラフ法(面積百分率法)により次の条件で試験を行う。得られたガスクロマトグラムにつき自動積分法により、それぞれの成分のピーク面積を測定する。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリアルキレングリコールフタル酸エステルを酸及びシラン処理した 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 210 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 4 アセトアニシジドの保持時間が約 12 分になるように調整する。

測定範囲：溶媒ピークの流出した後，4 アセトアニジドの保持時間の 3 倍の範囲

アデニル酸 $C_{10}H_{14}N_5O_7P$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。

アデノシン 3',5' 環状リン酸 $C_{10}H_{12}N_5O_8P$ 白色の粉末である。

確認試験 本品の 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (1/100000) につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 257 ~ 262 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -56.0 ~ -62.0° (0.2 g, 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液, 10 mL, 100 mm)。

アデノシンーリン酸 $C_{10}H_{14}N_5O_7P \cdot H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味を有する。

モル吸光係数 本品約 0.023 g を精密に量り，pH 7.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする。この試料溶液について，層長 10 mm，波長 260 nm，水を対照液として紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定するとき，モル吸光係数は 14900 ~ 15900 である。

定量法 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」の定量法 (ii) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき，主ピークの保持時間は約 1 分，面積は全ピーク面積の 98 % 以上である。ただし濃度は 0.05 g/50 mL とする。

アデノシン二リン酸二ナトリウム $C_{10}H_{13}N_5O_{10}P_2Na_2 \cdot 2H_2O$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，わずかに酸味を有する。

モル吸光係数 本品約 0.033 g を精密に量り，pH 7.5 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする。この試料溶液について，層長 10 mm，波長 260 nm，水を対照液として紫外可視吸光度測定法により吸光度を測定するとき，モル吸光係数は 14900 ~ 15900 である。

定量法 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」の定量法 (ii) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき，主ピークの保持時間は約 3 分，面積は全ピーク面積の 95 % 以上である。ただし濃度は 0.1 g/50 mL とする。

アデノシン三リン酸二ナトリウム $C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O \pm H_2O$ 「アデノシン三リン酸二ナトリウム」。

p アニスアルデヒド試液 4 メトキシベンズアルデヒド試液を見よ。

アニリン・フタル酸試液 アニリン 0.91 mL 及びフタル酸 1.66 g に水飽和 1 ブタノール 100 mL を加えて溶かす。

亜ヒ酸ナトリウム $NaAsO_2$ [K 8046, メタ亜ヒ酸ナトリウム, 特級]

アポピンカミン $C_{21}H_{24}N_2O_2$ 白色 ~ 微黄色の結晶で，においはない。

確認試験 本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 0.7 mL に溶かし，テトラメチルシランを内標準として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき，1.0 付近に三重線のシグナルを，1.9 付近に多重線のシグナルを，3.9, 4.1 及び 6.1 付近に単一線のシグナルを示し，3.9, 4.1 及び 6.1 付近の各シグナルの面積強度比は，ほぼ 3 : 1 : 1 である。

アミドブラック 10 B $C_{22}H_{14}N_6Na_2O_6S_2$ 暗褐色の結晶性の粉末。

確認試験 本品の水溶液 (1/100000) につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 617 ~ 721 nm に吸収の極大を示す。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

アミドブラック 10 B 染色液 アミドブラック 10 B 0.5 g に酢酸 (100) 5 mL を加えて溶かし，水を加えて 100 mL とする。

アミド硫酸 $HOSO_2NH_2$ [K 8587, 特級]

2 アミノ 6 クロロトルエン C_7H_8ClN 無色の液体で，特異なにおいがある。メタノール，エタノール (95) 又はアセトンに溶けやすく，水に極めて溶けにくい。用時蒸留する。

沸点 86 ~ 87 °C/0.67 kPa

比重 d_{20}^{20} : 1.188 ~ 1.196

屈折率 n_D^{20} : 1.585 ~ 1.590

4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジルスルホンアミド，薄層クロマトグラフ用 $C_6H_8ClN_2O_2S_2$

精製法 4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジルスルホンアミド 3 g に水 300 mL を加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かす。これに活性炭 0.7 g を加え，熱時ろ過する。冷後，析出した結晶をろ取り，水 100 mL で洗い，105 °C で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 260 ~ 265 °C (分解)。

類縁物質 本品 0.025 g をとり，アセトン 10 mL を加えて溶かした液につき，「ベンチルヒドロクロロチアジド」の純度試験 (6) を準用し，試験を行うとき， R_f 約 0.4 の位置に単一のスポットを示す。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り，*n* ブチルアミン 60 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・4 メチル 2 ペンタノン液で滴定する (指示薬：マグネソン試液 3 滴)。ただし，滴定の終点は液の赤色が濃青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・4 メチル 2 ペンタノン液 1 mL = 14.286 mg $C_6H_8ClN_2O_2S_2$

4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル *m* ベンゼンジルスルホンアミド $C_7H_{10}ClN_3O_2S_2$ 白色 ~ 微黄色の針状結晶で，においはない。アセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール (95) に溶けにくく，クロロホルムに極めて溶けにくい。

融点 189 ~ 194 °C

確認試験 本品のメタノール溶液 (1/20000) の吸収スペクトルを測定するとき，波長 314 ~ 318 nm 及び 265 ~ 269 nm に吸収の極大を，波長 286 ~ 290 nm に吸収の極小を示す。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し，その約 0.30 g を精密に量り，*N,N* ジメチルホルムアミド 70 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。別に *N,N* ジメチルホルムアミド 70 mL に水 10 mL を加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する。

- 0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 29.976 mg $C_4H_{10}ClN_3O_4S_2$
- アミノ酸分析用塩酸 塩酸, アミノ酸分析用 を見よ。
アミノ酸用薄層板 薄層板, アミノ酸用 を見よ。
- N [(2S, 3R) 3 アミノ 2 ヒドロキシ 4 フェニルブタノイル]_D ロイシン $C_{16}H_{24}N_2O_4$ 次に示す方法で製造し, 次の規格に適合するもの。
製法 (2S, 3R) 3 アミノ 2 ヒドロキシ 4 フェニル酪酸をベンジルオキシカルボニル化し, 次いで D ロイシンベンジルエステルとウベニメクスの製造法に従い脱水縮合させ, N [(2S, 3R) 3 ベンジルオキシカルボニルアミノ 2 ヒドロキシ 4 フェニルブタノイル]_D ロイシンベンジルエステルを得る。これを還元して粗製物を得た後, 水から結晶化させて過し, 50 ~ 60 °C で減圧乾燥する。
性状 本品は白色の粉末である。
旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -2.0 ~ -4.0° (乾燥後, 0.1 g, 酢酸 (100), 10 mL, 100 mm)。
- 2 アミノピリジン $C_5H_6N_2$ 無色~ごくわずかに灰色を帯びた結晶で特異なおいがある。
融点 56 ~ 60 °C
純度試験 本品 0.050 g をとり, ジクロロメタン 20.0 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。試料溶液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板に, pH 6.0 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し, 熱風で 30 分間乾燥後, 105 °C で 1 時間乾燥する。この薄層板に試料溶液 20 μ L をスポットする。次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液 (35 : 15 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 単一のスポットを認める。
- DL アラニン $C_3H_7NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味はわずかに甘い。水に溶けやすく, エタノール (95) にほとんど溶けない。
融点 264 ~ 296 °C (分解)。
アリザリン $C_{14}H_8O_4$ 黄赤色の粉末, エタノール (95) にやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない。
乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。
強熱残分 5.0 % 以下 (1 g)。
アリザリン試液 アリザリン 0.5 g にエタノール (95) 100 mL を加え, 水浴上で 1 分間加温して溶かす。冷後, ろ過して使用する。
アリザリンレッド S・ジルコニル液 アリザリンレッド S 試液 10 mL に硝酸ジルコニル二水和物溶液 (1 : 200) 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 更に希塩酸 200 mL を加える。
亜硫酸リジン用薄層板 薄層板, 亜硫酸リジン用 を見よ。
アルカリ性過マンガン酸カリウム試液 過マンガン酸カリウム試液, アルカリ性 を見よ。
アルカリ性リン酸加水分解酵素 リン酸加水分解酵素, アルカリ性 を見よ。
アルカリ性リン酸加水分解酵素試液 リン酸加水分解酵素試液, アルカリ性 を見よ。
アルカリ銅試液* 硫酸銅 (II) 五水和物 15.0 g に水を加えて溶かし, 100 mL とし, A 液とする。無水炭酸ナトリウ
ム 25.0 g, 酒石酸ナトリウムカリウム四水和物 25.0 g, 炭酸水素ナトリウム 20.0 g 及び無水硫酸ナトリウム 200.0 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とし, B 液とする。A 液及び B 液を 3 : 50 の割合で, 用時, 混合して製する。
アルフツソン アリザリンコンプレキソン 1 mol とランタン 1 mol とのキレート化合物に緩衝剤としてフタル酸水素カリウムとヘキサミンを加えて紫色の水溶性粉末としたものである (ドータイト試薬)。
アルミナ薄層板 Aluminiumoxid G nach Stahl に 2 倍量の水を加えて約 20 秒間振り混ぜ, ガラス板上に層厚 250 μ m に展延し, 105 °C で 1 時間加熱し, デシケーター (シリカゲル) 中に放冷する。
安息香酸イソプロピル $C_9H_8COOCH(CH_3)_2$ 無色澄明の液で, メタノールと混和する。
屈折率 n_D^{20} : 1.490 ~ 1.498
比重 d_4^{20} : 1.010 ~ 1.018
類縁物質 本品 0.050 g をメタノールに溶かし, 正確に 100 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき, 「塩酸プロパフェノン」の純度試験 (3) 類縁物質の操作条件 1 に従い, 液体クロマトグラフ法により試験を行うとき, 溶媒ピーク付近に安息香酸のピークを認めても面積百分率法によりその量を求めるとき, 1.5 % 以下で, 他に本品及び溶媒以外のピークを認めない。ただし, 検出感度は試料溶液 10 μ L から得た安息香酸イソプロピルのピーク高さがフルスケールの約 90 % になるように調整する。
安息香酸ブチル $C_9H_8COOCH_2CH_2CH_2CH_3$ 本品のアセトニトリル溶液 (7 : 10000) につき, 「塩酸マニジピン」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき, マニジピンの保持時間付近にピークを認めない。
アントラセン $C_{14}H_{10}$ 紫色の蛍光を放つ無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で, ジエチルエーテルに溶けにくく, 水に溶けない。
融点 215 ~ 218 °C
アントラニル酸 $H_2NC_6H_4COOH$ [特級]
アンモニア試液* 1 mol/L アンモニア水 170 mL に水を加えて 1000 mL とする。
アンモニア試液, 0.1 mol/L アンモニア水 (28) 6.5 mL に水を加えて 1000 mL とする。
アンモニア・メタノール試液 アンモニア水 (28) 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とする。
イソニアジド試液* イソニアジド (日局) 0.38 g に塩酸 0.4 mL 及びメタノールを加えて溶かし, 500 mL とする。
- 3 イソブチル 1 メチルキサンチン $C_{10}H_{14}N_4O_2$ 白色~微黄色の鱗片状の結晶である。
3 イソブチル 1 メチルキサンチン液 3 イソブチル 1 メチルキサンチン 4.44 mg を 20 mL の 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地に溶かす。
イソプロピルベンゼン C_9H_{12} 無色の澄明な液で, エタノール (95), ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶け, 水にほとんど溶けない。
沸点 152 ~ 153 °C
- DL イソロイシン $C_6H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 水にやや溶けにくい。
融点 292 °C (分解)。

イノシトール myo イノシトール を見よ。

myo イノシトール $C_6H_{11}(OH)_5$ [K 8094:1994, 特級]

インジゴカルミン試液* インジゴカルミン 0.50 g を水 50 mL 及び硫酸 5 mL に溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とする。調製後 30 日間以内に用いる。

ウサギ血清 ウサギから血液を採血してフラスコにとり、血液を凝固させ、血清が分離するまで室温で放置する。分離した血清はガラス容器に入れ、 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ で凍結保存する。

2% ウサギ血清エチレンジアミン四酢酸含有リン酸緩衝食塩液 塩化ナトリウム 7.65 g, リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.936 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.589 g, エチレンジアミン四酢酸 18.6 g に水を 800 mL 加えて溶かし、アジ化ナトリウム 0.5 g を加える。この溶液に水を加えて 1000 mL とする。これを 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸試液を加え、pH 7.5 に調整した後、ウサギ血清を 20 mL 加える。

ウサギ免疫グロブリン G 分子量約 160000, 沈降定数 7 S の 易動度を持つ糖たん白で、2 本の L 鎖と 2 本の H 鎖がそれぞれ単一の S-S 結合で結ばれている。

ウサギ免疫グロブリン G 抗体 ウサギ免疫グロブリン G をヤギに免疫して抗血清を作製する。この抗血清を、エチレンジアミン四酢酸含有リン酸緩衝食塩液を加えて 3.5% 溶液としたマクロゴール 6000 (日局) を加えて、100 倍希釈する。

ウシ血清アルブミン加 pH 8.5 のトリス緩衝液 ウシ血清アルブミン試液 5.0 mL に pH 8.5 のトリス緩衝液を加え、正確に 100 mL とする。

ウシ血清アルブミン緩衝液 塩化ナトリウム 7.65 g, リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.936 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.589 g を水 1000 mL に溶かす。チメロサル 0.1 g を生理食塩液 100 mL に溶かす。エチレンジアミン四酢酸 700 mg を水 10 mL に溶かす。これらの液を混和し、これにウシ血清アルブミン 1.2 g を加えて溶かし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸試液を加え、pH 7.2 に調整し、 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ で 10 時間加温して不動化する。

0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液 ウシ血清アルブミン 0.1 g を酢酸ナトリウム三水和物溶液 (1:100) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液に 1 mol/L 塩酸試液を加え、pH 4.0 に調整する。

ウシ血清アルブミン含有胎盤性性腺刺激ホルモン溶液 ウシ血清アルブミン緩衝液 0.2 mL 中に「胎盤性性腺刺激ホルモン」6.67 胎盤性性腺刺激ホルモン単位を含む溶液とする。

0.1% ウシ血清アルブミン含有培地 ウシ血清アルブミン 1 g を精製下垂体性性腺刺激ホルモン培地 1000 mL に溶かし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸試液を加え、pH 7.4 に調整する。

1% ウシ血清アルブミン含有リン酸緩衝食塩液 ウシ血清アルブミン 10 g, 塩化ナトリウム 7.65 g, リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.936 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.589 g, アジ化ナトリウム 0.5 g を水に溶かし、1000 mL とし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸試液を加え、pH 7.4 に調整する。

ウシ血清アルブミン結晶 淡黄色の結晶性の粉末で、においは

ない。水に溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

水分 3.0% 以下 (容量滴定法, 直接滴定)。

窒素含量 15.0% 以上

ウシ血清アルブミン試液 ウシ血清アルブミン 0.2 g を pH 8.5 のトリス緩衝液 100 mL に溶かす。

ウロガストロン, 定量用 本品は淡褐色の小片で、におい及び味はない。本品は水に溶けやすく、エタノール (95), アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

性腺刺激ホルモンよう作用 本品を胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) の定量法を準用し、試験を行う。本品 1 mg の示す性腺刺激ホルモンよう作用は性腺刺激ホルモンとして胎盤性性腺刺激ホルモン 3 単位以下である。

乾燥減量 8% 以下 (0.2 g, 減圧, 酸化リン (V), 2 時間)。

強熱残分 3.0% 以下 (0.5 g)。

力価 乾燥した本品 0.4 mg は、次の方法で試験を行うとき、胃液分泌量を 70% 抑制する。体重約 180 g の健康なシロネズミを 10 匹 1 群とし、24 時間絶食、絶水の後、エーテル麻酔下で幽門結紮術を施行し、1 群には乾燥した本品の 0.4 mg を生理食塩液 0.5 mL に溶かした溶液を、また、他の 1 群には生理食塩液 0.5 mL をそれぞれ尾静脈に注射し、2 時間後に頸椎脱臼により安楽死させ、胃を摘出し、血液その他の不要物を分離し、胃内内容物を試験管にとり、遠心分離して不要物を除去し、胃液量を量る。得た胃液量を各々のシロネズミの体重 1 kg 当りに換算し、平均値を算出する。

エオシン試液 エオシン Y 0.5 g に水 100 mL を加えて溶かす。

エオシン Y 試液 エオシン Y 0.050 g に水 10 mL を加えて溶かす。

液状ユニバーサル BT 本品は、その 50 mL 中にエリオクロームブラック T 0.025 g, アンモニア試液 22.5 mL 及び有機アミン溶液 27.5 mL を含む。

液体クロマトグラフ用グアニン グアニン, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用シアノアルキル化シリカゲル シアノアルキル化シリカゲル, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用チミン チミン, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用メタノール メタノール, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用ラテックス型陰イオン交換樹脂 ラテックス型陰イオン交換樹脂, 液体クロマトグラフ用 を見よ。

エスクレチン $C_8H_8O_4$ 淡黄色の結晶性の粉末である。

純度試験 本品 0.05 g を水/メタノール/酢酸 (100) 混液 (70:30:1) に溶かし、50 mL とする。この液 20 μL につき、「エスクロシド」の純度試験 (3) 類縁物質の操作条件に従い、液体クロマトグラフ法により試験を行う。主ピークの保持時間の約 2 倍の範囲について、各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により、エスク

レチンの量を求めるとき、98.5 % 以上である。

エスシン、定量用 本品はトリテルペングリコシドの混合物で、その主配糖体は、3 [2 (D グリコピラノシド) 4 (D グルクロピラノシド) D グルクロピラノシド] 21 チグロイル 22 α アセチルプロトエスチゲニン (C₅₅H₈₆O₂₄) である。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

旋光度 [α]_D²⁰: 約 -24° (0.5 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

融点 約 210 °C (分解)。

確認試験 本品 0.01 g にメタノールを加えて溶かし、10 mL とした液を試料溶液とする。試料溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 プロパノール/酢酸エチル/水混液 (4:3:3) 及び 1 ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (6:3:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 2) を均等に噴霧した後、110 °C で 10 分間加熱するとき、R_f 値約 0.4 及び 0.3 に赤褐色のスポットを 1 個認める。

STANA N サクシニル L アラニル L アラニル L アラニン p ニトロアニリド を見よ。

N エチルマレイミド試液 N エチルマレイミド 0.080 g を pH 6.7 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム・四ホウ酸ナトリウム緩衝液 100 mL に溶かす。

エチレンジアミン四酢酸 C₁₀H₁₆N₂O₈ 白色の結晶性粉末で、水に溶けにくい。

融点 240 °C (分解)。

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 74.4 g 及び水酸化ナトリウム 10 g を水に溶かし、1000 mL とする。

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液, 0.2 mol/L を見よ。

エチレンジアミン四酢酸含有リン酸緩衝食塩液 塩化ナトリウム 7.65 g, リン酸二水素ナトリウム二水和物 0.936 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.589 g 及びエチレンジアミン四酢酸 18.6 g を水 800 mL に溶かし、更にアジ化ナトリウム 0.5 g を加えて溶かす。この液に水を加えて 1000 mL とし、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸試液を加え、pH 7.5 に調整する。

エチレンジアミン四酢酸マグネシウム試液 0.05 mol/L 塩化マグネシウム液に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液を加え、エリオクロムブラック T・塩化ナトリウムを指示薬として 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液を、液が青色を呈するまで加える。

2 エトキシエタノール C₂H₅OC₂H₄OH 無色澄明の液で、水、エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

屈折率 n_D²⁰: 1.404 ~ 1.409

比重 d₄²⁰: 0.929 ~ 0.933

7 エトキシ 3 フェニル 4H 1 ベンゾピラン 4 オン C₁₇H₁₄O₃ 白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ク

ロ口ホルム溶液 (1 10) につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内標準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき、1.4 ppm 付近に三重線のシグナルを、4.1 ppm 付近に四重線のシグナルを、6.8 ppm 付近及び 8.2 ppm 付近に二重線のシグナルを、7.0 ppm 付近に二重・二重線のシグナルを、7.3 ~ 7.7 ppm に多重線のシグナルを、また、7.9 ppm 付近に単一線のシグナルを示す。

エラストーゼ基質液 N サクシニル L アラニル L アラニル アラニン p ニトロアニリド 70.5 ± 1 mg を精密に量り、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液に溶かし、正確に 25 mL とし、遮光した容器に入れる。(用時調製: 6.25 mmol/L)

エラスチン ウシ項韧带から精製した淡黄色~黄褐色の粉末で、pH 8.8 の希バリッチュ緩衝液に不溶のもの。

エリスロ 1 (4 オキシシクロヘキシル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 C₁₇H₂₅NO₃ · HCl 白色~黄色の結晶である。

純度試験 本品 2.5 mg をメタノール 0.5 mL に溶かした液 10 μ L につき、塩酸リトドリン標準品の類縁物質の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行う。得られた薄層クロマトグラムを波長 530 nm でクロマトスキャナーを用いて各スポットの濃さを測定するとき、主スポットの濃さは全スポット濃度の 60 % 以上である。

エリスロ 1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 オキシシクロヘキシル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 C₁₇H₂₅NO₃ · HCl 白色の結晶性の粉末である。

融点 223 ~ 233 °C

純度試験 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μ L につき、塩酸リトドリン標準品の類縁物質の操作条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行う。得られた薄層クロマトグラムを波長 530 nm でクロマトスキャナーを用いて各スポットの濃さを測定するとき、主スポットの濃さは全スポット濃度の 85 % 以上である。

塩化アルミニウム (III) AlCl₃ [K 8115, 特級]

塩化カルシウム CaCl₂ [K 8123, 特級]

塩化カルシウム試液, 0.025 mol/L 塩化カルシウム二水和物 3.67 g に水を加えて溶かし、1000 mL とする。

塩化カルシウム試液, 塩基性 塩化カルシウム二水和物 1.85 g にアンモニア水 (28) 200 mL 及び水 200 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 500 mL とする。ソーダ石灰管を付けて保存する。

塩化カルシウム, 無水 塩化カルシウム を見よ。

塩化コブチシン C₁₀H₁₄ClNO₄ 黄色の結晶性の粉末である。

類縁物質 本品 1 mg を水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10 μ L につき、硫酸ベルベリンの類縁物質の操作条件に従い、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりコブチシンの量を求めるとき、95.0 % 以上である。ただし、検出感度は試料溶液のピーク高さがフルスケールの約 40 % になるように調整し、ピーク測定範囲は溶媒のピークの後からコブチシンの保持時間の約 2 倍の範囲とする。

塩化コリン* C₅H₁₄ClNO 白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに魚臭があり、吸湿性を有する。水及びエタノール

(99.5) に極めて溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

アンモニウム化合物 0.01 % 以下 (NH_4 として)。

重金属 0.002 % 以下 (Pb として)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 110 °C, 3 時間)。

塩化セチルピリジニウム $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 白色の粉末又は結晶で、わずかに特異なおいがある。

融点 80 ~ 84 °C

水分 4.5 ~ 5.5 % (容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)

含量 換算した脱水物に対し, 99 ~ 102 % を含む。

定量法 本品約 0.2 g を精密に 250 mL の共栓フラスコにとり, 水 75 mL を加えて溶かす。次にクロロホルム 10 mL, プロモフェノールブルー溶液 (1 : 2000) 0.4 mL 及び新たに製した炭酸水素ナトリウム溶液 (21 : 5000) 5 mL を加え, 0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液で滴定する。ただし, 滴定の終点は, 終点の近くでは 1 滴ごとに激しく振り混ぜ, クロロホルム層の青色が消える点とする。

0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 1 mL

= 6.800 mg $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN}$

この式から得た塩化セチルピリジニウムの数値及び水分で得た数値によって, 対応する脱水物に対する質量百分率 (%) に換算する。

塩化セチルピリジニウム試液 塩化セチルピリジニウム 2.5 g に 40 °C の水を加えて溶かし, 100 mL とする。

塩化第二鉄試液* 塩化鉄 (III) 試液* を見よ。

塩化第二鉄試液, カサンスラノール用 塩化鉄 (III) 試液, カサンスラノール用 を見よ。

塩化第二鉄・フェリシアン化カリウム・亜ヒ酸ナトリウム試液 塩化鉄 (III)・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム・亜ヒ酸ナトリウム試液 を見よ。

塩化第二鉄・フェリシアン化カリウム試液 塩化鉄 (III)・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 を見よ。

塩化鉄 (III) 試液* 塩化鉄 (III) 六水和物 0.075 g を薄めた酢酸 (100) (24 : 25) 50 mL に溶かし, 冷却しながら硫酸 50 mL を注意して加える。

塩化鉄 (III) 試液, カサンスラノール用 塩化鉄 (III) 六水和物 100 g を水に溶かし, 100 mL とする。

塩化鉄 (III)・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム・亜ヒ酸ナトリウム試液 A 液: 塩化鉄 (III) 六水和物 2.7 g を 7.3 g/dL 塩酸 100 mL に溶かす。冷所に保存する。B 液: ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 3.5 g を水 100 mL に溶かす。冷所に保存する。C 液: 亜ヒ酸ナトリウム 5.0 g を氷冷した水酸化ナトリウム試液 30 mL に溶かし, かき混ぜながら 7.3 g/dL 塩酸 65 mL を加える。使用前に A 液 5 容量, B 液 5 容量, C 液 1 容量を混ぜる。

塩化ナトリウム・酢酸原液, pH 5.4 塩化ナトリウム 8.77 g に 0.1 mol/L 酢酸緩衝液を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化ナトリウム・酢酸試液 pH 5.4 の塩化ナトリウム・酢酸原液 pH 5.4 100 mL に 0.15 mol/L 塩化ナトリウム溶液 100 mL を加えて混和する。

塩化ナトリウム試液, 0.15 mol/L 塩化ナトリウム 8.77 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化ナトリウム試液, 0.5 mol/L 塩化ナトリウム 29.2 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

塩化ナトリウム試液, 酸性 塩化ナトリウム飽和溶液 97.5 mL に硫酸 2.5 mL を加える。

塩化ナトリウム飽和溶液 塩化ナトリウム 160 g に水 400 mL を加え, 1 時間振り混ぜた後, 静置し, 上澄液を用いる。塩化パラジウム試液* 塩化パラジウム (II) 試液* を見よ。塩化パラジウム (II) 試液*, エピチオスタノール用 塩化パラジウム (II) 0.12 g に薄めた塩酸 (9 : 100) 2 mL を加え, 穏やかに加熱して溶かし, 冷後, 水を加えて 100 mL とする。

塩化パラジウム (II) 試液*, マレイン酸レボメプロマジン錠用 塩化パラジウム (II) 0.5 g を 0.25 mol/L 硫酸試液 500 mL に加熱して溶かし, 冷後, 0.25 mol/L 硫酸試液を加えて 1000 mL とする (0.05 %)。

塩化バリウム・ゼラチン試液 ゼラチン 1 g を 60 ~ 70 °C の温湯 100 mL に加え, 60 ~ 70 °C の水浴中で加温して溶かした後, 4 °C で一夜放置する。これを 25 °C で塩化バリウム二水和物 0.5 g を加えて溶かし, 4 °C で一夜放置する。

塩化 S・ベンジルチウロニウム ベンジルクロライド 126 g をエタノール (95) 200 mL に溶かし, チオ尿素 76 g を加え, 還流冷却器を付け, 90 分間加熱する。冷後, 析出する結晶をろ取り, エタノール (95) で洗い, エタノール (95) から再結晶する。

塩化ベンジルトリメチルアンモニウム $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{ClN}$

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を精密に量り, 水に溶かして 50 mL とし, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する。

0.1 mol/L 硝酸銀 1 mL = 18.569 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{ClN}$

塩基性塩化カルシウム試液 塩化カルシウム試液, 塩基性 を見よ。

塩酸, アミノ酸分析用 塩酸 47.2 mL に水を加えて 100 mL とする。

塩酸・エタノール試液* エタノール (99.5) 250 mL に塩酸 4 mL 及び水を加えて 500 mL とする。

塩酸・エタノール (95) 試液, 0.01 mol/L 塩酸 0.9 mL にエタノール (95) を加えて 1000 mL とする。

塩酸・エタノール試液, 1 mol/L 塩酸 90 mL にエタノール (95) を加えて 1000 mL とする。

塩酸 D ガラクトサミン $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_5 \cdot \text{HCl}$

窒素含量 6.33 ~ 6.67 % (窒素定量法による)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +94 ~ +97° (1 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

塩酸グアニジン $\text{CH}_5\text{N}_3 \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 水又はメタノールに溶けやすい。

融点 181 ~ 183 °C

純度試験 本品は, 「塩酸グアニンファシン」の純度試験 (5) の薄層クロマトグラフ用標準物質としての使用条件で, 測定の障害となるスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を 105 °C で 1 時間乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 水 10 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬: 1 % フルオレセインナトリウム溶液 3 滴)。同様の方法で空試験を

行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 9.553 mg $\text{CH}_3\text{N}_3 \cdot \text{HCl}$

塩酸グアニン $\text{C}_5\text{H}_7\text{N}_5\text{O} \cdot \text{HCl}$ 無色の結晶である。本品は水又はエタノール(95)に溶けやすい。

融点 184 °C

塩酸 2 クロロエチルアミン、薄層クロマトグラフ用 塩酸 2 クロロエチルアミン $\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶である。

純度試験 類縁物質 本品 0.15 g をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、「イホスファミド」の純度試験(5)を準用し、試験を行うとき、試料溶液から得た 2 クロロエチルアミンのスポット以外のスポットは、標準溶液から得た 2 クロロエチルアミンのスポットより濃くない。

塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 2.0 0.1 mol/L 塩酸試液 50.3 mL に薄めた酢酸ナトリウム試液(1 10)を加えて 90 mL とする。

塩酸試液, 0.005 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 10 mL に水を加えて 1000 mL とする。

Ⓘ 塩酸システイン試液 Ⓙ システイン塩酸塩試液 を見よ。

塩酸チラミン $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{NO} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末である。

融点 271 ~ 274 °C

塩酸 **p** トルエンスルホニル Ⓕ アルギニンメチルエステル

$\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_4\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末である。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -13.5 ~ -16.0°(0.2 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

融点 145 ~ 148 °C

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/酢酸(100)混液(4:1:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。次に薄層板を 30 秒間ヨウ素蒸気中に放置するとき、単一のスポットを認める。

塩酸 **N** (1 ナフチル)エチレンジアミン **N** 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 を見よ。

塩酸 **N** (1 ナフチル)エチレンジアミン試液 **N** 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩試液 を見よ。

塩酸ヒドロキシアニモニウム試液* 塩酸ヒドロキシアニモニウム 7.5 g を水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。

塩酸ヒドロキシアニモニウム試液, 中和 塩酸ヒドロキシアニモニウム 35 g を水 150 mL に溶かし, 2 プロパノールを加えて 1000 mL とする。この液にプロモフェノールブルーのエタノール(95)溶液(1 2500) 15 mL を加え, 青緑色になるまで 2 2 2, ニトロトリエタノール試液を加える。

塩酸ヒドロキシアニモニウム・メタノール試液 塩酸ヒドロキシアニモニウム 6.95 g をメタノールに溶かし, 100 mL とする。

塩酸 5 (1 ヒドロキシ 2 [(2 (O ヒドロキシフェノキシ) エチル] アミノ) エチル] 2 メチルベンゼンスルホンアミド $\text{C}_{17}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_5\text{S} \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶でメタノールにやや溶けにく

く、水に溶けにくく、エタノール(99.5)にほとんど溶けない。

融点 約 227 °C (分解)。

類縁物質 本品 0.010 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、「塩酸アモスラロール」の純度試験(2)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のピーク面積より大きくない。

塩酸ヒドロキシルアミン試液* 塩酸ヒドロキシアニモニウム試液* を見よ。

塩酸ヒドロキシルアミン・メタノール試液 塩酸ヒドロキシアニモニウム・メタノール試液 を見よ。

塩酸ピリドキサル $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$ 白色~微黄色の結晶である。

溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき、ほとんど澄明である。

塩酸 α フェニル 2 ピペリジン酢酸、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$ 白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。水、メタノールに溶けやすく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

融点 21.6 ~ 22.2 °C (分解)。

類縁物質 本品 0.010 g をとり、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かした液につき、「塩酸メチルフェニデート」の純度試験(4)の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、 R_f 約 0.45 の位置に単一のスポットを認める。

水分 0.5 % 以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

塩酸 **m** フェニレンジアミン $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$ 白色~微帯赤色の結晶性の粉末で、水に溶けやすく、エタノール(99.5)に溶ける。光により赤色~褐色となる。溶液が着色したときは、使用前少量の活性炭を加え、振り混ぜて脱色する。

溶状 本品 0.5 g を水 200 mL に溶かすとき、液はほとんど無色澄明である。

強熱残分 0.1 % 以下(1 g)。

鋭敏度 本品 10 mg を水 10 mL に溶かし, A 液とする。亜硝酸ナトリウム 15 mg を水 100 mL に溶かし, B 液とする。水 50 mL に B 液 0.5 mL を加えて混和し, それに A 液 0.5 mL と塩酸 3 mL を加えて振り混ぜる。10 分間放置した後, 液は明らかな黄色を呈する。

塩酸 **m** フェニレンジアミン溶液 塩酸 **m** フェニレンジアミン 1 g 及びシュウ酸二水和物 1 g を水 35 mL に溶かし, 必要ならばろ過する。用時製する。

塩酸プロプラノロール 塩酸プロプラノロール(日局)。

塩酸・メタノール試液, 0.01 mol/L 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする。

塩酸・メタノール試液, 0.1 mol/L 塩酸 9 mL にメタノールを加えて 1000 mL とする。

黄色酸化水銀(II) 酸化水銀(II), 黄色 を見よ。

p オキシ安息香酸 **n** アミル $\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ 無色透明で粘稠な液体又は白色の塊である。

純度試験 本品 0.3 g をエタノール(95) 100 mL に溶

かす。この液 5 mL にエタノール (95) を加えて 50 mL とした液 10 μL につき、「ロラゼパム錠」の定量法を準用して試験を行うとき、単一のピークを示すか、又は他のピークを認めてもロラゼパムのピークと重ならない。

5 オキシ 10 メチル 2 フェノチアジニル酢酸、薄層クロマトグラフ用 C₁₅H₁₃NO₅S 淡黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品を減圧、0.67 kPa 以下、酸化リン (V) で 4 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2900 cm⁻¹, 1723 cm⁻¹, 1591 cm⁻¹, 1469 cm⁻¹, 1189 cm⁻¹, 973 cm⁻¹, 759 cm⁻¹, 及び 668 cm⁻¹, に吸収を認める。

吸光度 E_{1%¹cm}^{238 nm}: 1070 ~ 1110 (0.05 g, エタノール (95), 10000 mL)。

融点 239 ~ 241 °C

類縁物質 本品 5 mg をアセトン 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μL 薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調整した薄層板にスポットする。次にベンゼン/酢酸エチル/ギ酸混液 (14 : 5 : 1) を展開溶媒として 15 cm 展開した後、薄層板を風乾して用いる。これに過塩素酸溶液 (1 : 2) を均等に噴霧し、110 °C で加熱するとき、スポットは赤色を呈し、単一である。

オクタデシルシリル化シリカゲル、薄層クロマトグラフ用 薄層クロマトグラフ用に製造したもの。

n オクチルベンゼン C₁₄H₂₂ 無色澄明の液で、本品のメタノール溶液 (1 : 500) 10 μL につき、「エピチオスタノール」の定量法を準用し、試験を行うとき、定量の障害となるピークを示さないもの。

沸点 263 ~ 265 °C

精製法 減圧蒸留により精製する。

オリブ油乳化液 ポリビニルアルコール試液*/オリブ油混液 (3 : 1) 200 ~ 300 mL を乳化機の 500 mL 用容器に入れ、10 °C 以下に冷却しながら、毎分 12000 ~ 16000 回転で 10 分間乳化する。乳化液は乳化後 1 時間冷所に放置し、油層が分離しないことを確かめた後、使用する。

オルシン試液 オルシン 0.1 g を 30 % 塩酸 40 mL に溶かす。この液に塩化鉄 (III) 試液 0.3 mL を加えて振り混ぜ、更に 30 % 塩酸を加えて全量を 50 mL とする。用時製する。

オルト過ヨウ素酸 H₂O₆。〔K 8248 : 1994, オルト過ヨウ素酸, 特級〕

オルト過ヨウ素酸試液 オルト過ヨウ素酸 11 g を水 400 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて、1000 mL とする。

過塩素酸第二鉄試液 過塩素酸鉄 (III) 試液 を見よ。

過塩素酸第二鉄試液, 希 過塩素酸鉄 (III) 試液, 希 を見よ。

過塩素酸鉄 (III) 試液 過塩素酸鉄 (III) 六水和物 11.56 g を水に溶かし、100 mL とする (0.25 mol/L)。

過塩素酸鉄 (III) 試液, 希 過塩素酸鉄 (III) 試液 2.0 mL をとり、氷冷しながら過塩素酸 8.6 mL を加え、更にエタノール (95) を加えて 50 mL とする。用時製する。

ガスクロマトグラフ用ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール、ガスクロマトグラフ用 を見よ。

ガスクロマトグラフ用ポリアルキレングリコール ポリアルキ

レングリコール、ガスクロマトグラフ用 を見よ。

ガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 1000 ポリエチレングリコール 1000、ガスクロマトグラフ用 を見よ。

ガスクロマトグラフ用ポリメチルシロキサン ポリメチルシロキサン、ガスクロマトグラフ用 を見よ。

カゼイン試験用液状培地

カゼイン製ペプトン	10 g
酵母エキス	10 g
硫酸アンモニウム	5 g
L システイン塩酸塩一水和物	0.3 g
リン酸水素二カリウム	2 g
リン酸二水素カリウム	1 g
乳糖	10 g
グルタチオン (還元型)	0.2 g
精製水	1000 mL

pH 6.9 ~ 7.1

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

カゼイン試験用カンテン培地

カゼイン製ペプトン	10 g
肉エキス	5 g
酵母エキス	3 g
酢酸ナトリウム三水和物	10 g
ブドウ糖	10 g
ポリソルベート 80	1 g
トマトジュースろ液	300 mL
カンテン	15 g
精製水	700 mL

pH 6.5 ~ 6.7

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

カゼイン試液 あらかじめ乳製カゼインを粉末とし、60 °C、減圧 (0.67 kPa 以下) で 3 時間乾燥し、乾燥減量を測定する。この値から換算して、乾燥物として 1.20 g に対応する乳製カゼインを正確に量り、四ホウ酸ナトリウム十水和物溶液 (19 : 1000) 160 mL を加え、水浴中で加熱して溶かす。冷後、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を正確に 9.0 に調整した後、pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とする。37 ± 0.5 °C に加温して用いる。用時製する。

カゼイン試液, pH 8.0 あらかじめ乳製カゼイン約 1 g を精密に量り、105 °C で 4 時間乾燥し、減量を測定する。乾燥物として 1.20 g に対応する乳製カゼインを量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え、65 ~ 70 °C で 15 分間加熱して溶かす。冷後、水酸化ナトリウム試液を加えて pH を 8.0 に調整した後、水を加えて 200 mL とする。

カドミウム末 灰色の粉末である。水に溶けないが、希硝酸に溶ける。

比重 8.648 ~ 8.652

融点 320 ~ 322 °C

沸点 764 ~ 768 °C

カードラン (C₈H₁₀O₅)_n 直鎖 (分岐を含まない) 1,3 グルカンで、白色の粉末である。

重合度 n 500

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +30.0 ~ +35.0° (乾燥後, 1 g, 希水酸化ナトリウム試液, 100 mL, 100 mm).

カプリル酸 $\text{CH}_2(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$ 無色澄明の油状液体で, わずかに不快なおいがある. 水に極めて溶けにくく, エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすい.

屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.430

比重 d_4^{20} : 0.908 ~ 0.912

蒸留試験 238 ~ 242 °C, 95 % 以上

過マンガン酸カリウム液, 0.0005 mol/L 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とする. 用時製する.

過マンガン酸カリウム試液, アルカリ性 過マンガン酸カリウム 50 g 及び水酸化ナトリウム 25 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

過ヨウ素酸 オルト過ヨウ素酸 を見よ.

過ヨウ素酸試液 オルト過ヨウ素酸試液 を見よ.

過ヨウ素酸ナトリウム NaIO_4 [K 8256, 過よう素酸ナトリウム, 特級]

過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム 10.7 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする. (0.05 mol/L).

ガラス繊維ろ紙 ホウケイ酸ガラスを用いて製し, 厚さ約 0.26 mm, 孔径 1.6 μm 以下のもの.

カラム選定用 3 クロロ 3 デオキシチミジン 3 クロロ 3 デオキシチミジン, カラム選定用 を見よ.

カルバゾール $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2$ 白色~類白色の葉状若しくは板状の結晶又は結晶性の粉末で, ピリジン又はアセトンに溶けやすく, エタノール (99.5) にわずかに溶け, 水に溶けない. 本品を熱すると, 容易に昇華する.

融点 243 ~ 245 °C

溶状 本品 0.5 g にエタノール (99.5) 20 mL を加え, 加温して溶かした液は澄明である.

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g).

カルバゾール試液 カルバゾール 0.125 g をエタノール (99.5) に溶かし, 100 mL とする.

カルボキシメチルフラボンオキシアセテート, 薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_7$ 白色の結晶性の粉末で, クロロホルムに溶けやすい.

融点 117 ~ 122 °C

類縁物質 本品 2.0 mg をとり, クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かした液につき, 「エフロキサート」の純度試験 (4) を準用し, 試験を行うとき, R_f 約 0.45 の位置に単一のスポットを示す.

カルボキシメチルセルロース 本品は白色~微黄色の粉末で, エーテル結合カルボキシメチルを官能基にもつ, 弱酸性の陽イオン交換セルロースである. 例えばワットマン CM 23 又はこれと同等の作用を有するもの.

肝臓エキス末 ウシ肝臓をペプシンで消化した後, ろ過して濃縮乾燥した淡褐色の粉末である.

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 85 °C, 1 時間).

乾燥人血漿 人の血液から適当な方法で血漿を分離し, 凍結乾燥したものである.

本品は淡黄色の無晶形の物質で, クエン酸一水和物以外の防腐剤及びその他の薬剤は全く含まない.

肝臓抽出液, ウシ ウシ肝臓末 10 g に水 170 mL を加え, 50 ~ 60 °C で 1 時間加温して浸出させる. 更に 100 °C で数分間加熱した後, 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 7.2 に調整し, ろ過する.

肝臓浸出液, ブタ 新鮮なブタの肝臓の質量を量り, 約 1 cm 角に切り, 籠に入れ, 一夜流水中にさらす. ブタの肝臓 1 g (細断前の質量) に対し, 水 2 mL の割合で加え, 120 °C で 30 分間浸出する. 室温に一夜放置し, 上清をろ過して使用する.

肝臓末, ウシ 本品はウシの肝臓を脱脂し, 乾燥したものである.

性状 本品は褐色の粉末で, 特異なおい及び味がある.

本品は水又はエタノール (95) に一部溶ける.

乾燥減量 4.0 % 以下 (1 g, 60 °C, 4 時間).

灰分 7 % 以下 (0.5 g).

カンテングル カンテン 1.0 g に pH 8.5 のホウ酸・ホウ酸ナトリウム緩衝液 100 mL 及びアジ化ナトリウム 10 mg を加え, 加温して溶かす. この液 11 mL を直径 90 mm のプラスチック製シャーレに流し込み凝固する.

ガンマー (パラニトロベンジル) ピリジン $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{NO}_2$

ギ酸エチル $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$ 無色澄明の液である.

比重 d_4^{20} : 0.914 ~ 0.921

水分 0.7 % 以下 (容量滴定法, 直接滴定).

含量 92.0 % 以上.

キサントシン $\text{C}_8\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2$ 本品は白色の鱗片状の結晶で, 水にはほとんど溶けない. 鉱酸に溶ける.

150 °C 以上で溶融せずに一部昇華しながら分解する.

ギ酸ナトリウム HCOONa [K 8267, ギ酸ナトリウム, 特級]

ギ酸ナトリウム試液 ギ酸ナトリウム 5 g 及び水酸化ナトリウム 6 g を水 100 mL に溶かす.

基質液, 塩化リゾチーム用 *Micrococcus lysodeikticus* の乾燥菌体適量に pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて振り混ぜ, 懸濁した後, 波長 640 nm における透過率が 10 % となるように, 更に基質又は pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加える. ただし, 基質のロットが変わったときは, 毎回標準品について検量曲線を作成し, 直線部分の最適濃度を使用する. 通例, 濃度範囲 0.2 ~ 0.6 μg (力価) / mL で直線部分を認める. 基質液, プロメライン用 ハンマーステン法により精製した乳製カゼイン 0.6 g を 0.05 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 80 mL に懸濁し, 65 °C で 20 分間加温して溶かす. 冷後, 1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を 7.0 に調整し, 水を加えて正確に 100 mL とする. 用時製する.

希パリッチュ緩衝液, pH 8.8 パリッチュ緩衝液, 希, pH 8.8 を見よ.

キモトリプシン試液 「キモトリプシン」0.30 g に 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし 100 mL とする.

牛肉・肝臓抽出液 脂肪や筋膜などを除いたウシの肉 500 g 及びウシの肝臓 500 g を細かく砕いた後, 水 2000 mL を加える. 約 55 °C で 2 時間時々かき混ぜながら加温浸出し, 数分間煮沸した後, ろ過する. pH を 4.0 ~ 4.2 に調整して再び数分間煮沸し, ろ過した後, 更に pH を 7.0 に調整し, ろ過する.

強塩基性イオン交換樹脂カラム 強塩基性イオン交換樹脂

Dowex 1 × 4 (Cl 型, 100 ~ 200 メッシュ) に水を加えて傾斜洗浄した後, 水と共にクロマト用ガラス管 (内径 10 mm) に流し込み, 層長約 3 cm とし, 希塩酸 25 mL ずつで 2 回カラムを通過させた後, 通過液が中性となるまで水で洗浄し, 層長 2 cm になるように調製して使用する.

強塩基性イオン交換樹脂, カラムクロマトグラフ用 カラムクロマトグラフ用に製造したもの.

銀ジアミンクロリド試液 硝酸銀 6.8 g を水 120 mL に溶かし, 振り混ぜながら塩酸 4 mL を滴加し, 沈殿をガラスろ過器 (G 4) でろ取し, 残留物は洗液が青色リトマス紙が赤変しなくなるまで水洗する. 残留物をアンモニア水 (28) 72 mL に溶かし, 水を加えて正確に 100 mL とする. 用時製する.

グアニン, 液体クロマトグラフ用 $C_5H_5N_5O$ 白色 ~ 微黄白色の粉末である.

吸光度 本品約 0.01 g を精密に量り, 希水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし, 1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とする. この液につき, 紫外可視吸光度測定法により 248 nm 及び 273 nm における吸光度を測定するとき, 比吸光度はそれぞれ 710 ~ 770 及び 460 ~ 500 である.

乾燥減量 1.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 4 時間).

クエン酸一カリウム $C_6H_7KO_7$ 白色の結晶性の粉末で, 水に溶ける.

溶状 本品 1 g を水 20 mL に溶かすとき, 液の混濁は, 塩化物標準液 1.2 mL に水を加えて 20 mL とした液に, 薄めた硝酸 (1 3) 1 mL, デキストリン溶液 (1 50) 0.2 mL 及び硝酸銀溶液 (1 50) 1 mL を加えて混和し, 15 分間放置した液の混濁より濃くない.

pH 本品の水溶液 (1 20) の pH は 3.4 ~ 4.0 である.

塩化物 0.005 % 以下.

重金属 本品 2.0 g を白金るつばにとり, 徐々に加熱した後, 600 ~ 700 °C で強熱して灰化する. 残留物に水 7.5 mL 及び薄めた塩酸 (2 3) 4 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固する. 残留物に水 10 mL を加えてよくかき混ぜて溶かす. 必要ならばろ過し, ろ液に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 4.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.002 % 以下).

鉄 本品 2.0 g を白金るつばにとり, 徐々に加熱した後, 600 ~ 700 °C で強熱して灰化する. 残留物に水 7.5 mL 及び薄めた塩酸 (2 3) 4 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固する. これに水 5 mL を加えてよくかき混ぜ, 必要ならばろ過する. 残留物を水少量で洗い込み, 更に水を加えて 10 mL とする. この液 5 mL をとり, 水 10 mL, 薄めた塩酸 (2 3) 1 mL 及び塩酸ヒドロキシアモンニウム溶液 (1 10) 1 mL を加え, 約 5 分間放置する. 次に酢酸アンモニウム溶液 (1 4) 5 mL, 1,10 フェナントロリン一水和物溶液 (1 500) 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし, 検液とする. 比較液は, 薄めた塩酸 (2 3) 2 mL を水浴上で蒸発乾固し, 鉄標準液 2.0 mL 及び水 10 mL を加え, 以下検液と同様に操作する. 検液及び比較液を 20 ~ 35 °C で 15 分間放置するとき, 検液の呈するだいたい赤色は比較

液より濃くない (0.002 % 以下).

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品約 0.2 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 9.25 になるまで滴定する. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 11.511 mg $C_6H_7KO_7$

クエン酸一カリウム・クエン酸緩衝液, 0.2 mol/L, pH 2.5
クエン酸一カリウム 23.0 g を水 500 mL に溶かした液に, クエン酸一水和物 21.0 g を水 500 mL に溶かした液を加え, pH 2.5 に調整する.

クエン酸・塩酸緩衝液, pH 2.0 クエン酸一水和物 6.30 g 及び水酸化ナトリウム 2.44 g を水に溶かし, 希塩酸 25 mL を加え, 更に水を加えて 1000 mL とする.

クエン酸緩衝液, pH 2.2 クエン酸三ナトリウム二水和物 19.7 g を水 400 mL に溶かし, 塩酸 16.5 mL, カプリル酸 0.1 mL, チオジグリコール 20 mL 及び水を加えて 1000 mL とする. この液にポリオキシエチレンラウリルエーテル溶液 (1 4) 4 mL を加えてよく混和し, pH 2.2 に調整する.

クエン酸緩衝液, pH 6.0 クエン酸 2.1 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 水酸化ナトリウム試液を加え, pH 6.0 に調整する.

クエン酸ナトリウム緩衝液, pH 3.5 クエン酸ナトリウム 2.94 g を水 800 mL に溶かし, 希塩酸を加え, pH 3.5 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

クエン酸三ナトリウム試液 クエン酸三ナトリウム二水和物 29.4 g を水に溶かし, 100 mL とする (1 mol/L).

クエン酸タモキシフェン, 薄層クロマトグラフ用 $C_{26}H_{28}NO \cdot C_6H_5O_7$ 白色の結晶性の粉末である.

確認試験 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法のペーパースト法により測定するとき, 波数 1728 cm^{-1} , 1582 cm^{-1} , 1218 cm^{-1} 及び 701 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にトルエン/トリエチルアミン混液 (9:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 単一のスポットを認める.

クエン酸ナトリウム試液 クエン酸三ナトリウム試液 を見よ.
クエン酸・リン酸塩緩衝液 リン酸水素二ナトリウム 28.4 g を水に溶かし, 1000 mL とした液に, クエン酸一水和物 21.0 g を水に溶かし, 1000 mL とした液を加え, pH 7.0 になるまで加える.

クエン酸・リン酸塩緩衝液, pH 2.4 クエン酸一水和物 39.5 g をリン酸水素二ナトリウム試液 24 mL 及び水 1000 mL に溶かし, この液に希水酸化ナトリウム試液を滴加して pH 2.4 ± 0.1 に調整し, 水を加えて 2000 mL とする.

グリース試液

A液: スルファニル酸 1 g を酢酸 (31) に溶かし, 100 mL とする.

B液: α ナフチルアミン 0.1 g を酢酸 (31) に溶かし, 100

mL とする。

用時、両液の等容量を正確に量り、混和する。

exo 13 グルカナーゼ *Basidiomyces* QM 806 が生産する D 13 グルコシド結合分解酵素をケイソウ土に固定化させたもので、淡黄色の粉末である。

含量 1 mg 中 0.5 単位以上。

定量法

(1) 検量線 ブドウ糖をデシケーター(減圧,酸化リン(V))で16時間乾燥し,その約0.01gを精密に量り,水を加えて溶かし,正確に100mLとする。この液0mL,1mL,2mL,5mL及び10mLを正確に量り,それぞれに水を加えて正確に20mLとし,ブドウ糖標準液とする。共栓付試験管5本にブドウ糖標準液を別々に1mLずつ正確に入れ,それぞれに水1mL及び銅試薬2mLを正確に加えてよく振り混ぜた後,水浴中で30分間加熱する。冷後,それぞれにネルソン試薬2mLを正確に加えてよく振り混ぜ,室温で15分間放置し,更によく振り混ぜて気泡を除去し,この液につき,紫外可視吸光度測定法により,波長660nmにおける吸光度を測定する。縦軸に吸光度,横軸にブドウ糖の量(μg)を目盛り,検量線を作成する。

(2) 操作法 カードラン0.20gを正確に量り,pH4.0のMcIlvaine緩衝液20mLを正確に加えて懸濁し, 40 ± 1 ℃で10分間放置する。この液に本品0.020gを正確に加えて直ちに振り混ぜ,再び 40 ± 1 ℃に保つ。本品を加えてから正確に20分後,トリクロロ酢酸溶液(9/125)15mLを正確に加えて振り混ぜ,更に 40 ± 1 ℃で30分間放置した後,ガラスろ過器(G4)でろ過する。ろ液1mLを正確に量り,水を加えて正確に250mLとする。この液1mLを共栓付試験管に正確に入れ,水1mL及び銅試薬2mLを正確に加えてよく振り混ぜた後,水浴中で30分間加熱する。冷後,ネルソン試薬2mLを正確に加えてよく振り混ぜ,室温で15分間放置し,更によく振り混ぜて気泡を除去し,試料溶液とする。別に,カードラン0.20gを正確に量り,pH4.0のMcIlvaine緩衝液20mLを正確に加えて懸濁し, 40 ± 1 ℃で10分間放置する。この液にトリクロロ酢酸溶液(9/125)15mLを正確に加えて振り混ぜ,次に本品0.020gを正確に加えて直ちに振り混ぜ,再び 40 ± 1 ℃で30分間放置した後,ガラスろ過器(G4)でろ過し,以下試料溶液の調製法と同様に操作して得た液を空試験液とする。試料溶液及び空試験液につき,紫外可視吸光度測定法により,波長660nmにおける吸光度 A_T 及び A_0 を測定する。検量線から(A_T/A_0)値に相当するブドウ糖量を算出する。

(3) 計算法 上記の方法で,反応液中1分間に1 $\mu\text{mol/L}$ のブドウ糖を生成した際の酵素活性を1単位とする。

グルクロノラクトン $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ 薄めた1Aジオキサン(7/10)から2回再結晶する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

融点 $172 \sim 174$ °C

D グルクロノラクトン $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ 白色の結晶又は結晶性の粉

末である。においはなく,味はわずかに苦い。水に溶けやすく,エタノール(95)に溶けにくく,クロロホルムにほとんど溶けない。

水分 0.3%以下(容量滴定法,直接滴定)。

塩化物 0.01%以下(塩化物試験法による)。

硫酸塩 0.005%以下(硫酸塩試験法による)。

鉄 0.001%以下(原子吸光光度法による)。

銅 0.001%以下(原子吸光光度法による)。

鉛 0.001%以下(原子吸光光度法による)。

グルタチオン 「グルタチオン(還元型)」。

DL グルタミン酸 $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$ 白色の結晶で,水にやや溶けやすい。

融点 $225 \sim 227$ °C(分解)。

クロム酸バリウム BaCrO_4 黄色の粉末で,水にほとんど溶けない。

溶状 本品0.1gを水20mL及び塩酸3mLに溶かすとき,液はほとんど澄明である。

クロム酸バリウム試液 クロム酸バリウム2.5gに6mol/L酢酸試液10mL及び6mol/L塩酸試液4mLを加え,更に水を加えて200mLとし,よく振り混ぜる。ポリエチレン瓶に保存する。調製後,数日たってから使用する。

クロモトロボ酸試液* クロモトロボ酸0.025g及び酢酸ナトリウム三水和物20gを水/メタノール混液(1:1)50mLに溶かす。

p クロロベンゾフェノン p クロロベンゾフェノン を見よ。

p クロロベンゾフェノン $\text{C}_6\text{H}_4\text{COC}_6\text{H}_4\text{Cl}$ 白色の結晶性の粉末で,わずかに特異なにおいがある。ジエチルエーテルに溶けやすく,メタノールにやや溶けやすく,水にほとんど溶けない。

融点 $74 \sim 77$ °C

溶状 本品0.20gをメタノール10mLに溶かすとき,液は無色澄明である。

4 クロロアセトアニリド $\text{CH}_3\text{CONHC}_6\text{H}_4\text{Cl}$ 灰白色~微褐色の粉末又は結晶性の粉末である。

純度試験 本品のアセトニトリル溶液(1/1000)10mLにアセトニトリルを加えて100mLとする。この液10 μL につき,「硝酸イソソルビド徐放錠」の定量法の操作条件を準用して試験を行うとき,単一ピークを示すか,又は他のピークを認めても硝酸イソソルビドのピークと重ならない。

クロロギ酸イソブチル $\text{C}_5\text{H}_9\text{ClO}_2$ 刺激臭を有する無色の液体。

3 クロロ 3 デオキシチミジン,カラム選定用 $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_4\text{Cl}$ 白色の粉末である。

純度試験 本品0.01gを移動相100mLに溶かす。この液10 μL につき,「ジドブジン」の純度試験(2)の(ii)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき,保持時間約15分付近にはピークを認めない。

3 クロロ 1 2 プロパンジオール $\text{C}_3\text{H}_7\text{ClO}_2$ 無色澄明の粘稠な液体。

純度試験 本品0.1gをジエチルエーテル100mLに溶かす。この液1mLにジエチルエーテルを加えて10mLとする。この液5 μL につき,「イオヘキソール」の純度試験(7)の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき,主ピーク及び溶媒ピーク以外にピークを認めない。

血液,ウマ(又はヒツジ) 本品は健康なウマ(又はヒツジ)

の血液を無菌的に採取し、滅菌したガラス玉で脱繊維したものである。よく振り混ぜた後、用いる。2 ~ 6 ℃ に保存する。

ゲンチオビオース $C_{12}H_{22}O_{11}$ 白色の結晶性の粉末で、おおいはない。本品は水に溶けやすい。

融点 185 ~ 195 ℃

含量 95 % 以上。定量法 本品をデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 16 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖をデシケーター（減圧、酸化リン（V））で 16 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL、5 mL、10 mL 及び 15 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。5 本の共栓付試験管を用意し、それぞれに試料溶液及び標準溶液 1 mL ずつを正確にとり、それぞれにフェノール溶液*1 mL を正確に加え、よく混合した後、それぞれに硫酸 5 mL を注意して液面に直接加え、よく混合する。それぞれの液を 10 分間放置し、更に 30 ℃ の水浴中で 20 分間放置した後、波長 490 nm における吸光度を測定する。標準溶液から検量線を作成し、検量線より試料溶液中のブドウ糖の含量を算出し、ゲンチオビオース量を換算する。

高性能シリカゲル、薄層クロマトグラフ用 5 ~ 7 μm のシリカゲルを薄層クロマトグラフ用に製造したもの。

酵素希釈液 L システイン塩酸塩一水和物 5.27 g、エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 2.23 g 及び塩化ナトリウム 23.4 g を水に溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、pH 4.5 に調整した後、水を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。

酵素試液、希 用時、*Aspergillus* から得たデンプン糖化力及びリン酸エステル水解力の強い酵素製品 1 g に pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、100 mL とする。

抗ヒツジ血清 ヒツジの血清 2 mL を体重 2.5 ~ 3.0 kg の健康なウサギに、3 日の間隔で 5 回静脈内に注射する。最終の注射後 7 ~ 10 日目にウサギから採血し、抗血清を得る。

性能試験 本品はウマ、ウシ、ブタ及びヒツジのそれぞれの肉抽出液* 1 mL に生理食塩液/pH 8.5 のホウ酸・ホウ酸ナトリウム緩衝液混液（19 : 1）15 mL を加えたものを試料溶液とし、確認試験（2）と同様に操作するとき、ヒツジの肉抽出液にのみ反応する。この試験において、ヒツジ以外の肉抽出液と反応が認められた場合には、抗ヒツジ血清 1 mL に反応が認められた肉抽出液 0.25 mL を加え、38 ℃ で 1 時間放置する。その後、更に 4 ℃ で 24 時間放置した後、遠心分離し、その上澄液を用いる。

肉抽出液* ウマ、ウシ、ブタ及びヒツジの肉から、腱及び脂肪をできるだけ除き、微細に切り刻んだもの約 10 g に生理食塩液/pH 8.5 のホウ酸・ホウ酸ナトリウム緩衝液混液（19 : 1）10 mL を加え、懸濁状態になるまでよくかき混ぜる。その後 4 ℃ で 2 ~ 3 時間放置した後、遠心分離し、その上澄液を用いる。

コラゲナーゼ ガス壊疽菌の一種 *Clostridium Swelchii* が培養

液中に産生するコラーゲンを特異的に切断するプロテアーゼである。

コラゲナーゼ液 コラゲナーゼ 0.25 mg を 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地 1 mL に溶かす。

コール酸 $C_{24}H_{40}O_5$ 白色の結晶又は粉末で、味は初め苦く、後で甘い。エタノール（95）又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

コルチコステロン $C_{21}H_{30}O_4$

融点 180 ~ 186 ℃

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +214 ~ +220°（減圧、酸化リン（V）、120 ℃、3 時間、0.1 g、クロロホルム、10 mL、100 mm）。

コレスタン $C_{27}H_{48}$ 白色の結晶性の粉末で、ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール（95）に溶けにくい。

融点 80 ~ 80.5 ℃

類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、単一のピークを認める。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1 m のシラン処理したガラス管に、シリコン OV 1 を 131 ~ 149 μm のガスクロム Q に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：220 ℃ 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：250 ℃

キャリアーガス：窒素

流量：毎分約 50 mL の一定量

混合ペプトン 牛乳カゼインの膵臓酵素分解物と獣肉のペプシン分解物の混合物である。本品は淡黄褐色の細片で、特異なおいがある。

窒素含量 10 % 以上（105 ℃、恒量、乾燥後、窒素定量法による）。

混合ペプトン試液 混合ペプトン 1 g に 0.025 mol/L バルビタール試液 100 mL を加え、振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液を加え、pH 7.5 に調整し、ろ過する。2 ~ 8 ℃ に保存し、2 週間以内に使用する。

コンドロイチン硫酸 C ナトリウム サメ軟骨より抽出したもの。本品のコンドロイチン硫酸 C ナトリウム（6 硫酸）とコンドロイチン硫酸 A ナトリウム（4 硫酸）の分子比は 9 : 1 である。

ガラクトサミン含量 32 ~ 37 %（5 mol/L 塩酸試液で加水分解後、アミノ酸分析法による）。

グルクロン酸含量 35 ~ 40 %（カルバゾール反応を用いる比色定量法による）。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -10 ~ -16°（1 g、水、100 mL、100 mm）。

酢酸亜鉛試液 酢酸亜鉛二水和物 54.9 g 及び酢酸ナトリウム三水和物 8.2 g に水を加えて溶かし 1000 mL とする。この液に、硫化ナトリウム九水和物 1.2 g を水 100 mL に溶かした液 2 mL を加えて一夜放置した後、ろ過する。

酢酸アンモニウム試液、0.05 mol/L 酢酸アンモニウム 0.385 g を水に溶かし、100 mL とする。

酢酸アンモニウムのメタノール溶液, 0.1 mol/L 酢酸アンモニウム 0.77 g にメタノールを加えて溶かし, 100 mL とする。

酢酸イソプロピル $C_5H_{10}O_2$ 無色澄明な液体で, 特異な芳香がある。水にわずかに溶け, エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

比重 d_{20}^{20} : 0.868 ~ 0.873

純度試験 本品 1 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法により酢酸イソプロピルの量を求めるとき, 97.0 % 以上である。

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管に 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用多孔性ポリマービーズを充てんする。

カラム温度: 180 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 酢酸イソプロピルの保持時間が約 6 分になるように調整する。

検出感度: 本品 1 μ L から得た酢酸イソプロピルのピーク高さがフルスケールの 60 ~ 80 % になるように調整する。

面積測定範囲: 酢酸イソプロピルの保持時間の約 3 倍の範囲

酢酸塩緩衝液, pH 5.4 酢酸 (100) 5.78 mL に水を加えて 1000 mL とした液 176 mL に, 無水酢酸ナトリウム 8.2 g に水を加えて 1000 mL とした液 824 mL を加える。必要ならば, 更にいずれかの液を加え, pH 5.4 に調整する。

酢酸カルシウム $(CH_3COO)_2Ca \cdot H_2O$ [特級]

酢酸カルシウム試液, 0.2 mol/L 酢酸カルシウム 35.2 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

酢酸緩衝液, 0.1 mol/L 無水酢酸ナトリウム 8.2 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とし, これに酢酸 (100) 5.75 mL に水を加えて 1000 mL とした液を加え, pH 5.4 に調整する。

酢酸銀 CH_3COOAg 白色 ~ 灰白色の結晶又は結晶性の粉末で, 希硝酸に溶けやすく, 水に溶けにくく, 酢酸 (100) にほとんど溶けない。

含量 97.5 % 以上。定量法 本品約 0.3 g を精密に量り, 希硝酸 20 mL に溶かし, これに水 50 mL 及びニトロベンゼン 5 mL を加え, よく振り混ぜた後, 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 16.691 mg $C_2H_3AgO_2$

酢酸コルチコステロン $C_{23}H_{32}O_5$ 白色 ~ 微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (241 nm): 400 ~ 420 (0.01 g, エタノール (99.5), 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +216 ~ +220 $^{\circ}$ (0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 150 ~ 156 $^{\circ}$ C

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.3 酢酸ナトリウム試液 30 mL に薄めた酢酸 (100) (6 ~ 100) 60 mL 及び水を加えて 900 mL とする。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, pH 4.4 薄めた希酢酸 (1 ~ 10) 600 mL に薄めた酢酸ナトリウム試液 (1 ~ 10) 300 mL を加えて混和する。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.0002 mol/L, pH 4.5 pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 2 mL に水 900 mL を加える。この液に希酢酸を滴加し, pH 4.5 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする。用時製する。

酢酸・酢酸ナトリウム試液* 酢酸ナトリウム試液 140 mL に希酢酸 60 mL を加える。

酢酸セルロース膜, 電気泳動用 ゾーン電気泳動用に調製されたもの。

酢酸デオキシコルチコステロン $C_{23}H_{32}O_4$ 本品は白色の粉末である。

融点 154 ~ 160 $^{\circ}$ C

純度試験 本品 0.020 g を移動相 100 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液の酢酸デオキシコルチコステロン以外のピークの合計面積は, 標準溶液の酢酸デオキシコルチコステロンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 258 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸緩衝液混液 (3:2)

流量: 酢酸デオキシコルチコステロンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: 「トリベノシドカプセル」の標準溶液 20 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 酢酸デオキシコルチコステロン, トリベノシド (β 体及び α 体) の順に溶出し, 酢酸デオキシコルチコステロンと β 体の分離度が 4 以上及び β 体と α 体の分離度が 2.5 以上のものを用いる。

酢酸マグネシウム 酢酸マグネシウム四水和物 を見よ。

酢酸マグネシウム四水和物 $(CH_3COO)_2Mg \cdot 4H_2O$ 無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で, 潮解性があり, 水又はエタノール (95) に溶けやすい。

溶状 本品 1.0 g を水 10 mL 及び薄めた酢酸 (100) (1 ~ 3) 0.1 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品 0.5 g を精密に量り, 水 100 mL を加えて溶かす。この液に pH 10.7 のアンモニウム・塩化アンモニウム緩衝液 2 mL を加え, 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T 試液 2 滴)。ただし,

滴定の終点は液の色が赤色から青色に変わるときとする。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二
ナトリウム液 1 mL
= 0.021445 g (CH₃COO)₂Mg · 4H₂O

N サクシニル L アラニル L アラニル L アラニン p ニトロ
アニリド (STANA) C₁₉H₂₅N₃O₈

製法 第三 ブトキシカルボニル L アラニン p ニトロア
ニリド (1) をトリフロロ酢酸で脱第三ブトキシカルボニル
化し, L アラニン p ニトロアニリドトリフロロ酢酸塩
(2) とする。次に第三 ブトキシカルボニル L アラニル L
アラニンを N ヒドロキシサクシニミド及びジシクロヘキ
シルカルボジイミドの存在下, (2) を反応させ, 第三-ブ
トキシカルボニル L アラニル L アラニル L アラニン p ニ
トロアニリド (3) を得, 更にトリフロロ酢酸で脱第三ブ
トキシカルボニル化し, L アラニル L アラニル L アラニン p
ニトロアニリドトリフロロ酢酸塩 (4) とし, これにピリジ
ン存在下, 無水コハク酸を反応させ STANA とし, 酢酸/
水混液で再結晶する。

性状 本品は白色の粉末である。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 100000) につき,
紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき,
波長 220 ~ 224 nm 及び 311 ~ 315 nm に吸収の極大を,
波長 249 ~ 253 nm に吸収の極小を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (313 nm): 30 ~ 34 (5 mg, メタノール,
500 mL)

類縁物質 本品 0.025 g をメタノール 10 mL に溶かし,
試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノール
を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液
及び標準溶液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラ
フ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を
自動積分法により測定するとき, 試料溶液の STANA 以外
のピークの合計面積は, 標準溶液の STANA のピーク面積
より大きくない。また, 試料溶液の STANA のピークに対
する保持時間比が 0.6 ~ 0.7 のピーク面積は標準溶液の
STANA のピーク面積の 1/2 より大きくなく, 保持時間比
が 3.5 ~ 3.7 の溶出位置にはピークを認めないか, 認めて
も 1/100 より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 315 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス
管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシ
リル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセト
ニトリル混液 (3:1)

流量: STANA の保持時間が約 6 分になるように調整
する。

検出感度: 標準溶液から得た STANA のピーク高さが
約 10 cm になるように調整する。

面積測定範囲: STANA の保持時間の約 5 倍の範囲

サッカリンナトリウム サッカリンナトリウム (日局)。

サフラニン 本品はジメチルフェノサフラニン, トリメチルサ
フラニンなどの混合物である。赤みの褐色~暗褐色の結晶性
の粉末で, 水又はエタノール (95) にやや溶けにくい。

溶状 本品 0.10 g を水 50 mL に加え, 加熱して溶かす
とき, 液はほとんど澄明である。

鉄 0.1 % 以下 (原子吸光度法)。

亜鉛 0.003 % 以下 (原子吸光度法)。

乾燥減量 16.0 % 以下

強熱残分 2.0 % 以下 (硫酸塩として) (1 g)。

貯法 遮光した容器。

酸化アルミニウム, 薄層クロマトグラフ用 薄層クロマトグラ
フ用に製造したもの。

酸化プロピレン検知管 内径約 2.5 mm, 長さ約 13 cm のガ
ラス管にシリカゲル 100 g にニクロム酸カリウム 6 g 及
び硫酸 10 g の混合物を含浸させ, 乾燥したものを充てん
し, 更に両端を綿栓で固定し, 熔封したものである。

酸性塩化ナトリウム試液 塩化ナトリウム試液, 酸性 を見よ。
三フッ化ホウ素 BF₃ 室温, 大気圧下において無色のガスで,
刺激臭を有する。

融点 -127.1 $^{\circ}$ C

沸点 -100.3 $^{\circ}$ C

次亜塩素酸試液 次亜塩素酸ナトリウム試液に水を加え, 有効
塩素 (Cl: 35.45) が 2 % になるように調整する。

次亜臭素酸ナトリウム試液* 水酸化ナトリウム溶液 (1
20) 150 mL に臭素 2 g を加える。用時製する。

ジアセチルモノオキシム ピアセチルモノオキシム を見よ。
シアノアルキル化シリカゲル, 液体クロマトグラフ用 液体ク
ロマトグラフ用に製造したもの。

2 α シアノエチステロン C₂₂H₂₇NO₂

製法 ダナゾール標準品より, 次の方法で合成する。

ダナゾール標準品 2 g (約 0.006 mol) をテトラヒドロフ
ラン 30 mL に溶かし, 氷冷下, ナトリウムメトキシド 1.4
g (約 0.026 mol) を加え, 室温で 1 時間かき混ぜる。反応
液を大過量の氷水で希釈し, 希塩酸で中和して得られる結晶
をアセトンから再結晶し, デシケーター (減圧, 酸化リン
(V), 60 $^{\circ}$ C) で 4 時間乾燥する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトン, 酢酸エチル又はクロロホルムに溶けやす
く, エタノール (95) にやや溶けやすく, 水にほとんど溶け
ない。

旋光度 [α]_D²⁰: +36 ~ +39 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, クロロ
ホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 185 ~ 187 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 元素分析 理論値 (C: 78.30 %, H: 8.06 %, N:
4.15 %) \pm 0.3 % 以内。

(2) 他のステロイド 本品 0.010 g をクロロホルム/メタ
ノール混液 (9:1) 1 mL に溶かし, 試料溶液とする。この
液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶
液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入
り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘ
キサン/酢酸エチル混液 (3:2) を展開溶媒として約 15 cm
展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254
nm) を照射するとき, 単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60
 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約

0.2 g を精密に量り、テトラヒドロフラン 40 mL に溶かした後、硝酸銀溶液 (1 20) 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 33.746 mg C₂₂H₂₇NO₂

貯法 密閉容器。

ジエチルアミノエチルセルロース イオン交換セルロースのアニオン交換体で乾燥型繊維性タイプ。クロマトグラフ用に製造したもの。

4 ジエチルアミノ 2 ブチニル酢酸, 薄層クロマトグラフ用 C₁₀H₁₇NO₂

製法 ジエチルアミン 63.7 g 及びパラホルムアルデヒド 31.7 g を 200 mL の 1 A ジオキサンに溶かし、かき混ぜながら、プロパルギル酢酸 78.3 g を含むベンゼン溶液 140 mL を加え、24 時間還流する。反応終了後、5 ~ 10 ℃ に冷却し、6 mol/L 塩酸試液 150 mL を加え酸性にし、ベンゼン 100 mL で洗う。水層は、10 mL のベンゼンを加え、かき混ぜながら 20 % 水酸化ナトリウム溶液 190 mL でアルカリ性にする。ベンゼン層をとり、水層を更にベンゼン 50 mL で 2 回抽出し、ベンゼン層を合わせて、ベンゼンを減圧留去すると、油状の残留物を得る。残留物は蒸留精製 (沸点 105 ~ 109 ℃, 減圧 1.6 kPa) する。

性状 本品は無色の油状物質である。

純度試験 本品 0.50 g をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき「塩酸オキシブチニン」の純度試験 (4) の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、主スポット以外のスポットを認めないもの。

1.3 ジオキシナフタリン 2 カルボン酸バリウム C₂₂H₁₄BaO₆

だいたい色 ~ だいたい褐色の粉末で、水、エタノール (95)、ジエチルエーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

感度 本品 0.01 g にグルクロノラクトン溶液 (1 200000) 1 mL 及び塩酸 2.5 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱する。冷後、ジエチルエーテル/キシレン混液 (1 : 1) 2 mL を加えて振り混ぜるとき、上層は赤紫色を呈する。ジギトニン・エタノール試液 ジギトニン 1 g に薄めたエタノール (95) (4 5) 約 80 mL を加えて水浴上で加熱して溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とする。

シクロヘキサノール C₆H₁₂O [K 8462, 特級]

シクロヘキサノン C₆H₁₀O [K 8463, 特級]

ジクロロジメチルシラン ジクロロジメチルシラン を見よ。

2 β ジクロロフェノール 2 β ジクロロフェノール を見よ。

2 A ジクロロ 2 イミダゾール 1 イルアセトフェノン (E) [O (2 A ジクロロベンジル) オキシム] 硝酸塩, 薄層クロマトグラフ用 C₁₈H₁₃Cl₄N₃O · HNO₃。白色の結晶性の粉末で、においはない。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/酢酸エチル/ギ酸/エタノール (95) 水

混液 (45 : 40 : 10 : 5 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

ジクロロジメチルシラン (CH₃)₂SiCl₂ 無色澄明の液である。

比重 d₂₀²⁰: 1.06 ~ 1.08

沸点 68 ~ 71 ℃

2.6 ジクロロフェニル酢酸 C₈H₆Cl₂O₂ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、メタノールに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点 158 ~ 162 ℃

純度試験 本品は、「塩酸グアンファシン」の純度試験 (4) の薄層クロマトグラフ用標準物質としての使用条件で、測定の障害となるスポットを認めない。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を 105 ℃ で 1 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、メタノール 30 mL を加えて溶かし、更に水 20 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 20.504 mg C₈H₆Cl₂O₂

2.6 ジクロロフェノール C₆H₄Cl₂O 白色 ~ 帯紫白色の結晶である。

融点 65 ~ 67 ℃

確認試験 本品 0.012 g をメタノール 10 mL に溶かす。この液 50 μL につき、「エトポシド」の定量法の条件で、液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、エトポシドの位置にピークを認めない。

ジシアンジアミド NH₂C (NH) NHCN 白色の結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

融点 209 ~ 212 ℃

乾燥減量 0.1 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

窒素含量 66.0 ~ 67.3 % (乾燥後, 窒素定量法による)。

L システイン [特級]

L システイン塩酸塩試液 L システイン塩酸塩一水和物 0.7 g を pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液約 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加え、pH 5.0 に調整した後、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 20 mL とする。

5.5 ジチオビス(2 ニトロ安息香酸) C₁₄H₈N₂O₆S₂ 淡黄色 ~ 黄褐色の結晶性の粉末である。

吸光度 E_{1%}^{1cm} (307 nm): 325 ~ 355 (1 mg, メタノール, 100 mL)。

溶状 本品 0.2 g にエタノール (99.5) 20 mL を加え、加温して溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

1.1 [3.3 ジチオビス(2 メチル 1 オキシプロピル)] L ジプロリン C₁₀H₂₀N₂O₆S₂ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールにやや溶けにくく、水、アセトン又はヘキサンにほとんど溶けない。

類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトル

エン/酢酸(100)混液(13:7)を展開溶媒として約15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に30分間放置するとき、 R_f 値約0.2の主スポット以外のスポットを認めない。

含量 99.0%以上。定量法 本品約0.3 gを精密に量り、メタノール20 mLに溶かし、水50 mLを加え、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬:プロモチモールブルー試液3滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 21.628 mg $C_{18}H_{28}N_2O_6S_2$

ジナフチルエーテル $C_{20}H_{14}O$ 白色~灰白色の結晶性の粉末でにおいはなく、クロロホルムに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 103 ~ 106 °C

類縁物質 本品0.020 gをアセトン10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液3 μ Lにつき、「メリナミド」の定量法の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、ジナフチルエーテルのピーク面積に対し、0.3%以上の面積のピークを認めない。

2A ジニトロフルオルベンゼン試液 2A ジニトロフルオルベンゼン試液 を見よ。

2A ジニトロフルオロベンゼン試液 2A ジニトロフルオロベンゼンのエタノール(99.5)溶液(1:100)。遮光して冷所に保存する。用時製する。

3A ジヒドロ6ヒドロキシ2(1H)キノリノン $C_9H_9NO_2$ 白色~淡褐色の結晶又は粉末である。

融点 約240 °C

類縁物質 本品0.020 gをメタノール20 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液各10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、3A ジヒドロ6ヒドロキシ2(1H)キノリノン以外のピークの合計面積は標準溶液から得たピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器:紫外吸光光度計(測定波長254 nm)

カラム:内径約6 mm、長さ約15 cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

移動相:水/メタノール/酢酸(31)混液(90:7:3)

流量:3A ジヒドロ6ヒドロキシ2(1H)キノリノンの保持時間が約25分になるように調整する。

面積測定範囲:溶媒ピークの後から3A ジヒドロ6ヒドロキシ2(1H)キノリノンの保持時間の約2倍の範囲

1[(2R,5S)2,5ジヒドロ5(ヒドロキシメチル)2フリル]チミン、薄層クロマトグラフ用 $C_{10}H_{12}N_2O_4$ 白色の粉末である。

純度試験 本品0.1 gをメタノール100 mLに溶かした

液につき、「ジドブジン」の純度試験(2)の(i)を準用し、試験を行うとき、 R_f 約0.23の位置に単一のスポットを認める。

ジフェニルアミン・塩化亜鉛試液 ジフェニルアミン0.5 g及び塩化亜鉛0.5 gをアセトン50 mLに加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、そのろ液を用いる。

ジフェニルジメチルポリシロキサン、ガスクロマトグラフ用ガスクロマトグラフ用に製造したもの。

ジブチルヒドロキシルエン $C_{18}H_{34}O$ 食品添加物公定書。

ジベンジル試液 ジベンジル0.090 gをクロロホルムに溶かし、200 mLとする。

N,Nジメチルアセトアミド $(CH_3)_2NCOCH_3$ 無色澄明の液で特異のにおいがあり、水、エタノール、クロロホルム又はジエチルエーテルと混和する。

比重 d_{20}^{20} :0.940 ~ 0.945

屈折率 n_D^{20} :1.436 ~ 1.439

含量 98%以上。定量法 ガスクロマトグラフ法により次の条件で試験を行い、面積百分率法により含量を求める。操作条件

検出器:熱伝導度型検出器

カラム:内径約3 mm、長さ約2 mのステンレス製カラムにセライトに、ガスクロマトグラフ用20%になるようにポリエチレングリコール20 Mを加えたものを充てんする。

カラム温度:140 °C 付近の一定温度

キャリアーガス:ヘリウム

流量:30 mL/min.

試料注入量:0.6 μ L

4ジメチルアミノベンズアルデヒド原液 薄めた塩酸(9:10)25 mLに酢酸(100)を加えて200 mLとし、塩酸・酢酸(100)混液とする。4ジメチルアミノベンズアルデヒド10 gを塩酸・酢酸(100)混液100 mLに溶かす。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド紙 4ジメチルアミノベンズアルデヒド3 gに水20 mLを加えて振り混ぜた後、硫酸7 mL及び水を加えて100 mLとする。この液に定量用紙を浸し、風乾して製する。共栓瓶に入れ、保存する。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液^{*} 4ジメチルアミノベンズアルデヒド1.6 gを塩酸30 mLに溶かし、更にエタノール(95)30 mLを加える。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド試液^{*} 4ジメチルアミノベンズアルデヒド0.5 gを塩酸に溶かし10 mLとする。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド試液、酢酸ゴナドレリン用 4ジメチルアミノベンズアルデヒド1 gを塩酸10 mLに溶かし、アセトンを加えて40 mLとする。用時製する。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド試液、ヘパリン類似物質用 4ジメチルアミノベンズアルデヒド原液10 mLに薄めた酢酸(100)(5:6)を加えて、100 mLとする。用時製する。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド試液、アルコール性 4ジメチルアミノベンズアルデヒド1 gをエタノール(95)30 mLに溶かし、1ブタノール180 mL及び塩酸30 mLを加える。用時製する。

4ジメチルアミノベンズアルデヒド試液、メトクロプラミド錠用 4ジメチルアミノベンズアルデヒド1 gを希塩酸30 mL及び水70 mLに溶かす。

N,N ジメチル *p* フェニレンジアミン $C_8H_{12}N_2$ 帯赤紫色の結晶である。水、エタノール(95)、クロロホルム又はジエチルエーテルに溶ける。

融点 53 °C

沸点 262 °C

N,N ジメチル *p* フェニレンジアミン試液 *N,N* ジメチル *p* フェニレンジアミン 0.1 g を薄めた硫酸(1 : 5) 100 mL に溶かす。褐色瓶に保存する。

臭化シアン試液、チアミン定量用 氷冷した水 100 mL に臭素 2 mL を加え、激しく振り混ぜた後、氷冷したチオシアン酸カリウム試液を臭素の色がまさに脱色するまで滴加する。この試液はドラフト中で調製し、冷所に保存する。調製後 1 箇月以内に用いる。この試液の蒸気は極めて有毒であるから取扱いに際し、吸入しないように注意する。

臭化テトラ *n* ブチルアンモニウム・リン酸塩緩衝液 臭化テトラ *n* ブチルアンモニウム 1.60 g、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及びリン酸二水素カリウム 6.94 g を水に溶かし、1000 mL とする。

重クロム酸カリウム・硫酸試液* ニクロム酸カリウム・硫酸試液* を見よ。

重クロロホルム $CDCl_3$ 無色澄明の液である。

沸点 60.9 °C

屈折率 n_D^{20} : 1.444 ~ 1.445

重水素純度 99.0 % 以上。

シュウ酸マラカイトグリーン マラカイトグリーンシュウ酸塩を見よ。

シュウ酸マラカイトグリーン試液 マラカイトグリーンシュウ酸塩試液 を見よ。

臭素・酢酸試液、ヒドロキシエチルデンブ 200000 用 酢酸(100) 300 mL に乾燥した臭化カリウムを飽和させ、臭素 1 mL を加えて密封する。褐色瓶に入れ、冷所に保存する。

臭素・酢酸試液、ヒドロキシエチルデンブ 400000 用 臭素 1.0 mL を臭化カリウムで飽和した酢酸(100) 180 mL に溶かし、一夜放置する。褐色瓶に入れ、冷所に保存する。

臭素・水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム 20 g を水に溶かし、100 mL とし、臭素 0.3 mL を加えて振り混ぜる。用時製する。

酒石酸・リン酸水素二ナトリウム緩衝液, pH 3.0 L 酒石酸 6.0 g を水に溶かし、1000 mL とする。この液に、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 14.3 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 3.0 になるまで加える(容量比約 2 : 1)。

消化血清末 ウシ血清をパペインによって消化して作られた黄色の粉末である。

pH 5.5 ~ 7.0 (1 : 100)。

乾燥減量 5.0 % 以下(1 g, 85 °C, 1 時間)。

硝酸アセチル・酢酸(100) 試液 発煙硝酸 5 mL を正確に量り、0 °C で無水酢酸 13.4 mL を滴加する。その後、酢酸(100)を加えて全量を 25 mL とする。遮光、冷凍庫内保存、用時解凍後使用。

硝酸銀・エタノール試液 硝酸銀 15 g を水 50 mL に溶かし、エタノール(99.5) 400 mL を加える。これに硝酸数滴を加える。褐色瓶に保存する。

硝酸銀・エタノール試液、エピチオスタノール用 硝酸銀 15 g を水に溶かし、エタノール(95) 20 mL 及び水を加えて

100 mL とする。

硝酸銀試液* 硝酸銀 5 g に水を加えて溶かし、100 mL とする。

硝酸銀処理した薄層板 調製は光を避け、遮光した容器を用いて行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板を、硝酸銀溶液(1 : 20)に 5 分間浸し、風乾後、105 °C で 1 時間加熱し、冷後、使用する。用時調製する。硝酸水銀(II) 試液 黄色酸化水銀(II) 40 g を硝酸 32 mL 及び水 15 mL の混液に溶かす。遮光した共栓瓶に保存する。

硝酸第二水銀試液 硝酸水銀(II) 試液 を見よ。

硝酸第二鉄試液* 硝酸鉄(III) 試液* を見よ。

硝酸鉄(III) 試液* 硝酸鉄(III) 九水和物 1 g 及び硝酸 0.5 mL に水を加えて溶かし、100 mL とする。

硝酸銅 硝酸銅(II) 三水和物 を見よ。

硝酸銅(II) 三水和物 $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ [K 8560 : 1988, 特級]

硝酸銅試液, 0.1 mol/L 0.1 mol/L 硝酸銅(II) 試液 を見よ。

硝酸銅(II) 試液, 0.1 mol/L 硝酸銅(II) 三水和物 24.16 g を水に溶かし、1000 mL とする。

硝酸ニッケル 硝酸ニッケル(II) 六水和物 を見よ。

硝酸ニッケル(II) 六水和物 $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ [K 8564 : 1994, 特級]

食用色素 3 号 食品添加物公定書。

シリカゲル*, 薄層クロマトグラフ用 薄層クロマトグラフ用に製造したもので、固着剤を含まないもの。

シリル化薄層板 薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板を減圧密閉容器の中でジクロロジメチルシランの蒸気に一夜暴露した後、風乾する。

水酸化カリウム試液, 2 mol/L 8 mol/L 水酸化カリウム試液 25 mL に水を加えて 100 mL とする。ポリエチレン瓶に保存する。

水酸化カリウム・エタノール試液, 0.5 mol/L 水酸化カリウム 33 g をエタノール(95) 1000 mL に溶かし、密栓し、24 時間冷所に放置した後、上澄液を用いる。

水酸化カリウム・エタノール試液, 2 mol/L 水酸化カリウム 13 g を薄めた無アルデヒドエタノール(7 : 10)に溶かし、100 mL とする。用時製する。

水酸化カリウム・エチレングリコール試液 水酸化カリウム 21 g にエチレングリコールを加え、加温して溶かし、100 mL とする。

水酸化カリウム・グリセリン試液 水酸化カリウム 17.5 g にグリセリンを加え、加温して溶かし、100 mL とする。

水酸化カリウム・メタノール試液 水酸化カリウム 5.61 g をメタノールに溶かし、1000 mL とする。必要ならば過する。

水酸化カリウム試液, 0.5 mol/L 水酸化カリウム試液 50 mL に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

水酸化ナトリウム・エタノール試液 水酸化ナトリウム 4.0 g を水 10 mL に溶かし、エタノール(95)を加えて 100 mL とする。24 時間放置後、上澄液を用いる。

水酸化ナトリウム試液, 0.14 mol/L 水酸化ナトリウム 6.3 g を水に溶かし、950 mL とする。用時調製する。

水酸化ナトリウム・メタノール試液, 0.01 mol/L 水酸化ナ

トリウム試液 1 mL にメタノールを加えて 100 mL とする。
水酸化ニッケル紙 硫酸ニッケルのアンモニア水 (28) 溶液 (3 ~ 10) にろ紙を浸し、過量の液を除いた後、乾燥する。
これを水酸化ナトリウム試液に 5 ~ 6 分間浸した後、水洗し、湿ったまま用いる。

水分測定用水分吸収剤 メタノール/エチレングリコール混液 (1:1)

ストロンチウム試液 塩化ストロンチウム 76.5 g を水に溶かし、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする (1000 ppm)。

スルファジアジン $C_{10}H_{10}N_4O_2S$ 「スルファジアジン」。

スルファニル酸ナトリウム $C_6H_6NNaO_3S$ 本品は定量するとき、換算した脱水物に対しスルファニル酸ナトリウム ($C_6H_6NNaO_3S$) 98.0 % 以上を含む。

溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 16.5 % 以下 (2 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、更に塩酸 4 mL を加え、15 °C 以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液を滴加して 1 分間後に被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈する。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

= 19.517 mg $C_6H_6NNaO_3S$

スルファミン酸 アミド硫酸 を見よ。

スルホサリチル酸ナトリウム $NaO_3SC_6H_4(OH)COOH \cdot 2H_2O$
白色の結晶である。

溶状 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

含量 99.5 % 以上。 定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 0.02762 g $C_7H_7NaO_6S \cdot 2H_2O$

スルホプロピル基修飾型架橋デキストラン カラムクロマトグラフ用に製造したもの。

スレオ 1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 $C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$
白色の結晶性の粉末である。

融点 175 ~ 180 °C

純度試験 本品 0.010 g をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μ L につき、塩酸リトドリン標準品の類縁物質の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行う。得られた薄層クロマトグラムを波長 530 nm でクロマトスキャナーを用いて各スポットの濃さを測定するとき、主スポットの濃さは全スポット濃度の 90 % 以上である。

ゼラチン試液 ゼラチン 2.5 g を塩化ナトリウム飽和溶液に溶かし、100 mL とする。用時製する。

ゼラチン試液、希 ゼラチン 5 g に少量の温水を加えて溶かし、リン酸二水素カリウム 13.6 g、塩化ナトリウム 10 g 及びチメロサル溶液 (1 ~ 100) 10 mL を加えた後、水を加えて 1000 mL とし、冷後、8 mol/L 水酸化ナトリウ

ム試液を加え、pH 7.4 ~ 7.5 に調整する。

DL セリン $C_3H_7NO_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはなく、味はわずかに甘い。水にやや溶けにくく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 246 °C (分解)。

セルロース^{*}、薄層クロマトグラフ用 精製パルプを鉍酸で加水分解して、非結晶型領域を除去し、精製したセルロースで、薄層クロマトグラフ用に製造したもの。

セルロース透析チューブ Visking seamless cellulose tubing、孔径 2.4 μ m、直径 19.1 mm、長さ 23 cm、材質 (再生セルロース)、分画分子量 (12000 ~ 14000)。

染色液、電気泳動用 ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム 1 g を水 50 mL に溶かし、飽和塩化鉄 (III) 六水和物水溶液 2 mL を加える。用時製する。

側鎖二量体 (EZ) N^1, N^2 [チアゾール 2,4 ジイルビス(メチレンスルファネジルエチレン)]ビス(N-メチル 2-ニトロエテン 1,1 ジアミン) $C_{19}H_{25}N_5O_8$ 白色の結晶性粉末。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3260 cm^{-1} 、3190 cm^{-1} 、3090 cm^{-1} 、3060 cm^{-1} 、1575 cm^{-1} 、1417 cm^{-1} 、1171 cm^{-1} 、977 cm^{-1} 、及び 751 cm^{-1} 、付近に吸収を認める。

ソルト試液 無水硫酸ナトリウム 100 g 及び炭酸ナトリウム十水和物 10 g を水に溶かし、1000 mL とする。

胎盤性性腺刺激ホルモン試液 胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) の表示単位に従い、その適量を精密に量り、pH 7.1 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、その 1.2 mL 中に 80 単位を含むように調整する。

多孔性スチレン ジビニルベンゼン共重合体、ガスクロマトグラフ用 ガスクロマトグラフ用に製造したもの。孔径 0.35 ~ 0.40 μ m、平均比表面積 50 m^2/g 以下。

脱脂粉乳 食品衛生関係法規集 (乳及び乳製品の成分規格等に関する省令)

脱脂粉乳試液 脱脂粉乳 13.0 g を 50 ~ 60 °C の温湯 50 mL に溶かし、0.2 mol/L 酢酸カルシウム試液 10 mL を加えてよく振り混ぜ、0.1 mol/L クエン酸試液を加え、pH 5.8 に調整し、水を加えて 100 mL とする。

タングステン酸試液 タングステン (VI) 酸ナトリウム二水和物 10 g 及びリンモリブデン酸 n 水和物 2 g を水 75 mL に溶かし、リン酸 5 mL を加え、2 時間加熱する。冷後、水を加えて 100 mL とする。

炭酸水素ナトリウム試液、0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウム 8.4 g を水に溶かし、1000 mL とする。

炭酸水素ナトリウム試液、0.2 mol/L 炭酸水素ナトリウム 16.8 g を水に溶かし、1000 mL とする。

炭酸水素ナトリウム試液、0.5 mol/L 炭酸水素ナトリウム 42 g を水に溶かし、100 mL とする。

炭酸ナトリウム試液、0.2 mol/L 無水炭酸ナトリウム 21.2 g をとり、水を加えて 1000 mL とする。

炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム緩衝液 0.2 mol/L 炭酸ナトリウム試液 1 mL を 0.2 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 11.5 mL に加え、更に水を加え 100 mL とする。

炭酸バリウム $BaCO_3$ [K 8626: 1992, 特級]

タンニン酸、定量用 タンニン酸 (日局)。ただし、次の規格に適合するもの。

溶状 本品 0.5 g を 0.05 mol/L 硫酸試液 40 mL に加温して溶かした液は澄明である。

乾燥減量 9.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

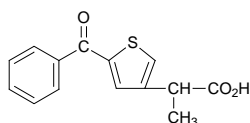
たん白質定量用試液

A 液 無水炭酸ナトリウム 2 g を希水酸化ナトリウム試液 100 mL に溶かす。

B 液 硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g を 1 % クエン酸三ナトリウム二水和物溶液 100 mL に溶かす。

A 液 50 mL に B 液 1 mL を加える。用時製する。

チアプロフェン酸異性体 A



(RS) 2-(5 benzoyl 3 thienyl) propanoic acid 白色の粉末である。

融点 72 ~ 77 °C

チアミン定量用臭化シアン試液 臭化シアン試液, チアミン定量用 を見よ。

チオシアン酸コバルト試液 硝酸コバルト (II) 六水和物 3.75 g 及びチオシアン酸アンモニウム 15 g を水に溶かし, 100 mL とする。

チオ尿素試液, 0.05 g/dL 塩化カリウム 250 g を水 700 mL に溶かし, これにチオ尿素 0.5 g を溶かし, 塩酸 9 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸 $C_5H_7NO_3S$ 白色~淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 187 ~ 191 °C

類縁物質 本品 0.020 g を水 100 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 6 μ L につき, 「カルボシステインシロップ」の純度試験の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき, 本品及び溶媒以外のピークを認めない。ただし, 検出感度は試料溶液 6 μ L から得た 3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸のピーク高さがフルスケールの約 40 % になるように調整し, ピーク測定範囲は溶媒のピークの後から 3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸の保持時間の約 2 倍の範囲とする。

チオ硫酸ナトリウム試液, 0.3 mol/L チオ硫酸ナトリウム五水和物 78 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.6 g に新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし, 1000 mL とする。

チオ硫酸ナトリウム・硫酸カドミウム試液 チオ硫酸ナトリウム溶液 (8 ~ 100) と硫酸カドミウム n 水和物 ($CdSO_4 \cdot nH_2O$ [K 8961, 特級]) 溶液 (5 ~ 100) との等量混合液。

チミジン $C_{10}H_{14}N_2O_5$ 白色の結晶である。

融点 183 ~ 187 °C

チミン $C_5H_8N_2O_2$ 無色の結晶で, 冷水には溶けにくく, 熱湯には溶けやすい。

融点 335 ~ 337 °C (分解)。

チミン, 液体クロマトグラフ用 $C_5H_8N_2O_2$ 白色の粉末である。純度試験 本品 0.010 g をメタノール 100 mL に溶かし, 移動相を加えて 250 mL とし, 試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100 mL とし,

標準溶液とする。これらの液 10 μ L につき, 「ジドブジン」の純度試験 (2) の (ii) の操作条件のほか, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のチミン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のピーク面積より大きくない。

操作条件

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からチミンの保持時間の約 10 倍の範囲

チメロサル $C_9H_9HgNaO_2S$ 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末で, わずかに特異なおいがある。水に極めて溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けやすく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。本品の水溶液 (1 ~ 100) の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (減圧, シリカゲル, 5 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 300 mL のケルダールフラスコに入れ, 硫酸 10 mL 及び発煙硝酸 4 mL を加え, 砂浴上で初め穏やかに加熱し, 徐々に火を強めてフラスコ内の内容物がほとんど無色となり, 白煙が発生するまで加熱する。冷後, 水 100 mL で内容物をピーカーに移し, 水浴上で 15 分間時々振り混ぜながら加熱する。次に尿素 0.5 g を加えて振り混ぜ, 更に液が微紅色を呈するまで過マンガン酸カリウム試液を滴加する。冷後, 液の紅色が消えるまで過酸化水素試液を滴加した後, 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液)。

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL

= 20.241 mg $C_9H_9HgNaO_2S$

中和塩酸ヒドロキシアンモニウム試液 塩酸ヒドロキシアンモニウム試液, 中和 を見よ。

中和塩酸ヒドロキシルアミン試液 塩酸ヒドロキシアンモニウム試液, 中和 を見よ。

中和した薄めたメタノール 水/メタノール混液 (1:1) 適量にフェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を液が薄いだいだい赤色を呈するまで加える。用時製する。

沈殿試液 トリクロロ酢酸 18.0 g, 酢酸ナトリウム三水和物 30.0 g 及び酢酸 (100) 20.0 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

定量用ベルゲニン ベルゲニン, 定量用 を見よ。

定量用ろ紙 ろ紙, 定量用 を見よ。

デオキシリボ核酸試液 デオキシリボ核酸ナトリウム 0.15 g を 55 ~ 60 °C の水浴中で 75 分間以内に混合ペプトン試液 75 mL に溶かし, 冷後, 混合ペプトン試液を加え, 100 mL とし, よく振り混ぜ, 更に硫酸マグネシウム試液 0.6 mL を加えて振り混ぜる。-12 ~ -8 °C に保存し, 6 週間以内に使用する。ただし, ストレプトドルナーゼの力価試験を行うとき, 本品にストレプトドルナーゼ標準溶液を加え, 得られた相対粘度の逆数を縦軸に, 測定時間を横軸にプロットしたとき, 直線になることをあらかじめ確認しておく。

デオキシリボ核酸ナトリウム 子ウシ胸腺から製したものである。本品は白色繊維状の物質である。2 ~ 10 °C に保存する。

デオキシリボース $C_5H_{10}O_4$ 白色の結晶性の粉末で, 味は甘

い.

融点 92 ~ 95 °C

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -58° (1 g, 水, 100 mL, 100 mm).

テストステロン $C_{19}H_{26}O_2$ 白色の結晶で, エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない.

融点 154 ~ 156 °C

テストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシノ 2 [^{125}I]ヨードヒスタミン LMLM ヨウ化ナトリウム (^{125}I) 又はヨウ化カリウム (^{125}I) 及びトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物を用いてテストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシムを標識後, ゲルろ過クロマトグラフ法により精製して製する.

テストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシム

$C_{21}H_{31}NO_4$ テストステロンの 3 位のケトンを通ヨウ素酸ナトリウム又は三酸化クロムを用いてオキシムに置換する.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性粉末である.

テストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシム・ウシ血清アルブミン n ブチルアミン及びテストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシムに 1 A ジオキサンを加え溶解した後, クロロギ酸イソブチルを加え低温で 30 分間放置後ウシ血清アルブミンを水, 1 A ジオキサン及び 1 mol/L 水酸化ナトリウム試液で溶解した液を加えた後, 適当な方法で反応・精製を行い凍結乾燥して製する.

性状 本品は白色~微黄色の塊である.

テストステロン抗体 次の方法により作製した抗体を用いる.

テストステロン 3 (o カルボキシメチル) オキシム・ウシ血清アルブミン 0.1 mg を 0.5 mL の生理食塩液に溶かす. この液にアジュバントとして流動パラフィン 0.5 mL 加え, さらに 5 mg の不活化した百日咳菌を混和し, 油中水型乳剤とする. この乳剤 0.5 mL をウサギの後肢の指に投与する. さらに残りの乳剤を胸部から腹部における部位に皮下投与し, その後血液中の抗体が充分な力価になるまで, 1, 2 週間ごとに補助投与を繰り返す. これを 2 % ウサギ血清エチレンジアミン四酢酸含有リン酸緩衝食塩液で 20000 倍に希釈する.

n テトラコサン $C_{24}H_{40}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, クロロホルムに溶けやすい.

融点 48 ~ 51 °C

テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液, 液体クロマトグラフ用 $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NOH}]$ (0.5 mol/L) 本品は定量するとき, テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NOH}]$ 0.45 ~ 0.55 mol/L を含む.

性状 本品は無色~わずかに微黄色の液である.

吸光度 本品につき, 水を対照として紫外可視吸光度測定法により波長 240 nm, 254 nm, 300 nm 及び 350 nm における吸光度を測定し, それぞれの波長における吸光度を A_1 , A_2 , A_3 及び A_4 とするとき, A_1 は 0.50 以下, A_2 は 0.30 以下, A_3 は 0.15 以下及び A_4 は 0.10 以下である.

定量法 本品 25 mL を正確に量り, 水 50 mL を加えて 1 mol/L 塩酸で滴定する (電位差滴定法).

1 mol/L 塩酸 1 mL = 259.47 mg $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{NOH}]$

40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシドメタノール溶液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}]$: 259.48] を 40 g/dL 含むメタノール溶液である. 本品は無

色澄明の液でアンモニア臭がある. 本品は強い塩基で, 空気中の二酸化炭素を吸収する.

含量 表示量の 98 % 以上. 定量法 あらかじめ水 15 mL を入れた共栓フラスコに本品約 1 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴). ただし, 滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色になるときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 25.947 mg $(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}$

10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液 テトラブチルアンモニウムヒドロキシド $[(\text{C}_4\text{H}_9)_4\text{NOH}]$: 259.48] を 10 g/dL 含む水溶液である. 無色~微黄色透明の液である.

含量 9.0 ~ 11.0 g/dL. 定量法 あらかじめ水 20 mL を入れた共栓フラスコに本品 2 mL を正確に量り, 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴).

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 25.947 mg $\text{C}_{16}\text{H}_{37}\text{NO}$

テトラメチルアンモニウムヒドロキシドエタノール試液 テトラメチルアンモニウムヒドロキシド 10 mL にエタノール (95) を加えて 50 mL とする. 必要ならばろ過する. 用時製する.

テトラメチルシラン $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ 無色澄明の液である.

沸点 27 °C

屈折率 n_D^{20} : 約 1.359

o テルフェニル $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{C}_6\text{H}_5$ 白色の結晶である.

融点 約 60 °C

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (232 nm): 約 1190 (4 mg, メタノール, 1000 mL).

電気泳動用酢酸セルロース膜 酢酸セルロース膜, 電気泳動用を見よ.

ドコサン酸メチル $\text{C}_{23}\text{H}_{46}\text{O}_2$ 白色の板状結晶又は結晶性の粉末である.

融点 51.0 ~ 56.0 °C

含量 99.0 % 以上. 定量法 本品約 0.08 g をヘキサン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1.5 μL につき, 「イコサベント酸エチル」の定量法の操作条件を準用し, ガスクロマトグラフ法により試験を行う. この液のドコサン酸メチルのピーク面積及びその他の成分のピーク合計面積を測定し, A_T 及び A を求める.

ドコサン酸メチル ($\text{C}_{23}\text{H}_{46}\text{O}_2$) の量 (%) = $\frac{A_T}{A_T + A} \times 100$

トマトジュース トマト生果実を破碎し, 果皮及び種子を除いて得た果汁.

トマトジュース浸出液 トマトジュースに等量の精製水を加え, 蒸気釜でときどきかき混ぜながら約 1.5 時間加熱する. 水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) で pH を 7.0 に調整した後, 遠心分離し, 上澄液を使用する.

トマトジュース末 トマトジュースに水を加えて遠心分離し, 上清液を乾燥し, 粉末とする.

トマトジュースろ液 新鮮なトマトをミキサーでホモジナイズした後, 10 分間煮沸したもの, 又は市販の 100 % トマトジュースのいずれかをろ過して得られる淡黄色の液.

ドラーゲンドルフ試液 L 酒石酸 10 g を水 40 mL に溶かし, 次硝酸ピスマス 0.85 g を加え, 1 時間かき混ぜた後, ヨウ化カリウム溶液 (2 : 5) 20 mL を加え, 24 時間放置

する。この液をろ過し、ろ液を A 液とする。L 酒石酸 10 g を水 50 mL に溶かし、B 液とする。使用直前に A 液 5 mL、B 液 50 mL をとり混和して用いる。A 液及び B 液は遮光して保存する。

ドラーゼンドルフ試液、硫酸酸性、噴霧用 ドラーゼンドルフ試液の A 液及び B 液の等容量混液 4 mL に、薄めた酢酸 (100) (2 5) 10 mL 及び薄めた硫酸 (1 12) 15 mL を加える。用時製する。

トリエタノールアミン緩衝液, pH 7.8 2 2 2 ニトリロトリエタノール緩衝液*, pH 7.8 を見よ。

トリエタノールアミン試液 2 2 2 ニトリロトリエタノール試液 を見よ。

トリエチルアミン* (C_2H_5)₃N 無色澄明の液である。

比重 d_4^{20} : 0.724 ~ 0.730

不揮発分 0.002 % 以下 (100 g)。

モノエチルアミン及びジエチルアミン 0.5 % 以下。定量法の項に準じる。

水分 0.2 % 以下 (容量滴定法, 直接滴定)。ただしあらかじめ氷酢酸 5 mL を加える。

含量 99.0 % 以上。定量法 ガスクロマトグラフ法により試験を行う。

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器

カラム: 28 % ペンワルト 223 アミンパッキング 80 ~ 100 メッシュ, 内径 3 mm, 長さ 2 m

カラム温度: 90 °C 付近の一定温度

感度: 1: 64 mV

試料量: 1 µL

1 % トリエチルアミンリン酸緩衝液, pH 3.0 トリエチルアミン 10 g を水約 950 mL に溶かし、リン酸で pH 3.0 に調整した後、正確に 1000 mL とする。

トリクロロ酢酸試液* トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。37±0.5 °C に加温して用いる。

トリス緩衝液, pH 8.5 2 アミノ 2 ヒドロキシメチル 1 β プロパンジオール 24.5 g を水 500 mL に溶かし、薄めた希塩酸 (1 10) を加え、pH 8.5 に調整し、塩化カルシウム二水和物 0.74 g を溶かし、水で 1000 mL とする。

トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.8 2 アミノ 2 ヒドロキシメチル 1 β プロパンジオール 12.1 g 及び塩化カルシウム二水和物 11.6 g を水 900 mL に溶かし、塩酸を加え、pH 7.8 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

トリス緩衝液, 0.08 mol/L, pH 8.1 2 アミノ 2 ヒドロキシメチル 1 β プロパンジオール 2.42 g を水 100 mL に溶かす。この液 40 mL に、塩化カルシウム二水和物 0.294 g を溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加え、pH 8.1 に調整し、水を加えて 100 mL とする。

トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.8 トリス緩衝液, 0.1 mol/L, pH 7.8 を見よ。

トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン緩衝液, 0.08 mol/L, pH 8.1 トリス緩衝液, 0.08 mol/L, pH 8.1 を見よ。

トリフェニルアミン (C_6H_5)₃N 白色~微褐色の結晶性粉末で、ジエチルエーテルにやや溶けやすい。

融点 126 ~ 129 °C

強熱残分 0.2 % 以下。

トリフェニルメタノール、薄層クロマトグラフ用 $C_{19}H_{15}Cl$ 白色の粉末である。

純度試験 本品 0.1 g をメタノール 100 mL に溶かした液につき、「ジドブジン」の純度試験 (2) の (i) を準用し、試験を行うとき、 R_f 約 0.73 の位置に単一のスポットを認める。

トリブシン ウシ膵臓より製し、次の反応系において、トリブシン 1 部はカゼイン 250 部を分解する。

カゼイン溶液 カゼイン (乳製) 0.1 g に水 30 mL を加え、よく分散させた後、薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 10) 1.0 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とする。用時製する。

試料溶液 トリブシン 0.01 g を水 500 mL に溶かす。

操作法 カゼイン溶液 5 mL に試料溶液 2 mL 及び水 3 mL を加えて混和し、40 °C に 1 時間放置した後、エタノール (95) / 水 / 酢酸 (100) 混液 (10: 9: 1) 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。

トリブシンインヒビター 大豆より精製し、その 1 mg はトリブシン 10000 ~ 30000 BAEE 単位を阻害する。ただし、1 BAEE 単位とは α N ベンゾイル L アルギニンエチルエステルを基質とし、pH 7.6, 25 °C, 液量 3.2 mL で反応させるとき、1 分間に波長 253 nm における吸光度差 0.001 を示すトリブシン活性をいう。

DL トリプトファン $C_{11}H_{12}N_2O_2$ 白~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに甘く、水にやや溶けにくい。

L トリプトファン* $C_{11}H_{12}N_2O_2$ [K 8676, 特級]

トリフロロ酢酸 CF_3COOH 無色澄明の液体である。

比重 d_4^{20} : 約 1.5

含量 98.5 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水 50 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 11.402 mg $C_2HF_3O_2$

トリフルオロ酢酸 トリフロロ酢酸 を見よ。

o トルイジン $CH_3C_6H_4NH_2$ 無色~微黄色澄明な液である。エタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和する。

溶状 本品 1 mL にエタノール (95) 20 mL を加えて混和するとき、液は澄明である。

比重 d_4^{20} : 0.995 ~ 1.005

水分 0.2 % 以下 (容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.05 % 以下。

DL トレオニン $C_4H_9NO_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに甘い。

融点 229 ~ 230 °C (分解)。

ドロキシドバ異性体 (2S, 3S) 2 アミノ 3 ヒドロキシ 3 (3, 4 ジヒドロキシフェニル)プロピオン酸 $C_9H_{11}NO_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

含量 95.0 % 以上。

類縁物質 本品 0.035 g を水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、「ドロキシドバ」の定量法の条件で液体クロマ

トグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のドロキシドバ異性体以外のピークの合計面積は、標準溶液のドロキシドバ異性体のピーク面積より大きくない。

トロンピン試液 トロンピン(日局)500 単位に生理食塩液 12.5 mL を加えて溶かす。用時製する。

ナイルブルー $C_{20}H_{20}ClN_2O$ 青緑色の粉末で特異なおいがあ。エタノール(99.5)にやや溶けにくく、ピリジンに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

ナイルブルー試液 ナイルブルーの水溶液(1 5000)を等量のヘプタンで 5 回抽出した後、その水溶液 1 容に対し、9 容のエタノール(99.5)を加える。この液は青色を呈する。

ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート試液 ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート 0.1 g を薄めたメタノール(1 2)に溶かし、100 mL とする。

2 ナフタリンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_7SO_3Na$ 白色～淡灰黄赤色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

類縁物質 本品の水溶液(1 2500)5 μ L につき、「ブクラデシンナトリウム」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、2 ナフタリンスルホン酸ナトリウムの保持時間の約 2.5 倍から約 4 倍の範囲にピークを認めない。ただし、検出感度は、2 ナフタリンスルホン酸ナトリウムのピーク高さが 10 cm 以上になるように調整する。

N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 $C_{10}H_7NHCH_2CH_2NH_2 \cdot 2HCl$ [K 8197, 特級]

N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩試液 N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.1 g をプロピレングリコール溶液(7 10)に溶かし、100 mL とする。用時製する。

N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩試液, イオヘキソール用 N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩 0.3 g をプロピレングリコール溶液(7 10)に溶かし、100 mL とする。用時製する。

β ナフチルメチルエーテル $C_{11}H_{10}O$ 白色のりん片状結晶である。

融点 71 ~ 75 $^{\circ}C$

純度試験 本品 0.25 g をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により ナフチルメチルエーテルの量を求めるとき、98.0 % 以上である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm, 長さ約 2 m の管にガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを酸処理及びシラン処理した粒径 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：170 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量： ナフチルメチルエーテルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1.0 mL にアセトニトリルを加えて 100 mL とした液 3 μ L から得た ナフチルメチルエーテルのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15

% になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後から ナフチルメチルエーテルの保持時間の約 3 倍の範囲

2 ナフトエ酸 $C_{11}H_8O_2$ 白色～微褐色の結晶又は粉末である。融点 182 ~ 187 $^{\circ}C$

含量 97.0 % 以上。定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、エタノール(95)20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 17.218 mg $C_{11}H_8O_2$

2 ナフトエ酸ナトリウム $C_{11}H_7NaO_2$

精製法 2 ナフトエ酸 25 g をジエチルエーテル 800 mL 及びエタノール(95)30 mL の混液に溶かし、水酸化ナトリウムのメタノール溶液(7 15)40 mL を加える。析出した白色の結晶をろ取し、エタノール(95)水混液(5:1)で 2 回再結晶する。得られた結晶を 15 時間(減圧, シリカゲル, 60 $^{\circ}C$)で乾燥する。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.08 g を精密に量り、酢酸(100)10 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸液 1 mL = 19.416 mg $C_{11}H_7NaO_2$

2 ナフトール試液* 2 ナフトール 5 g を水酸化ナトリウム溶液(5.3 100)30 mL に溶かし、水を加えて、100 mL とする。用時製する。

β ナフトール試液* 2 ナフトール試液* を見よ。

ナフトレゾルシン $C_{10}H_7(OH)$ 本品は赤褐色の結晶又は灰～灰褐色の粉末である。本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルに溶けやすい。

融点 122 ~ 124 $^{\circ}C$ (分解)。

感度 L 酒石酸溶液(1 1000)2 滴に本品の硫酸溶液(1 10000)1 mL を加え、90 $^{\circ}C$ で 1 時間加熱するとき、液は青緑～緑青色を呈する。

ナリンギン $C_{27}H_{32}O_{14}$ 黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあ。味は苦い。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -87 ~ -93 $^{\circ}$ (105 $^{\circ}C$, 3 時間, 0.1 g, エタノール(95), 10 mL, 100 mm)。

ニクロム酸カリウム・硫酸試液* ニクロム酸カリウム 30 g を水 200 mL に溶かし、これに硫酸 100 mL を注意して加える。

ニコチン酸 $C_6H_5NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 234 ~ 238 $^{\circ}C$

p ニコランジル $C_8H_9N_3O_4$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 112 ~ 114 $^{\circ}C$

二酸化炭素検知管 内径約 2.5 mm, 長さ約 13 cm のガラス管に活性アルミナ 100 g に水酸化ナトリウム試液を含浸させ乾燥したものを充てんし、更に両端を綿線で固定し、熔封したものである。

2 2 2 ニトリロトリエタノール緩衝液*, pH 7.8 2 2 2 ニトリロトリエタノール 29.84 g 及び塩化カルシウム 14.702 g を水 500 mL に溶かし、次に 1 mol/L 塩酸試液約 180 mL を加え、pH 7.8 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

2.2.2 ニトリロトリエタノール試液 2.2.2 ニトリロトリエタノール 65 mL に水を加えて 1000 mL とする。

m ニトロアニリン $C_6H_5N_2O_2$ 黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 112 ~ 116 °C

p ニトロ臭化ベンジル $C_7H_5BrNO_2$ 微黄白色の結晶。

融点 98 ~ 100 °C

純度試験 本品 0.030 g をメタノール 100 mL に溶かす。

この液 5 mL に、メタノールを加えて 20 mL とする。この液 5 μ L につき「酢酸ベタメタゾン」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、定量の障害となるピークを認めない。

m ニトロフェノール $NO_2C_6H_4OH$ [K 9567:1994] ただし、次の規格に適合するもの。

純度試験 本品 0.04 g をアセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) 100 mL に溶かす。この液 5 mL をとり、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) を加えて 25 mL とする。この液 10 μ L につき、「トリクロルメチアジド錠」の定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、定量の障害となるピークを認めない。

ニトロプルシドナトリウム試液* ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム試液* を見よ。

ニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄 (III) 酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 を見よ。

ニンヒドリン・酢酸試液 ニンヒドリン 0.2 g を薄めた酢酸 (100)(1 : 10) 5 mL 及び 1-ブタノール 95 mL に溶かす。用時製する。

ニンヒドリン試液* ニンヒドリン 0.2 g に 0.2 mol/L リン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液 15.5 mL 及び 0.1 mol/L クエン酸溶液 4.5 mL の混液を加えて溶かす。用時製する。

ニンヒドリン試液、ヘパリン類似物質用 ニンヒドリン 4 g にピリジン 8 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 100 mL とする。用時製する。

ニンヒドリン・硫酸試液* ニンヒドリン 0.5 g に硫酸 70 mL を加え、加温して溶かし、冷後、硫酸を加えて 100 mL とする。用時製する。

ニンヒドリン・硫酸試液、噴霧用 ニンヒドリン 0.04 g を硫酸 10 mL に溶かし、水 10 mL 中にかき混ぜながら徐々に加えた後、放冷する。用時製する。

ネスラー試液* 塩化水銀 (II) 10 g、ヨウ化カリウム 30 g 及びアラビアゴム末 5 g を水 200 mL に溶かす。

ネルソン試薬 七モリブデン酸六アンモニウム四水和物 25.0 g を水に溶かし、900 mL とし、更に硫酸 42.0 g を加えてよく振り混ぜる。この液にあらかじめヒ酸水素二ナトリウム七水和物 3.0 g を水に溶かし、50 mL とした液を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。

ノナデカン酸デキサメタゾン $C_{41}H_{86}FO_6$ 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 約 83 °C

類縁物質 本品 0.020 g をエタノール (95) 20 mL に溶

かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μ L につき、「パルミチン酸デキサメタゾン」の純度試験 (3) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。これらの液から得られるそれぞれのピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得た主ピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液から得たピーク面積より大きくない。

1 ノナンスルホン酸ナトリウム $CH_3(CH_2)_9SO_3Na$ 白色の結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 30.0 ~ 32.0 % (0.5 g)。

ノニルフェノキシポリ(エチレンオキシ)エタノール、ガスクロマトグラフ用 ガスクロマトグラフ用に製造したもの。

薄層クロマトグラフ用 *N* アセチル L グルタミン酸 *N* アセチル L グルタミン酸、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 $DL \epsilon N$ アセチルリジン $DL \epsilon N$ アセチルリジン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジスルホンアミド 4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジスルホンアミド、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用塩酸 2 クロロエチルアミン 塩酸 2 クロロエチルアミン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 α フェニル 2 ピペリジン酢酸 α フェニル 2 ピペリジン酢酸、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 5 オキシ 10 メチル 2 フェノチアジニル酢酸 5 オキシ 10 メチル 2 フェノチアジニル酢酸 を見よ。

薄層クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲル オクタデシルシリル化シリカゲル、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用クエン酸タモキシフェン クエン酸タモキシフェン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用高性能シリカゲル 高性能シリカゲル、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用酸化アルミニウム 酸化アルミニウム、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 2,4 ジクロロ 2 イミダゾール 1 イルアセトフェノン (*E*) [*o* (2,4 ジクロロベンジル) オキシム] 硝酸塩 2,4 ジクロロ 2 イミダゾール 1 イルアセトフェノン (*E*) [*o* (2,4 ジクロロベンジル) オキシム] 硝酸塩 を見よ。

薄層クロマトグラフ用 1 [(2*R*, 5*S*)] 2,5 ジヒドロ 5 (ヒドロキシメチル) 2 フリル 予ミン 1 [(2*R*, 5*S*)] 2,5 ジヒドロ 5 (ヒドロキシメチル) 2 フリル 予ミン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用シリカゲル* シリカゲル*、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用セルロース* セルロース*、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用トリフェニルメタノール トリフェニルメタノール、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用ホスファチジルエタノールアミン ホスファチジルエタノールアミン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用マレイン酸 マレイン酸, 薄層クロマトグラフ用 を見よ.

薄層クロマトグラフ用レシチン レシチン, 薄層クロマトグラフ用 を見よ.

薄層板, アセグレート用 薄層クロマトグラフ用シリカゲル* 100 g に薄めた塩酸 (1 : 10) 500 mL を加え, 20 分間振り混ぜた後, 放置する. 上澄液を傾斜して除き, 更に沈殿物に薄めた塩酸 (1 : 10) 500 mL を加えて, 10 分間振り混ぜた後, 吸引る過し, 洗液が中性となるまで水で洗う. 残留物に水を加えて懸濁し, 厚さ 0.25 mm の薄層板を調製し, 105 °C まで 1 時間乾燥し, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷して用いる.

薄層板, アミノ酸用 シリカゲル薄層板 (厚さ 0.25 mm) をメタノール/希塩酸混液 (10 : 1) 中に 30 分間浸す. 次に水に 20 分間ずつ 3 回繰り返して浸した後, 80 °C で 1 時間乾燥する.

薄層板, 亜硫酸リジン用 薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板をメタノール/希塩酸混液 (10 : 1) 中に 30 分間浸す. 次に水に 20 分間ずつ 3 回繰り返して浸した後, 80 °C で 1 時間乾燥する.

パナジン酸アンモニウム試液 パナジン酸アンモニウム 2 g を水 5 mL に懸濁し, 薄めた硫酸 (1 : 2) 50 mL を加えて溶かす.

バニリン・リン酸試液 バニリン 1 g を薄めたリン酸 (1 : 2) 100 mL に加温して溶かす. 用時製する.

パラオキシ安息香酸ノニル $C_{16}H_{24}O_3$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, わずかににおいがある.

融点 約 45 °C

含量 98.5 % 以上. 定量法 本品 50 mg をメタノールに溶かし, 20 mL とする. この液 10 μ L につき, 「プラウノイ抽出精製油」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 主ピークの保持時間の約 3 倍の範囲について, 各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりパラオキシ安息香酸ノニルの量を求める.

バリツチュ緩衝液, pH 8.8 四ホウ酸ナトリウム十水和物 19.10 g を水に溶かし 1000 mL とした溶液とホウ酸 12.40 g 及び塩化ナトリウム 2.92 g を水に溶かし 1000 mL とした溶液を混合し, pH を 8.8 に調整する.

バリツチュ緩衝液, 希, pH 8.8 pH 8.8 のバリツチュ緩衝液に等量の水を加えて混合する. 用時調製する.

DL バリリン $C_8H_{11}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味はわずかに甘い.

融点 298 °C (分解).

バルピタール・アンモニア試液 バルピタール 18.42 g を水 200 mL 及びアンモニア水 (28) 10.0 mL に溶かし, 水を加えて 1000 mL とする.

バルピタール・バルピタールナトリウム緩衝液, pH 8.6 バルピタール 1.62 g 及びバルピタールナトリウム 12.38 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

パルミチン酸 $CH_3(CH_2)_{14}COOH$ パルミチン酸 [K 8756, 特級] を熱エタノール (95) を用いて 3 回再結晶し, 得られた結晶をデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥したもの.

パレイショデンブ試液, サナクターゼ M, L 用 あらかじめ

め, パレイショデンブ約 1 g を精密に量り, 105 °C で 2 時間乾燥し, その減量を測定する. その乾燥物 1.000 g に対応するパレイショデンブを正確に量り, 三角フラスコに入れ, 水 20 mL を加えてよく振り混ぜながら徐々に 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5.0 mL を加え, のり状とする. 次に水浴中で振り混ぜながら 3 分間加熱した後, 水 25 mL を加え, 冷後, 2 mol/L 塩酸試液で正確に中和し, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10.0 mL を加え, 水を加えて正確に 100 mL とする. 用時製する.

ピアセチルモノオキシム $C_8H_7NO_2$ 白色～淡黄色の結晶性の粉末で, 水又はエタノール (95) に溶けやすい.

融点 75 ~ 77 °C

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g).

ヒアルロニダーゼ ウシの睾丸から抽出し, 真空凍結乾燥したもの. 比活性は次の方法で試験するとき, 300 ~ 500 単位/mg である.

本品約 5 mg を精密に量り, 10 °C 以下に冷却した 0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液に溶かし, 正確に 20 mL とする. この液につき, 「ヘパリン類似物質」のヒアルロニダーゼ活性阻害作用の項を準用し $\frac{a \times (A_1 - A_3)}{A_5}$ を求め, ヒ

アルロニダーゼ標準液から求めた $\frac{a \times (A_1 - A_3)}{A_5}$ と比較

し, 1 mg 当たりの単位を求める.

ヒアルロニダーゼ試液 ヒアルロニダーゼ約 0.01 g を精密に量り, 10 °C 以下に冷却した 0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液を用いて, 1 mL 中にヒアルロニダーゼ活性が 80 ~ 130 単位になるように調製する.

ヒアルロン酸ナトリウム ヒト臍帯から抽出したもの. ヒアルロン酸ナトリウム試液を調製し, 次の試験を行う.

混濁否定試験 「ヘパリン類似物質」のヒアルロニダーゼ活性阻害作用の項を準用し, システムⅢの操作を行うとき, 液に混濁を認めない.

分解試験 「ヘパリン類似物質」のヒアルロニダーゼ活性阻害作用の項を準用し, ヒアルロニダーゼ標準溶液を作用させ, $\frac{a \times (A_1 - A_3)}{A_5}$ を測定するとき, 20 ~ 25 μ g である.

ヒアルロン酸ナトリウム試液 ヒアルロン酸ナトリウム 0.100 g を pH 5.4 の塩化ナトリウム・酢酸原液に溶かし, 20 mL とする.

微結晶セルロース薄層板 薄層クロマトグラフ用セルロース* 10 g に 30 mL の水を加えて約 20 分間振り混ぜ, ガラス板上に厚さ 0.25 mm になるよう均一に塗布する. 風乾後, 70 °C で 20 分間加熱し, デシケーター (シリカゲル) 中で放冷する.

ピオチン $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ 白色又はほとんど白色の結晶性の粉末で, においはない.

融点 223 ~ 232 °C

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +87 ~ +94 ° (乾燥後, 0.5 g, 希水酸化ナトリウム試液, 50 mL, 100 mm).

ピクロエトポシド 4 ジメチルエピピクロポドフィロトキシン 9 (4 β O エチリデン D グルコピラノシド) $C_{29}H_{32}O_{13}$ 「エトポシド」より次に示す方法で製し, 次の規格に適合するもの.

製法 「エトポシド」6 g に酢酸ナトリウム三水和物 8.4 g 及びメタノール 120 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 4 時間加熱する。冷後、減圧で溶媒を留去し、残留物にクロロホルム 80 mL 及び水 60 mL を加えて激しく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、洗液が中性になるまで水洗し、減圧で溶媒を留去する。残留物にメタノール 40 mL 及びエタノール (95) 100 mL を加え、50 ~ 60 °C に加温して溶かし、室温で放置し、析出した結晶をろ取する。得られた結晶をメタノール 50 mL に加熱して溶かし、約 1/4 量まで濃縮した後、室温で放置し、析出した結晶をろ取し、70 °C で 5 時間減圧乾燥する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品を乾燥 (減圧, 100 °C, 4 時間) し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3530 cm^{-1} , 1747 cm^{-1} , 1612 cm^{-1} , 1485 cm^{-1} 及び 1255 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 218 ~ 224 °C

ヒ酸水素二ナトリウム七水和物 $\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で、水に溶けやすい。

溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.5 g を 300 mL の共栓フラスコに精密に量り、水 25 mL を加え、約 80 °C に加熱して溶かし、塩酸 10 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加え、直ちに密栓し、15 分間暗所に放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンブン試液)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L チオ硫酸二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 15.601 \text{ mg } \text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$$

貯法 密封容器。

N,O ビス トリメチルシリル トリフルオロアセトアミド

$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{F}_3\text{NOSi}_2$ 無色の液で、特異なおいがある。

沸点 40 °C (1.6 kPa)

融点 -10 °C

ヒト正常血漿 5 人の健康な成人男子より、クエン酸三ナトリウム二水和物溶液 (19 500) 1 容量に対し血液 9 容量を採血し、3000 回転で 15 分間遠心分離した後、それぞれの上澄液等容量を混和し、ヒト正常血漿とする。4 °C 以下に保存し、調製後、4 時間以内に用いる。

p ヒドロキシ安息香酸 n ノニール $\text{C}_{18}\text{H}_{25}\text{O}_3$ 白色の結晶性の粉末である。

融点 42 ~ 44 °C

p ヒドロキシ安息香酸 sec プチル $\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COOCH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3310 cm^{-1} , 2980 cm^{-1} , 1673 cm^{-1} , 1284 cm^{-1} 及び 774 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 本品のアセトニトリル溶液 (3 5000) を pH 6.8 のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2) で 10 倍に薄めた液につき、「塩酸デラブリル」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、主ピーク以外のピーク面積百分率の合計は 0.2 % 以下であり、かつデラブリルの保持時間に近いピークを認めない。

1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノン塩酸塩 $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 白色 ~ 灰色の結晶性の粉末である。

融点 123 ~ 138 °C

純度試験 本品 0.010 g をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき、塩酸リトドリン標準品の純度試験を準用し、得られた薄層クロマトグラムを波長 530 nm でクロマトスキャンナーを用いて各スポットの濃さを測定するとき、主スポットの濃さは全スポット濃度の 90 % 以上である。

7 ヒドロキシフラボン、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_3$ 白色 ~ 黄白色の粉末で、クロロホルムに極めて溶けにくい。

融点 約 245 °C (分解)。

類縁物質 本品 1.0 mg をとり、クロロホルム 100 mL を正確に加えて溶かした液につき、「エフロキサート」の純度試験 (4) を準用し、試験を行うとき、 R_f 約 0.20 の位置に単一のスポットを示す。

L ヒドロキシプロリン $\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_3$ [K 9102, 特級]

p ヒドロキシベンズアルデヒド $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ 白色 ~ 淡褐色の結晶性の粉末で、エタノール (99.5) に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

融点: 115 ~ 118 °C

6 ヒドロキシ 2,2,5,7,8 ペンタメチルクロマン $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{O}_2$ 白色 ~ 微黄色の結晶性の粉末である。

純度試験 溶状 本品 0.5 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明 ~ 微黄色澄明である。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品のヘキサソル溶液 (1 25000) を試料溶液とし、「イコサベント酸エチル」のトコフェノール含量の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。この液の 6 ヒドロキシ 2,2,5,7,8 ペンタメチルクロマンのピーク面積及びその他の成分のピーク合計面積を測定し、 A_T 及び A を求める。

6 ヒドロキシ 2,2,5,7,8 ペンタメチルクロマン ($\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{O}_2$) の量 (%)

$$= \frac{A_T}{A_T + A} \times 100$$

2 % ヒドロキシルアミン試液 A 液: 塩酸ヒドロキシルアンモニウム 4 g をエタノール (95) に溶かし、100 mL とする。B 液: 水酸化カリウム 12 g をエタノール (95) に溶かし、100 mL とする。使用直前に A 液及び B 液のそれぞれ等容量を混ぜ、冷後、ろ過する。

2,2 ビピリジル試液 2,2 ビピリジル 0.1 g を 0.2 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かす。用時製する。

標準メタノール メタノール (CH_3OH) の含量を測定したメタノール。ただし、標準メタノールの比重 d_{20}^{20} とメタノール (CH_3OH) 含量との関係は 0.7944 : 99.61 vol %, 0.7941 : 99.67 vol %, 0.7939 : 99.75 vol %, 0.7936 : 99.81 vol %, 0.7933 : 99.87 vol % である。

4 [4 (p ビフェニル) 4 ヒドロキシピペリジノ] 4 フルオロプロチロフェノン $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{FNO}_2$ 白色 ~ 淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、クロロホルムにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

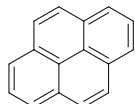
融点 169 ~ 172 °C (分解)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.35 g を精密に

量り、酢酸 (100) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.75 mg $C_{27}H_{28}FNO_2$

ピレン



$C_{20}H_{12}$: 202.25 白色～淡黄色の結晶又は又は結晶性の粉末で、メタノールに溶けにくい。

融点 149 ~ 153 °C

ファストブルー B 塩 $C_{14}H_{12}Cl_2N_4O_2 \cdot 2ZnSO_4$ 灰緑色の結晶性の粉末で、水にやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、アセトンにほとんど溶けない。

溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は淡黄緑色澄明である。

ファストブルー試液 ファストブルー B 塩 0.1 g に水 100 mL を加えて溶かす。用時製する。

フィブリノーゲン試液 通常、フィブリノーゲン (ウシ) 0.1 g に pH 7.4 の 0.067 mol/L リン酸塩緩衝液 40 mL を加えて溶かし、ろ過する。用時製する。ただし、「ストレプトキナーゼ・ストレプトドルナーゼ」力価試験 (1) を準用し、溶解時間を測定するとき、ストレプトキナーゼ標準溶液の (1 ~ 500) の溶解時間が 250 ~ 450 秒の範囲内に入るようにフィブリノーゲン (ウシ) の濃度を調整する。

フェナセチン $C_{10}H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、エタノール (95) にやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

融点 134 ~ 137 °C

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、希塩酸 30 mL を加え、還流冷却器を付けて 1 時間煮沸する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 ~ 5) 25 mL を加え、分液漏斗に入れ、クロロホルム 30 mL ずつで 3 回抽出し、それぞれの抽出液は同じ脱脂綿を用いて順次ろ過する。脱脂綿はクロロホルム 2 mL ずつで 5 回洗い、洗液はろ液に合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。別に希塩酸 30 mL をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 ~ 5) 25 mL を加え、以下同様の方法で操作して得たクロロホルム抽出液及び洗液を合わせたものに氷酢酸 15 mL を加え、空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.922 mg $C_{10}H_{13}NO_2$

1,10 フェナントロリン液 1,10 フェナントロリン-水合物 0.15 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。冷暗所に保存するとき、1 箇月間有効である。

o フェナントロリン液 1,10 フェナントロリン液 を見よ。

dL フェニルアラニン $C_9H_9NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は甘く、水にやや溶けやすい。

融点 271 ~ 273 °C (分解)。

フェニルシリル化シリカゲル、液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

D フェニルグリシン $C_8H_9NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末

で、水に溶けにくい。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.116 mg $C_8H_9NO_2$

フェリシアン化第二鉄試液 ヘキサシアノ鉄 (III) 酸試液 を見よ。

不活化した百日せき菌 生物学的製剤基準百日せきワクチンと同等のもの。

フタル酸ジフェニル* $C_6H_4(COOC_6H_5)_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールにやや溶けやすい。

融点 72 ~ 76 °C

類縁物質 本品 0.010 g をメタノールに溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、「塩酸プロパフェノン」の純度試験 (3) 類縁物質の操作条件 1 及び操作条件 2 に従い、液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、本品及び溶媒以外のピークを認めない。ただし、検出感度は試料溶液 10 μ L から得たフタル酸ジフェニルのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する。

フタル酸ジ n ブチル* $C_{18}H_{22}O_4$ 無色澄明の液体である。

屈折率 n_D^{20} : 1.490 ~ 1.495

比重 d_4^{20} : 1.047 ~ 1.051

酸価 0.07 以下

純度試験 本品のアセトニトリル溶液 (1 ~ 1000) につき、「イブプリラボン」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、測定の妨害となるピークを認めない。

フタル酸ビス (シス 3,3,5 トリメチルシクロヘキシル) $C_{24}H_{34}[COOC_6H_4(CH_3)_3]_2$ 白色の粉末である。

純度試験 本品 0.2 g をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし、アセトニトリル/水混液 (93:7) を加えて 25 mL とする。この液 10 μ L につき、「プロブコール」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、主ピーク及び溶媒ピーク以外のピークを認めない。

フタル酸 n ブチル $C_6H_4[COO(CH_2)_4CH_3]_2$ 無色澄明な液で、本品のアセトニトリル/水混液 (7:3) 溶液 (1 ~ 100) 5 μ L につき、「レピリナスト」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、定量の障害となるピークを認めない。

N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム

$C_{14}H_{17}N_5O_7PNa$ 白色の粉末である。

類縁物質 本品の「ブクラデシンナトリウム」の定量法の移動相溶液 (1 ~ 50000) 5 μ L につき、「ブクラデシンナトリウム」の純度試験 (4) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、本品以外のピークを認めない。

2 O ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム

$C_{14}H_{17}N_5O_7PNa$ 白色の粉末である。

類縁物質 本品の「ブクラデシンナトリウム」の定量法の移動相溶液 (1 ~ 50000) 5 μ L につき、「ブクラデシンナトリウム」の純度試験 (4) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、本品以外のピークを認めない。

3 n ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ[1.5 α]ピリジン
 $C_{14}H_{18}N_2O$ 本品を乾燥したものは定量するとき, 3 n ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ[1.5 α]ピリジン ($C_{14}H_{18}N_2O$) 99.0 % 以上を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはない.

融点 86 ~ 89 °C

純度試験 本品 0.010 g を「イブジラスト」の純度試験 (4) の移動相 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 移動相を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 「イブジラスト」の純度試験 (4) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき, 主ピークの保持時間の約 3 倍の範囲について, それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液の 3 n ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ[1.5 α]ピリジン以外のピークの合計面積は, 標準溶液の 3 n ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ[1.5 α]ピリジンのピーク面積より大きくない.

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 1 時間).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 無水酢酸 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.031 mg $C_{14}H_{18}N_2O$

フッ化アンモニウム NH_4F 無色の結晶で, アンモニアのようににおいがあり, 水に溶けやすく, エタノール (95) に溶けにくい.

屈折率 n_D^{20} : 1.401

沸点 78 °C

フッ化ナトリウム・塩酸試液 フッ化ナトリウム 0.5 g を 0.5 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かす. 用時製する.

フッ化ナトリウム試液* フッ化ナトリウム 0.5 g を 2 mol/L 塩酸試液 15 mL 及び水 5 mL に溶かす.

フラボン 7 オキシアセテート, 薄層クロマトグラフ用 $C_{17}H_{12}O_5$. 白色の粉末で, クロロホルムに極めて溶けにくい.

融点 約 280 °C (分解).

類縁物質 本品 1.0 mg をクロロホルム 10 mL に溶かした液につき, 「エフロキサート」の純度試験 (4) の条件で薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 主スポット以外のスポットを認めない.

含量 95.0 % 以上. 定量法 本品約 0.20 g を精密に量り, 中和エタノール 100 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴).

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 0.029627 g $C_{17}H_{12}O_5$
 プリトン・ロビンソン緩衝液, pH 7.0 リン酸 4 g, 酢酸 (100) 2.4 g 及びホウ酸 2.5 g を水に溶かし, 1000 mL とした液に水酸化ナトリウム溶液 (1 125) を加え, pH 7.0 に調整する.

ブリリアントグリーン試液 ブリリアントグリーン 2 g を酢酸 (100) に溶かし, 100 mL とする.

フルオレスカミン $C_{17}H_{16}O_4$ (4 phenylspir[furan 2(3H)]1 phtalan] 3,3 dione). 白色の粉末で, アセトニトリル, アセトン又は 1,4 ジオキサランに溶け, 水にほとんど溶けない. デシケーター (シリカゲル) 中に保存する.

フルオレン $C_{13}H_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, 特異な

においがある.

融点 114 ~ 118 °C

類縁物質 本品 0.025 g をメタノールに溶かして 50 mL とし, 試料溶液とする. この液 3 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のフルオレン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のフルオレンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出感度以外の操作条件は「プロピオン酸デキサメタゾン」の純度試験 (2) を準用する.

検出感度: 試料溶液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とした液 10 μL から得たフルオレンのピークの高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する.

含量 96.0 % 以上. 定量法 本品を室温で 4 時間減圧乾燥し, その約 0.05 g を精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 50 mL とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とする. 更にこの液 5 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 25 mL とし, 試料溶液とする. 試料溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 261 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する.

フルオレン ($C_{13}H_{10}$) の量 (mg) = $\frac{A}{1188} \times 125000$

4 フルオロ安息香酸 $C_7H_5FO_2$ 白色の結晶性の粉末である.

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3090 cm^{-1} , 1684 cm^{-1} , 1605 cm^{-1} , 1431 cm^{-1} , 1236 cm^{-1} 及び 854 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

融点 182 ~ 188 °C

純度試験 本品 0.010 g をメタノールに溶かし, 100 mL とする. この液 20 μL につき, 「ブシラミン」の純度試験 (3) の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 保持時間 5 分付近のピーク面積は 4 フルオロ安息香酸のピーク面積の 0.1 % 以下である.

ブルーテトラゾリウム・エタノール試液 ブルーテトラゾリウム 0.02 g をエタノール (99.5) 15 mL に加温して溶かし, 必要ならば過した後, エタノール (99.5) を加えて正確に 20 mL とする.

ブルーテトラゾリウム試液 ブルーテトラゾリウム 200 mg をエタノール (95) に加温して溶かし, 冷後エタノール (95) を加えて 50 mL とする. 用時製する.

ブルーテトラゾリウム・水酸化ナトリウム試液 ブルーテトラゾリウムのメタノール溶液 (1 10) 1 容量に, 水酸化ナトリウムのメタノール溶液 (2 25) 4 容量を加える. 用時製する.

プロピオン酸, 無水 無色澄明の液である.

プロブコール類縁物質 A 標準品溶液 プロブコール類縁物質 A 標準品 2.0 mg をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし, アセトニトリル/水混液 (93 : 7) を加えて正確に 50 mL とする. 更にこの液 1 mL を正確に量り, アセトニトリル/水

混液 (93 : 7) を加えて正確に 20 mL とする .

プロブコール類縁物質 B 標準品溶液 プロブコール類縁物質 B 標準品 2.0 mg をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし , アセトニトリル/水混液 (93 : 7) を加えて正確に 25 mL とする .

プロムチモールブルー試液* プロムチモールブルー試液* を見よ .

プロムチモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 プロムチモールブルー・N,N ジメチルホルムアミド試液 を見よ .

プロムフェノールブルー試液* プロムフェノールブルー試液* を見よ .

プロムフェノールブルー試液*, 希 プロムフェノールブルー試液*, 希 を見よ .

プロムフェノールブルー試験紙 プロムフェノールブルー試験紙 を見よ .

プロムチモールブルー試液* プロムチモールブルー 0.1 g に水 150 mL を加え , 70 ~ 80 °C で 3 時間加温し , 冷後 , る過する .

プロムチモールブルー・N,N ジメチルホルムアミド試液 プロムチモールブルー 1 g を N,N ジメチルホルムアミド 100 mL に溶かす . 必要ならばろ過する .

1 プロモナフタレン C₁₀H₇Br 薄い黄色 ~ 黄色の澄明な液体である .

屈折率 n_D²⁰ : 1.655 ~ 1.663

比重 d₄²⁰ : 1.480 ~ 1.490

類縁物質 本品 1 μL につき , 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い , 各々のピーク面積を自動積分法により測定し , 面積百分率法により 1 プロモナフタレンの量を求めるとき , 95.0 % 以上である .

操作条件

検出器 : 熱伝導度型検出器

カラム : 内径約 0.52 mm , 長さ約 15 m の管の内面に 100 % ジメチルポリシロキサンを保持させる .

温度 : カラム槽 初期温度 150 °C
終末温度 280 °C
昇温速度 10 °C/分

検出器槽 280 °C

試料気化室 280 °C

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : 1 プロモナフタレンの保持時間が約 3 分になるように調整する .

面積測定範囲 : 1 プロモナフタレンの保持時間の約 4 倍の範囲

スプリット比 : 1/20

プロムフェノールブルー試液* プロムフェノールブルー 0.1 g を水 80 mL に 50 °C に加温して溶かし , 冷後水を加えて 100 mL とし , る過する . 用時製する .

プロムフェノールブルー試液*, 希 プロムフェノールブルー 0.05 g を水 80 mL に加温して溶かし , 冷後 , 水を加えて 100 mL とし , る過する . 用時製する .

プロムフェノールブルー試験紙 プロムフェノールブルー試液にろ紙を浸して清浄な室で乾燥して製する .

フロログルシン・塩酸試液 フロログルシン 1.0 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし , 塩酸 40 mL を加える .

フロログルシン・水酸化ナトリウム試液 フロログルシン 1.0 g を水酸化ナトリウム溶液 (1 : 40) に溶かし , 100 mL とする .

噴霧用硫酸酸性ドラージェンドルフ試液 ドラージェンドルフ試液 , 噴霧用硫酸酸性 を見よ .

ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム試液* ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 1 g を水/アンモニア水 (28) 混液 (3 : 1) に溶かし , 50 mL とする .

ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸試液 塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物 0.1 g 及びヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウム 0.1 g を水 100 mL に溶かす .

n ヘキサノール C₆H₁₄O 無色澄明の液体 .

1 ヘキサンスルホン酸ナトリウム CH₃(CH₂)₅SO₃Na 白色の結晶又は結晶性の粉末で , 薄めた酢酸 (100) (1 : 100) に溶ける . 液体クロマトグラフ用に調製したもの .

ヘキサステロール 「ヘキサステロール」

ペプトン, 獣肉製 本品は帯赤黄色 ~ 褐色の粉末で , 特異なおいがあるが , 腐敗臭はない . 水に溶けて黄褐色の弱酸性の液となる . エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けない .

窒素含量 14.0 ~ 16.5 %

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g , 減圧 , 60 °C , 3 時間) .

強熱残分 15 % 以下 (0.5 g) .

凝固性たん白質 本品の水溶液 (1 : 70) を沸騰するまで加熱するとき , 沈殿を生じない .

プロテオース 本品の水溶液 (1 : 10) 5 mL に硫酸亜鉛七水和物飽和溶液 20 mL を加えるとき , わずかに軽い析出物を生じる程度以下である .

ペプトン, ミルク 脱脂した牛乳をトリプシンにより加水分解した後 , 乾燥して粉末とする .

ヘペス加 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地 N 2 ヒドロキシエチルピペラジン N 2 エタンスルホン酸 (ヘペス) 0.48 g を 100 mL の 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地に溶かし , 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液又は 0.5 mol/L 塩酸を加え , pH 7.4 に調整する .

ベルゲニン, 定量用 C₁₄H₁₆O₉ · H₂O 本品は白色の結晶で , においはなく , 味は初めないが , 後にわずかに苦い . 本品はメタノールに溶けやすく , 水に溶けにくい .

融点 138 ~ 139 °C であるが , 再び固まり約 230 °C で融解する .

吸光度 E_{1%}^{1cm} (275 nm) : 230 ~ 245 (2 mg , メタノール , 100 mL) .

製法 「アカメガシワエキス」に 20 倍量のメタノールを加え , 還流冷却器を付け , 水浴上で 60 分間加熱する . 冷後 , る過し , 酢酸鉛 (Ⅱ) 三水和物のメタノール溶液 (1 : 10) を沈殿が生じなくなるまで加えた後 , 遠心分離する . 上澄液をとり , これに硫化水素を沈殿が生じなくなるまで通じた後 , 遠心分離する . 上澄液をとり , 濃縮して放置する . 析出する結晶をとり , メタノール/水混液 (4 : 1) を用いて再結晶を行う . 必要ならば , 更に再結晶を繰り返す .

純度試験

(1) 本品 0.40 g をメタノールに溶かし , 10 mL とし , 試料溶液とする . この液につき , 薄層クロマトグラフ法により試験を行う . 試料溶液 10 μL を薄層クロマ

トグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水混液(65:25:4)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長:254nm)を照射するとき、主スポット以外のスポットを認めない。

(2) 本品0.020gをメタノール50mLに溶かす。この液3 μ Lにつき、「アカメガシウエキス」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、主ピーク以外のピークを認めない。

N α ベンゾイル *L* アルギニンエチル試液 *N* α ベンゾイル *L* アルギニンエチル塩酸塩 0.07gに新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、正確に10mLとする。用時製する。

N α ベンゾイル *DL* アルギニン *p* ニトロアニリド試液 *N* α ベンゾイル *DL* アルギニン *p* ニトロアニリド塩酸塩 0.1gを加温した水に溶かし、100mLとする。

N α ベンゾイル *DL* アルギニン *p* ニトロアニリド塩酸塩 $C_{19}H_{22}N_6O_4 \cdot HCl$

淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。水又はエタノール(95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくい。

融点 270 ~ 280 $^{\circ}C$ (分解)。

溶状 本品0.1gを水20mLに溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

他のアミノ酸 本品0.10gを水6mLに溶かす。この液に塩酸4mLを加え、沸騰水浴中で5分間加熱分解し、試料溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液5 μ Lをろ紙にスポットする。次に水/酢酸(100)/1ブタノール混液(5:4:1)を展開溶媒として約30cm展開した後、ろ紙を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1:50)を均等に噴霧した後、90 $^{\circ}C$ で10分間加熱するとき、主スポット以外の紫色のスポットを認めない。

吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (315nm): 335 ~ 345(2mg, 希エタノール, 100mL)。

含量 99.0%以上。定量法 本品約0.8gを精密に量り、水50mLに溶かし、必要ならば0.1mol/L水酸化ナトリウム液で中和し、ジクロロフルオレセイン試液4滴を加え、0.1mol/L硝酸銀液で滴定する。

0.1mol/L硝酸銀液1mL = 43.49mg $C_{19}H_{22}N_6O_4 \cdot HCl$

N ベンゾイル *L* チロジン $C_{16}H_{15}NO_4$

製法 *L* チロジン6gをとり、テトラヒドロフラン40mLを加えてかき混ぜながら塩化ベンゾイル2.3gを徐々に滴加した後、70 ~ 75 $^{\circ}C$ で2時間還流する。冷後、析出した結晶をろ紙でろ過して取り除き、テトラヒドロフランを減圧で留去する。得られた残留物に酢酸エチル50mLを加え加温して溶かした後、ヘキサン30mLを加えて振り混ぜ一昼夜放置する。得られた結晶はろ過で溶媒を分離し、室温で一昼夜放置した後、60 $^{\circ}C$ で4時間乾燥する。

融点 163 ~ 167 $^{\circ}C$

N ベンゾイル *L* チロジンエチルエステル $C_{18}H_{19}NO_4$ 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品のエタノール(99.5)溶液(1:10000)の吸収スペクトルを測定するとき、波長276 ~ 278nmに吸収の極大を、波長264 ~ 266nmに吸収の極小を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (277nm): 65 ~ 75(0.05g, エタノール(99.5), 500mL)。

純度試験 本品のテトラヒドロフラン溶液(1:25000)3 μ Lにつき、「ベンチロミド」の純度試験(5)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、主ピーク以外のピークを認めない。

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液* ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物0.5gを水10mLに溶かし、塩酸ヒドロキシアンモニウム0.5g及び炭酸水素ナトリウム1gを加えて振り混ぜ、臭素2滴を加えて振り混ぜた後、空気を吹き込んで過剰の臭素を除き、ろ過する。ろ液に水を加えて25mLとする。用時製する。

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム二水和物溶液(6:100)5mL、ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(65:1000)5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1:10)2.5mLに水を加えて25mLとし混和した後、液の暗赤色が淡黄色になるまで放置する。用時製する。

ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液、塩酸グアンファシン用 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液2mLに水酸化ナトリウム溶液(1:10)1mL及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液1mLを加え、更に水2mLを加えて混和し、室温で20分間放置して使用する。用時製する。
ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム・ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液、塩酸メトホルミン用 ペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム溶液(1:10)、ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム溶液(1:10)及び水酸化ナトリウム溶液(1:10)を等量ずつ混和し、30分間放置し、液の色が暗赤色から黄色に変わった後、使用する。用時製する。

ホウ酸塩試液 ホウ酸4.95gを水50mLに加温して溶かし、水酸化カリウム試液を加え、pH9.1に調整した後、水を加えて100mLとする。

ホウ酸塩・塩酸緩衝液, pH9.0 四ホウ酸ナトリウム十水和物19.0gを水900mLに溶かし、1mol/L塩酸試液を加え、pH9.0に調整した後、水を加えて1000mLとする。

ホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, pH13.0 緩衝液用0.2mol/Lホウ酸・0.2mol/L塩化カリウム試液50mLに2mol/L水酸化ナトリウム試液を加え、pH13.0に調整する。ポリエチレン瓶に保存する。

ホウ酸緩衝液, pH9.0 ホウ酸3.1gを0.1mol/L水酸化ナトリウム試液210mLに溶かし、塩化マグネシウム六水和物液(1:50)10mL及び水を加えて1000mLとする。必要ならばpH9.0に調整する。

ホウ酸試液, 緩衝液用, 0.2mol/L ホウ酸12.376gを水に溶かし、1000mLとする。

ホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液, pH9.0 緩衝液用0.2mol/Lホウ酸試液に水酸化ナトリウム試液を滴加し、pH9.0に調整する。

ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液, pH8.0 四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液, pH8.0 を見よ。

ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液
を見よ。

ホウ酸・四ホウ酸ナトリウム緩衝液, pH 8.5 ホウ酸 0.342 g,
四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.477 g 及び塩化ナトリウム
8.29 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

ホスファチジルエタノールアミン, 薄層クロマトグラフ用 新
鮮な牛脳から抽出した L α ホスファチジルエタノールアミ
ンで, 通例, クロロホルムの溶液である。本品 0.5 mg に
対応する容量をとり, 溶媒を減圧留去し, 残留物にクロロホル
ム 0.2 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液につ
き, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液
20 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調整し
た薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水
混液 (65 : 25 : 4) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後,
薄層板を風乾する。これにモリブデンブルー試液を均等に噴
霧するとき, R_f 値約 0.5 の位置に青色の主スポット以外の
スポットを認めない。

ポリアミド, カラムクロマトグラフ用 ポリアミド (75 ~
150 μ m) をカラムクロマトグラフ用に製造した上質のもの。
ポリアルキレングリコール, ガスクロマトグラフ用 ガスクロ
マトグラフ用に製造したもの。

ポリアルキレングリコールフタル酸エステル, ガスクロマトグ
ラフ用 ガスクロマトグラフ用に製造したもの。ただし, 平
均分子量 70000 のものを用いる。

ポリエチレングリコール 1000, ガスクロマトグラフ用 ガス
クロマトグラフ用に製造したもの。

ポリエチレングリコールモノパラオクチルフェニルエーテル
C₈H₁₇·C₆H₄·(OC₂H₄)_nOH ガスクロマトグラフ用に製造し
た上質のもの。

ポリオキシエチレンラウリルエーテル
CH₂(CH₂)_nQ(CH₂CH₂O)_nH ラウロマクロゴール (日局)。
ポリソルベート 20* 本品は無水ソルビトールの水酸基の一部
をラウリル酸でエステル化したもののポリオキシエチレンエ
ーテルである。無色~だいたい黄色粘性の液で, わずかに特
異なおいがある。

粘度 300 ~ 450 センチストークス (25 °C)。

比重 d₂₅²⁵: 1.080 ~ 1.130

ポリヒドロキシメタクリレート系樹脂, 液体クロマトグラフ用
液体クロマトグラフ用に製造したもの。

ポリビニルアルコール試液* ポリビニルアルコール I 18 g
及びポリビニルアルコール II 2 g を水 800 mL に懸濁し,
かき混ぜながら 75 ~ 80 °C で 1 時間加熱する。冷後, 必
要ならばろ過し, 水を加えて 1000 mL とする。

ポリビニル硫酸カリウム, コロイド滴定用 (C₂H₃KO₂S) 白
色~微褐色の粉末である。

溶状 本品 0.10 g を水 100 mL に溶かすとき, 液は澄
明である。

硫酸塩 0.05 % 以下。

エステル化度 90.0 % 以上。本品をデシケーター (減
圧, シリカゲル) で 48 時間乾燥し, その約 0.5 g を精密
に量り, 分解フラスコに入れ, 発煙硝酸 20 mL 及び過塩素
酸 2 mL を加え, 加熱濃縮して 5 mL とする。冷後, 水
200 mL を加え, 沸騰するまで加熱し, 熱塩化バリウム試液
を滴加し, 沈殿が生じなくなったとき, 水浴上で 1 時間加

熱する。沈殿をろ取し, 洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を
生じなくなるまで水で洗い, 乾燥し, 恒量になるまで強熱し,
質量を量り, 硫酸バリウム (BaSO₄: 233.39) の量とする。
同様の方法で空試験を行い, 補正する。

エステル化度 (%)

$$= \frac{\text{硫酸バリウム (BaSO}_4\text{) の量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 100 \times 0.6950$$

ポリメチルシロキサン, ガスクロマトグラフ用 ガスクロマト
グラフ用に製造したもの。

ホルムアミド・ピリジン緩衝液 ホルムアミド及び水/ピリジ
ン/酢酸 (100) 混液 (225 : 25 : 1) を 4 : 6 の割合で混合
する。

McIlvaine 緩衝液, pH 4.0 薄めた 1 mol/L クエン酸試液
(1 10) 123 mL に薄めた 0.5 mol/L リン酸水素ナト
リウム試液 (2 5) を加えて 200 mL とする。

マラカイトグリーンシュウ酸塩試液 マラカイトグリーンシュ
ウ酸塩 1 g を酢酸 (100) に溶かし, 200 mL とする。

マレイン酸, 薄層クロマトグラフ用 白色の結晶性の粉末で,
においはない。

融点 130 ~ 133 °C

「マレイン酸カルビノキサミン」の確認試験 (2) の条件
で薄層クロマトグラフ法により, 試験を行うとき R_f 値約
0.4 の位置のスポット以外のスポットを認めない。

水飽和ジエチルエーテル ジエチルエーテル 200 mL に水 50
mL を加え, よく振り混ぜた後, 静置し, その上澄液を用い
る。

無水塩化アルミニウム 塩化アルミニウム (III) を見よ。

無水塩化カルシウム 塩化カルシウム を見よ。

無水プロピオン酸 プロピオン酸, 無水 を見よ。

蒸留試験 160 ~ 168 °C

無水 *n* 酪酸 *n* 酪酸, 無水 を見よ。

メタ過ヨウ素酸ナトリウム 過ヨウ素酸ナトリウム を見よ。

メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液 過ヨウ素酸ナトリウム試液
を見よ。

メタノール, 液体クロマトグラフ用 メタノールを液体クロマ
トグラフ用に蒸留精製したもの。

メタノール, 中和 メタノール 150 mL にメチルエロー・メ
チレンブルー試液 2 ~ 3 滴を加え, 0.02 mol/L 水酸化カ
リウム・メタノール液を液が赤褐色を呈するまで滴加する。

DL メチオニン C₃H₇NO₂S 白色の薄片状結晶又は結晶性の
粉末で, わずかに特異なおいがあり, 味はわずかに甘く,
エタノール (95) に極めて溶けやすく, 水にやや溶けやすく,
ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 281 °C (分解)。

メチルイエロー・メチレンブルー試液 メチルエロー・メチ
レンブルー試液 を見よ。

6 メチルウラシル C₈H₆N₂O₂ 白色の結晶又は結晶性の粉末で,
水又はエタノール (95) に溶けにくく, ジエチルエーテルに
ほとんど溶けない。

純度試験 本品 0.050 g を水に溶かし, 100 mL とする。

この液 10 μ L につき, 「フルオロウラシルドライシロッ
プ」の定量法の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行
うとき, 単一ピークを示すか, 又は他のピークを認めてもフ
ルオロウラシルのピークと重ならない。

メチルエロー・メチレンブルー試液 メチルエロー 1 g 及び
メチレンブルー 0.1 g をメタノール 125 mL に溶かす。

メチルオレンジ・アセトン試液 メチルオレンジ 0.1 g にア
セトン 100 mL を加え、50 °C に加温して溶かす。冷後、
ろ過する。

メチルグリコールキトサン、コロイド滴定用 ($C_{11}H_{22}INO_5$)、
白色～淡黄褐色の粉末である。

溶状 本品 0.30 g を水 100 mL に溶かすとき、液は澄
明であるか、又は濁ることがあってもわずかであり、その色
は淡褐色より濃くない。

含量 60.0 % 以上。定量法 本品約 0.24 g を精密に
量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL
を正確に量り、アンモニア試液 0.2 mL を加え、0.0025
mol/L ポリビニル硫酸カリウム液で滴定する(指示薬: ト
ルイジンブルー試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は上澄液の
青色が赤紫色に変わるときとする。

0.0025 mol/L ポリビニル硫酸カリウム液 1 mL
= 0.9380 mg ($C_{11}H_{22}INO_5$)

N メチル N トリメチルシリルアセトアミド CH_3CON
(CH_3)₃Si(CH₃)₃ 無色～微黄色澄明、揮発性の液体である。
アセトンと混和し、水と混和しない。

α メチルベンジルアミン $C_8H_{11}N$ 無色～淡黄色の澄明な液
でわずかに特異なおいがあり、メタノール、エタノール
(95)、クロロホルム又はトルエンと混和し、水にほとんど溶
けない。希塩酸に溶ける。

沸点 約 186 °C

含量 95 % 以上。定量法 本品約 0.2 g を精密に量
り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴
定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正
する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.118 mg $C_8H_{11}N$

α メチルベンジルアミン試液 α メチルベンジルアミンのク
ロロホルム溶液 (1 : 20000)。密栓して、冷暗所に保存す
る。

3 メチル 2 ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩一水和物
 $C_8H_9N_3S \cdot HCl \cdot H_2O$ 白色の結晶性の粉末である。

融点 260 ~ 264 °C (分解)。

3 メチル 2 ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩試液 3 メ
チル 2 ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩一水和物 1 g
を水 100 mL に溶かし、メタノール 900 mL を加える。

1 メチル 2 [2 [(5 メチルイミダゾール 4 イル)メチル]チ
オ [エチル]グアニジン・二塩酸塩 $C_9H_{17}N_5S \cdot 2HCl$

製法 シメチジン (日局) 20.94 g を塩酸 133 mL に加
え、4 時間還流する。エタノール (95) 140 mL を加えた後、
溶解するまで水を加える。次に酢酸エチル 110 mL を加え
ろ過し、ろ液を濃縮後、エタノール (95) 440 mL を加えて
溶かし、更に酢酸エチル 400 mL を加える。結晶をろ取り、
酢酸エチル 100 mL で洗浄後、減圧下 120 °C で 4 時間乾
燥する。

性状 本品は白色の粉末である。

確認試験 本品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウ
ム錠剤法により測定するとき、波数 3300 cm^{-1} 、3140 cm^{-1} 、
1680 cm^{-1} 及び 1642 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

含量 95.0 % 以上。定量法 本品約 0.10 g を精密に

量り、ギ酸 2 mL に溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸 15
mL を正確に加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、酢酸
(100) 45 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナ
トリウム液で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試
験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.013 mg $C_9H_{17}N_5S \cdot 2HCl$
メチルレッド試液* メチルレッド 0.02 g をエタノール
(95) に溶かして 60 mL とし、更に水 40 mL を加える。

4 メトキシベンズアルデヒド試液 4 メトキシベンズアルデヒ
ド 5 g をエタノール (99.5) / 水 / 硫酸混液 (18 : 2 : 1) 105
mL に溶かす。

メナジオン $C_{11}H_8O_2$ 明るい黄色の結晶又は粉末で、ほとん
どにおいはなく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水に
ほとんど溶けない。

モリブデン Mo 暗灰色～黒色の粉末。

鋭敏度 本品 0.18 g をとり、モリブデンブルー試液の項
に従って試液を調製し、試料溶液とする。薄層クロマトグラ
フ用レシチンのレシチン 0.01 mg に対応する量を薄層クロ
マトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポット
し、風乾する。これに試料溶液を噴霧するとき、青色のスポ
ットを示す。

モリブデンブルー試液 酸化モリブデン (Ⅲ) 4.0 g を薄めた
硫酸 (3 : 4) 100 mL に加え、穏やかに煮沸して溶かし、
A 液とする。モリブデン 0.18 g を A 液 50 mL に加え、
15 分間穏やかに煮沸する。冷後、ガラスろ過器 (G3) を用
いてろ過し、ろ液を B 液とする。用時、A 液及び B 液の
等容量混液 10 mL に水 20 mL を加える。

モルホリン C_4H_9NO 無色の液で、アンモニア臭を発する。
沸点 約 128 °C

モルホリン試液 蒸留したモルホリン 8.7 mL にメタノール
を加え、1000 mL とする。

ユーグロブリン試液 ヒト血漿 20 mL より得られた乾燥ヒト
血漿を水 200 mL に溶かし、酢酸 (31) 溶液 (1 : 50) を
加え、pH 5.2 ~ 5.3 に調整する。これを 1 分間 2000 ~
3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を捨てる。沈殿物
に pH 7.4 の 0.067 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL を加え
て溶かし、ろ過する。2 ~ 8 °C に保存する。用時製する。

陽イオン交換樹脂 本品は強酸性のポリスチロールスルホン酸
のナトリウム塩である。淡黄色～黄褐色で、その粒度は 28
号 (590 μm) ふるいを通過し、35 号 (420 μm) ふるいを
ほとんど通過しない。本品 50 g を水 300 mL に 30 分間
浸した後、内径 2.5 cm のクロマトグラフ管に水と共に流
し込み、クロマトグラフ柱を調製する。これに希塩酸 250
mL を注ぎ、1 分間 4 mL の速さで流出させた後、水を加
えてクロマトグラフ柱を洗い、洗液がプロモクレゾールグ
リン試液で緑色～青色を呈するまで水洗し、次の試験に適合す
るものを用いる。この樹脂 10 mL をとり、内径 1.5 cm
のクロマトグラフ管に水と共に流し込み、これに希水酸化ナ
トリウム試液 80 mL を 1 分間 2 mL の速さで流出させた
液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

ヨウ化カリウム (^{125}I) 本品はヨウ素 - 125 をヨウ化カリウム
の形で含有する。

ヨウ化カリウムデンブン試液、噴霧用 ヨウ化カリウム試液 1
mL にデンブン試液 20 mL 及びエタノール (95) 3 mL を

加えて混和する。用時製する。

ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム (C₄H₉)₄N⁺I⁻ 白色～微褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

融点 144 ~ 149 °C

ヨウ化トリブチルエチルアンモニウム (C₄H₉)₃(C₂H₅)N⁺I⁻ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、メタノールに極めて溶けやすい。

強熱残分 0.02 % 以下。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 1.2 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を加え、更に希硝酸 5 mL を加えた後、過剰の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液 2 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL

= 34.132 mg (C₄H₉)₃(C₂H₅)N⁺I⁻

ヨウ化ナトリウム (¹²⁵I) 本品はヨウ素 - 125 をヨウ化ナトリウムの形で含有する。

ヨウ素・アジ化ナトリウム試液 アジ化ナトリウム 3 g を 0.05 mol/L ヨウ素液 100 mL に溶かす。

¹²⁵I テストステロン液 テストステロン 3 (α カルボキシメチル)オキシノ 2 [¹²⁵I]ヨードヒスタミンを 1 % ウシ血清アルブミン含有リン酸緩衝食塩液で希釈して、15000 cpm/0.1 mL とする。

四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液、pH 8.0 四ホウ酸ナトリウム十水和物 0.572 g 及び塩化カルシウム二水和物 2.94 g を新たに煮沸し冷却した水 800 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加え、pH 8.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。

四ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 四ホウ酸ナトリウム十水和物 1.9 g に精製硫酸 200 mL を加え、一夜放置して溶かした後、よくかき混ぜて使用する。

酪酸 CH₃CH₂CH₂COOH 無色澄明の油状の液で、刺激性の特異なおいがある。

比重 d_4^{20} : 0.956 ~ 0.961

n 酪酸、無水 C₈H₁₆O₂ 澄明の液体で、水を加えて加温するとき、酪酸のおいを発する。

n 酪酸コレステロール C₃₁H₅₂O₂ 白色の結晶性の粉末で、クロロホルムに極めて溶けやすく、酢酸エチル、ジエチルエーテル又はヘキサンに溶けやすく、エタノール（95）又はアセトンに溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、水又はメタノールにほとんど溶けない。

旋光度 [α]_D²⁰: -35.5 ~ -37.5° (0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 97 ~ 100 °C

純度試験 本品のクロロホルム溶液（1 : 1000）2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、単一のピークを認める。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ 1 ~ 1.5 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：270 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：毎分約 40 mL の一定量

ラテックス型陰イオン交換樹脂、液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に、スチレン ジビニルベンゼン共重合体の表面をスルホン化し、その表面に第 4 級アンモニウム基を有する微粒子（ラテックス）を吸着させたもの。

ラニチジンジアミン体 (C₁₀H₁₈N₂OS)₂・C₄H₄O₄ 白色～微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 2780 cm⁻¹, 1637 cm⁻¹, 1015 cm⁻¹ 及び 788 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

含量 95 % 以上。定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、酢酸（100）50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液）。ただし、滴定の終点は、液の紫色が青色を経て、緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 13.618 mg (C₁₀H₁₈N₂OS)₂・C₄H₄O₄

ランタン La 白色、展延性の金属で、空気中で変色する。3 種の結晶が知られているが、α 体（六方晶系）が常温で安定である。

密度 6.17 g/cm³ (25 °C)

リグノセリン酸メチル CH(CH₂)₂COOCH₃ 白色の結晶である。クロロホルム又はヘキサンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

リーベルマン試液 硫酸 1 mL に無水酢酸を加えて 50 mL とする。

D リボース C₅H₁₀O₅ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

融点 87 °C

旋光度 [α]_D²⁰: -19.7° (乾燥後, 1 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

硫酸アデニン (C₅H₅N₅)₂・H₂SO₄ 白色の結晶で、水又はエタノール（95）に溶けにくい。

硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）試液* 硫酸アンモニウム鉄（Ⅲ）十二水和物 12.1 g を薄めた硫酸（1 : 35）に溶かし 100 mL とする。

硫酸コバルト 硫酸コバルト（Ⅱ）七水和物を見よ。

硫酸コバルト（Ⅱ）七水和物 CoSO₄・7H₂O 赤色の結晶である。

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 以上である。

溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 75 mL を加え、薄めたアンモニア水（28）（1 : 10）を加えて中和し、0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する（指示薬：ムレキシド・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g）。ただし、滴定中に液がだいたい黄色になったならば、再び黄色になるまで薄めたアンモニア水（28）（1 : 10）を加え、滴定の終点は液の黄色が赤紫に変わるときとする。

0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
 = 2.8110 mg $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

硫酸・酢酸試液 硫酸 10 mL に酢酸 (100) を加えて 100 mL とする。

硫酸サルプタモール 硫酸サルプタモール (日局)。

硫酸セリウム試液 硫酸四アンモニウムセリウム (Ⅳ) 二水和物 12.6 g を薄めた硫酸 (3 100) に溶かし, 100 mL とする。

硫酸試液, 0.005 mol/L 0.05 mol/L 硫酸試液 100 mL に水を加えて 1000 mL とする。

硫酸第二鉄アンモニウム試液* 硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液* を見よ。

硫酸銅・トリエタノールアミン試液 硫酸銅・2 2 2 ニトリロトリエタノール試液 を見よ。

硫酸ニッケル 硫酸ニッケル (Ⅱ) 六水和物 を見よ。

硫酸ニッケル (Ⅱ) 六水和物 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ [K 8989, 特級]

硫酸マンガ 硫酸マンガ (Ⅱ) 五水和物 を見よ。

硫酸マンガ (Ⅱ) 五水和物 $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ [K 8997, 特級]

リン酸アンモニウム緩衝液, 0.02 mol/L, pH 6.8 リン酸二水素アンモニウム 1.15 g を水に溶かし, 500 mL とした液に, リン酸水素二アンモニウム 1.32 g を水に溶かし, 500 mL とした液を pH 6.8 になるまで加える。

リン酸一水素カリウム試液, 緩衝液用, 0.01 mol/L 0.01 mol/L リン酸水素二カリウム試液, 緩衝液用 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.0 リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム試液, 0.25 mol/L 0.25 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液 を見よ。

リン酸一水素ナトリウム溶液 リン酸水素二ナトリウム試液* を見よ。

リン酸一水素ナトリウム溶液, 1/15 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液, 1/15 mol/L を見よ。

リン酸一水素ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液 を見よ。

リン酸塩緩衝液, pH 2.4 リン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かし, 1000 mL とした液に, リン酸 5.76 g を水で 1000 mL とした液を加え, pH 2.4 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 2.5 リン酸二水素アンモニウム 3.45 g を水に溶かし, 1000 mL とし, リン酸を加え, pH 2.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 4.5 リン酸二水素カリウム 6.8 g を水に溶かし, 1000 mL とし, リン酸又は水酸化カリウム溶液 (13 20) を加え, pH 4.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 5.8 緩衝液用 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液 50 mL 及び 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 3.6 mL を混和し, 水を加えて 200 mL とする。

リン酸塩緩衝液, pH 6.2 リン酸二水素カリウム 9.08 g を水に溶かし, 1000 mL とした液 800 mL に, 無水リン酸水素二ナトリウム 9.46 g を水に溶かし, 1000 mL とした液 200 mL を加える。必要ならば, 更にいずれかの液を加え, pH 6.2 に調整する。

リン酸塩緩衝液*, pH 7.0 1/15 mol/L リン酸二水素カリウ

ム液 200 mL 及び 1/15 mol/L リン酸水素二ナトリウム液 300 mL を混和し, 必要ならば, 更にいずれかの液を加え, pH 7.0 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 7.1 リン酸水素二ナトリウム試液* 174 mL, リン酸二水素ナトリウム試液 76 mL 及びフェノール溶液 (1 250) 750 mL を混和する。

リン酸塩緩衝液, pH 7.5 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 53.7 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 第 1 液とする。リン酸二水素カリウム 20.4 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 第 2 液とする。第 1 液 21 容量と第 2 液 4 容量とを混和し, 両液を用いて, pH 7.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液*, pH 8.0 緩衝液用 0.01 mol/L リン酸一水素カリウム試液及び緩衝液用 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液を約 1:10 の割合で混和し, pH 8.0 に調整する。

リン酸塩緩衝液, pH 8.0, エチドロン酸二ナトリウム用 リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.80 g を水 450 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液を加えて pH 8.0 に調整した後, 水を加えて 500 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.6 リン酸二水素カリウム 13.6 g を水に溶かし, 1000 mL とした液に, 薄めた水酸化カリウム試液 (1 10) を加えて pH を 4.6 に調整する。

リン酸塩緩衝液, 1/15 mol/L, pH 6.3 リン酸二水素カリウム約 9.07 g を水に溶かし 1000 mL とした液に, 無水リン酸一水素ナトリウム約 9.46 g を水に溶かし 1000 mL とした液を pH 6.3 になるまで加える。

リン酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 6.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 8.81 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 27.36 g を水に溶かし, 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液, 0.2 mol/L, pH 7.5 0.2 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液と 0.2 mol/L リン酸二水素カリウム試液を混和し, 両液を用いて pH 7.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液, 0.08 mol/L, pH 6.8 リン酸二水素カリウム 10.9 g を水に溶かし 1000 mL とした液に, リン酸水素二カリウム 13.9 g を水に溶かし 1000 mL とした液を pH 6.8 になるまで加える。

リン酸塩緩衝液, 0.067 mol/L, pH 7.4 無水リン酸水素二ナトリウム 4.026 g 及びリン酸二水素カリウム 0.676 g を水に溶かし, 500 mL とする。この液にリン酸を加え, pH 7.4 に調整し, ろ過する。

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 8.0 リン酸水素二ナトリウム 17.9 g を水に溶かして 1000 mL とした液に, リン酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 8.0 になるまで加える。

リン酸塩緩衝液, 0.025 mol/L, pH 3.2 リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.90 g を水に溶かし, 1000 mL とする。この液 900 mL にリン酸 2.88 g を水で 1000 mL とした液 100 mL を加える。

リン酸塩緩衝液, 0.02 mol/L, pH 6.8 リン酸二水素ナトリウム 3.1 g を水に溶かし, 水酸化ナトリウム溶液 (1 4) を加え, pH 6.8 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする。

リン酸塩緩衝液*, 0.02 mol/L, pH 8.0 リン酸水素二ナトリウム 7.2 g を水に溶かして 1000 mL とした液に, リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.1 g を水に溶かして 1000 mL とした液を pH 8.0 になるまで加える。

リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 3.0 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.55 g を水 1000 mL に溶かし, 薄めたリン酸 (1 20) を加え, pH 3.0 に調整する.

リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 5.7 リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし, 1000 mL とした液に, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.58 g を水に溶かし, 1000 mL とした液を pH 5.7 になるまで加える.

リン酸塩緩衝液, 0.01 mol/L, pH 6.5 リン酸二水素カリウム 1.36 g を水 900 mL に溶かし, 水酸化ナトリウム試液を加え, pH 6.5 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸塩等張緩衝液 塩化ナトリウム 8 g, 塩化カリウム 0.2 g, 無水リン酸水素二ナトリウム 1.15 g 及びリン酸二水素カリウム 0.2 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸加水分解酵素, アルカリ性 ウシ小腸から調製したアルカリ性ホスファターゼ (リン酸モノエステル: ホスホヒドラーゼ, 3.1.3.1.) で比較的特異性のあるホスファターゼで, 生物界に広く分布している. 本品はリボ及びデオキシリボヌクレオチドをも含めて諸種のリン酸モノエステルを加水分解する.

性状 本品は白色~灰白色の凍結乾燥した粉末で, においはない.

純度及び活性 本品 1 mg 中 1 ~ 3 単位以上を含み, 塩類は含まない (1 単位とは, 37 °C, 1 分間に 1 μmol の *p* ニトロフェニルリン酸エステルを加水分解して 1 μmol の *p* ニトロフェノールを遊離する酵素活性量).

リン酸加水分解酵素試液, アルカリ性 アルカリ性リン酸加水分解酵素 0.1 g に pH 9.0 のホウ酸緩衝液 10 mL を加えて溶かす. 用時製する.

リン酸トコフェロール $C_{29}H_{48}Na_2O_9P$ 無色~黄色の顕著な粘性の液である.

リン酸二水素カリウム試液, 0.065 mol/L リン酸二水素カリウム 8.84 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム 34.023 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 4.6 リン酸二水素カリウム 13.61 g を水に溶かし, 1000 mL とした後, 薄めたリン酸 (1 100) 又は水酸化カリウム水溶液 (1 100) を加え, pH 4.6 に調整する.

リン酸水素二ナトリウム試液, 緩衝液用, 0.01 mol/L リン酸水素二ナトリウム十二水和物 1.7418 g に水を加えて溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二アンモニウム緩衝液, pH 3.0 リン酸水素二アンモニウム 1.32 g を水に溶かし, 1000 mL とし, 薄めたリン酸 (1 100) を加え, pH 3.0 に調整する.

リン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液, pH 4.0 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 27.7 g 及びクエン酸一水和物 12.9 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム試液* 無水リン酸水素二ナトリウム 7.2 g をフェノール溶液 (1 250) に溶かし, 100 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム試液, 0.01 mol/L リン酸水素二ナトリウム 1.42 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム試液, 1/15 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 9.46 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム試液, 0.2 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 28.392 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム試液, 0.25 mol/L 無水リン酸水素二ナトリウム 35.491 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸水素二ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 89.5 g 及びリン酸二水素ナトリウム二水和物 156 g を水に溶かし, 1000 mL とする. リン酸トコフェロール $C_{29}H_{48}Na_2O_9P$ 無色~黄色の顕著な粘性の液である.

リン酸二アンモニウム緩衝液, pH 3.0 リン酸水素二アンモニウム緩衝液, pH 3.0 を見よ.

リン酸二水素アンモニウム試液, 0.05 mol/L リン酸二水素アンモニウム 5.75 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム 34.023 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 1/15 mol/L リン酸二水素カリウム 9.07 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.03 mol/L リン酸二水素カリウム 4.08 g を水 900 mL に溶かし, 水酸化カリウム試液を加え, pH 4.8 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 0.065 mol/L リン酸二水素カリウム 8.84 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム試液, 緩衝液用, 0.01 mol/L pH 測定用リン酸二水素カリウム 1.3609 g を水に溶かし, 1000 mL とする.

リン酸二水素カリウム・ホウ酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.7 リン酸二水素カリウム・四ホウ酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.7 を見よ.

リン酸二水素カリウム・四ホウ酸ナトリウム緩衝液, 0.1 mol/L, pH 6.7 リン酸二水素カリウム 23.86 g 及び四ホウ酸ナトリウム十水和物 8.90 g を水に溶かし 2000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.2 mol/L, pH 3.2 リン酸二水素ナトリウム二水和物 31.20 g を水 900 mL に溶かし, 薄めたリン酸 (1 10) を加え, pH 3.2 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム試液, 0.01 mol/L, pH 2.5 リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g を水 900 mL に溶かし, リン酸を加え, pH 2.5 に調整し, 水を加えて 1000 mL とする.

リン酸二水素ナトリウム溶液 リン酸二水素ナトリウム二水和物を 7.8 g フェノール溶液 (1 250) に溶かし, 100 mL とする.

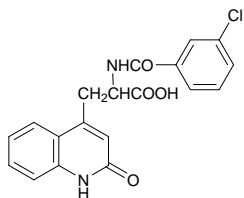
リン酸三ナトリウム溶液 リン酸三ナトリウム十二水和物 0.23 g を水 100 mL に溶かす. (Na_3PO_4 として 0.1 %).

リンモリブデン酸・硫酸・酢酸試液 リンモリブデン酸 *n* 水和物 2.5 g を酢酸 (100) 50 mL 及び硫酸 2.5 mL に溶かす.

レシチン, 薄層クロマトグラフ用 新鮮な牛脳から抽出したレシチン ($L\alpha$ ホスファチジルコリン) で, 通例, クロロホルムの溶液である. 本品 0.5 mg に対する容量をとり, 溶媒を減圧留去し, 残留物にクロロホルム 0.5 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする. この液につき, 薄層クロマトグラ

フ法により試験を行う。試料溶液 20 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調整した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール(95)/水混液(65:25:4)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにモリブデンブルー試液を均等に噴霧するとき、 R_f 値約 0.3 の位置の青色のスポット以外のスポットを認めない。

レバミピド *m* クロロ異性体 $C_{19}H_{15}ClN_2O_4$



本品を乾燥したものは定量するとき、レバミピド *m* クロロ異性体 ($C_{19}H_{15}ClN_2O_4$) 98.5 % 以上を含む。

製法 1,2-ジクロロエタン中、アセト酢酸アニリドと臭素を反応させて、プロモアセト酢酸アニリドを得る。1,2-ジクロロエタン中、プロモアセト酢酸アニリドに硫酸を作用させて、4-プロモメチル α (1*H*)キノリノンを得る。エタノール(99.5)中、ナトリウムエチラートの存在下に 4-プロモメチル α (1*H*)キノリノンとアセトアミドマロン酸ジエチルを反応して、2-アセチルアミノ-2-エトキシカルボニル-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸エチルを得る。水中、2-アセチルアミノ-2-エトキシカルボニル-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸エチルを塩酸で加水分解して 2-アミノ-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸二塩酸塩を得る。水、アセトン溶媒中、水酸化ナトリウム下に 2-アミノ-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸二塩酸塩に *m*-クロロ安息香酸クロリドを反応させて 2-(3-クロロベンゾイルアミノ)-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸(レバミピド *m* クロロ異性体)粗製体を得る。メタノール中、レバミピド *m* クロロ異性体粗製体に水酸化ナトリウム水溶液を加えてレバミピド *m* クロロ異性体ナトリウム塩を得る。レバミピド *m* クロロ異性体ナトリウム塩に水及び水酸化ナトリウムを加えて溶解し、この溶液に塩酸を加え、析出した結晶をろ取り、水洗して精製レバミピド *m* クロロ異性体を得る。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} 、1743 cm^{-1} 、1667 cm^{-1} 、1644 cm^{-1} 、1538 cm^{-1} 、1421 cm^{-1} 、1213 cm^{-1} 及び 751 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 乾燥物に換算した本品 0.020 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 5 mL に溶かし、水/*N,N*-ジメチルホルムアミド混液(1:1)を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、「レバミピド」の純度試験(3)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、レバミピドのピーク高さはレバミピド *m* クロロ異性体のピーク高さの 5 % 以下である。ただし、検出感度はレバミピド *m* クロロ異性体のピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整し、ピーク測定範囲はレバミピドの保持時間の約 3 倍とする。

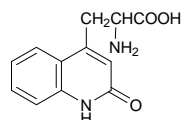
水分 10 % 以下(0.2 g、溶媒には水分測定用ピリジン 50 mL を用いる。容量滴定法、直接滴定)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定する(指示薬:フェノールレッド試液 2 滴)。ただし、終点は液の微黄色が無色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム液 1 mL

= 37.079 mg $C_{19}H_{15}ClN_2O_4$

レバミピド脱ベンゾイル体 $C_{12}H_{12}N_2O_3 \cdot 2HCl$



本品は定量するとき、脱水物に換算したレバミピド脱ベンゾイル体 ($C_{12}H_{12}N_2O_3 \cdot 2HCl$) 96.0 % 以上を含む。

製法 1,2-ジクロロエタン中、アセト酢酸アニリドと臭素を反応させて、プロモアセト酢酸アニリドを得る。1,2-ジクロロエタン中、プロモアセト酢酸アニリドに硫酸を作用させて、4-プロモメチル α (1*H*)キノリノンを得る。エタノール(99.5)中、ナトリウムエチラートの存在下に 4-プロモメチル α (1*H*)キノリノンとアセトアミドマロン酸ジエチルを反応して、2-アセチルアミノ-2-エトキシカルボニル-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸エチルを得る。水中、2-アセチルアミノ-2-エトキシカルボニル-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸エチルを塩酸で加水分解し、2-アミノ-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸二塩酸塩を得る。これを 6 mol/L 塩酸から再結晶して 2-アミノ-3-[α (1*H*)キノリノン-4-イル]プロピオン酸二塩酸塩(レバミピド脱ベンゾイル体)を得る。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} 、2938 cm^{-1} 、1739 cm^{-1} 、1654 cm^{-1} 、1608 cm^{-1} 、1538 cm^{-1} 、1504 cm^{-1} 、1371 cm^{-1} 、1239 cm^{-1} 及び 766 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験 脱水物に換算した遊離塩基として本品 0.020 g を 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし、水/*N,N*-ジメチルホルムアミド混液(1:1)を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、水/*N,N*-ジメチルホルムアミド混液(1:1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、「レバミピド」の純度試験(4)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のレバミピド脱ベンゾイル体以外のピークの合計面積は、標準溶液のレバミピド脱ベンゾイル体のピーク面積より大きくない。ただし、検出感度はレバミピド脱ベンゾイル体のピーク高さがフルスケールの約 80 % になるように調整し、ピーク測定範囲は溶媒ピークのレバミピド脱ベンゾイル体の保持時間の約 1.5 倍とする。

水分 15 % 以下(0.3 g、溶媒には水分測定用メタノー

ル 50 mL を用いる，容量滴定法，直接滴定）。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り，ギ酸 2 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え，水浴上で 30 分間加熱する。冷後，酢酸（100）60 mL を加えて，過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 30.516 mg $C_{12}H_{12}N_2O_3 \cdot 2HCl$

DL ロイシン $C_6H_{13}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに甘い。エタノール（95）に極めて溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 約 332 °C（分解）。

ろ紙，定量用 東洋ろ紙 No.4A（直径 9 cm）に相当するもの。

ローダニン(2 チオキノ 4 チアゾリジノン) $C_8H_9NOS_2$ 青味のある淡黄色の結晶性粉末である。熱湯及び熱エタノール（95）に溶ける。

溶状 本品 1 g をとり，メタノール 20 mL を加え加熱した液は澄明である。

融点 164 ~ 169 °C

（3）容量分析用標準液

0.022 mol/L アスパラギン液 アスパラギン 3.3030 g を正確に量り，pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする。

0.1 mol/L 亜ヒ酸ナトリウム液 三酸化二ヒ素 5 g を水酸化ナトリウム溶液（1 10）40 mL に溶かし，水約 350 mL を加える。次いで希塩酸を加えて中和する（リトマス試験紙）。この液に炭酸水素ナトリウム 4 g を溶かし，水を加えて正確に 1000 mL とし，次の標定を行う。

標定 調製した亜ヒ酸ナトリウム液 25 mL を正確に量り，水 50 mL 及び炭酸水素ナトリウム 5 g を加え，0.05 mol/L ヨウ素液で滴定し，ファクターを計算する（指示薬：デンプン試液 1 mL）。

0.002 mol/L 亜ヒ酸ナトリウム液 0.1 mol/L 亜ヒ酸ナトリウム液に水を加えて正確に 50 倍容量とする。

0.1 mol/L アルカリ性フェリシアン化カリウム液 0.1 mol/L アルカリ性ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 を見よ。

0.1 mol/L アルカリ性ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 1000 mL 中ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム $[K_3Fe(CN)_6]$ 329.24 32.924 g を含む。

調製 ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム 33 g 及び無水炭酸ナトリウム 10.6 g を水に溶かし，1000 mL とし，次の標定を行う。

標定 調製したアルカリ性ヘキサシアノ鉄（Ⅲ）酸カリウム液 25 mL をヨウ素瓶に正確に量り，希塩酸 3 mL を加えて振り混ぜ，泡立ちがおさまった後，ヨウ化カリウム 1 g 及び硫酸亜鉛七水和物 1.5 g を加え，遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定し，ファクターを計算する。ただし，滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったとき，デンプン試液 1 mL を加え，生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 32.924 mg $K_2Fe(CN)_6$

注意：遮光して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.2 mol/L 塩化カルシウム液 塩化カルシウム二水和物 3 g に水を加えて溶かし，100 mL とする。

塩化ベンジルトリメチルアンモニウム標準液 塩化ベンジルトリメチルアンモニウム 0.050 g を正確に量り，水を加えて溶かし，正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は塩化ベンジルトリメチルアンモニウム $C_{10}H_{16}ClN$ 0.05 mg を含む。

0.1 mol/L 塩酸・メタノール液 薄めた塩酸（1 2）17 mL にメタノールを加えて 1000 mL とし，0.1 mol/L 塩酸と同様に操作して標定する。

0.01 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 0.01 mol/L 過塩素酸・1,4 ジオキサン液 を見よ。

0.01 mol/L 過塩素酸・1,4 ジオキサン液 1000 mL 中過塩素酸（HClO₄ 4 : 100.46）1.0046 g を含む。

調製 用時，0.1 mol/L 過塩素酸・1,4 ジオキサン液に 1,4 ジオキサンを加えて正確に 10 倍容量とする。

0.0005 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 200 mL とする。用時製する。

0.01 mol/L 酢酸亜鉛液 1000 mL 中に酢酸亜鉛二水和物 $[Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O]$ 219.50 2.1950 g を含む。

調製 用時，0.02 mol/L 酢酸亜鉛液に水を加えて正確に 2 倍容量とする。

0.1 mol/L 臭化水素酸 1000 mL 中臭化水素酸（HBr : 80.91）8.091 g を含む。臭化水素酸 15 mL に水を加えて 1000 mL とし，次の標定を行う。

標定 炭酸ナトリウム（標準試薬）を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間加熱した後，デシケーター（シリカゲル）で放冷し，その約 0.13 g を精密に量り，水 50 mL を加えて溶かし，メチルレッド試液 3 滴を加え，調製した臭化水素酸で滴定し，ファクターを計算する。ただし，滴定の終点は液を注意して煮沸し，ゆるく栓をし冷却するとき，持続するだいたい色～だいたい赤色を呈するときとする。

0.1 mol/L 臭化水素酸 1 mL = 5.299 mg Na_2CO_3

0.01 mol/L 臭化水素酸 1000 mL 中臭化水素酸（HBr : 80.91）0.8091 g を含む。用時，0.1 mol/L 臭化水素酸に水を加えて正確に 10 倍容量とする。

1 mol/L 水酸化カリウム・ジエチレングリコール液 1000 mL 中水酸化カリウム（KOH : 56.11）56.11 g を含む。

調製 水酸化カリウム 70 g を 130 °C に加熱したジエチレングリコール 300 mL に溶かし，ジエチレングリコールを加えて 1000 mL とし，次の標定を行う。

標定 0.5 mol/L 塩酸 20 mL を正確に量り，プロモチモールブルー試液 2 滴を加え，調製した水酸化カリウム・ジエチレングリコール液で緑色を呈するまで滴定し，ファクターを計算する。

注意：遮光した瓶に密栓して保存する。標定は用時行う。

0.02 mol/L 水酸化カリウム・メタノール液 1 mol/L 水酸化カリウム液にメタノールを加えて正確に 50 倍容量とする。用時製する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール液 1000 mL 中水

酸化ナトリウム (NaOH : 39.997) 3.9997 g を含む。

調製 水酸化ナトリウム 4.2 g をメタノールに溶かし、1000 mL とし、密栓し、24 時間放置した後、上澄液を速やかに傾斜してとり、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、チモールブルー・*N,N* ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール液で青色を呈するまで滴定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム} \cdot \text{メタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 12.212 \text{ mg C}_7\text{H}_6\text{O}_2$$

注意：標定は用時行う。

0.01 mol/L テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 1000 mL
中テトラフェニルホウ酸ナトリウム [NaF(C₆H₅)₄] : 342.22] 3.422 g を含む。

調製 乾燥したテトラフェニルホウ酸ナトリウム約 3.4 g を精密に量り、メタノール/水混液 (7 : 3) に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクター *f* を次式により計算する。

$$f = \frac{\text{テトラフェニルホウ酸ナトリウムの量}}{3.4222}$$

0.01 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 0.01 mol/L
テトラフェニルホウ酸ナトリウム液 を見よ。

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1000 mL
中テトラブチルアンモニウムヒドロキシド [(C₄H₉)₄NOH : 259.47] 25.947 g を含む。

調製 40 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール溶液 25 g を 2 プロパノール/メタノール混液 (9 : 1) に混和し、380 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、アセトン 80 mL に溶かし、窒素気流中で 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正し、ファクターを計算する。

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 12.212 mg C₆H₅COOH

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

0.05 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 0.1 mol/L
テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液に 2 メチル 1 プロパノールを加えて正確に 2 倍容量とする。用時製する。

0.1 mol/L トリブチルエチルアンモニウムヒドロキシド液 1000 mL
中トリブチルエチルアンモニウムヒドロキシド (C₁₄H₃₃NO : 231.43) 23.142 g を含む。

調製 ヨウ化トリブチルエチルアンモニウム 34.1 g をメタノール 50 mL に溶かし、酸化銀 20.0 g を加えて 15 分間強く振とうし静置する。この上澄液 2 滴を硝酸銀試液 5 mL に硝酸 2 mL を加えた液に加え、未反応のヨードを確認する。濁った場合は更に振とうを繰り返す。ガラスろ過器 (G 4) でろ過し、メタノール 20 mL で残留物を洗い、洗液を合わせ、ベンゼンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸 (標準試薬) をデシケーター (シリカゲル)

ル) 中に 12 時間放置し、その約 0.4 g を精密にとり、*N,N* ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし、チモールブルー・*N,N* ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したトリブチルエチルアンモニウムヒドロキシド液で青色を呈するまで滴定し規定度係数を計算する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L トリブチルエチルアンモニウム
ヒドロキシド液 1 mL

$$= 12.212 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH}$$

0.5 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1000 mL
中ナトリウムメトキシド (CH₃ONa : 54.02) 27.010 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 12.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、メタノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液に準じる。ただし、安息香酸約 1.5 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、滴定する。

0.5 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1 mL
= 61.06 mg C₆H₅COOH

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

0.2 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1000 mL
中ナトリウムメトキシド (CH₃ONa : 54.02) 10.804 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 5.0 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、メタノールを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液に準じる。ただし、安息香酸約 0.6 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、滴定する。

0.2 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1 mL
= 24.424 mg C₆H₅COOH

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・メチルイソブチルケトン液 0.1 mol/L
ナトリウムメトキシド・4 メチル 2 ペンタノン液 を見よ。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・4 メチル 2 ペンタノン液 1000 mL
中ナトリウムメトキシド (CH₃ONa : 54.02) 5.402 g を含む。

調製 ナトリウムの新しい切片 2.5 g を氷冷したメタノール 150 mL 中に少量ずつ加えて溶かした後、4 メチル 2 ペンタノンを加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 安息香酸をデシケーター (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、チモールブルー・*N,N* ジメチルホルムアミド試液 3 滴を加え、調製したナトリウムメトキシド・4 メチル 2 ペンタノン液で青色を呈するまで滴定し、ファクターを計算する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・4 メチル 2
ペンタノン液 1 mL

$$= 12.212 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{COOH}$$

注意：湿気を避けて、冷所に保存する。標定は用時行う。

0.1 mol/L フタル酸水素カリウム・酢酸 (100) 液 フタル酸

水素カリウムを 105 ℃ で 4 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）で放冷し、その約 20.422 g を精密に量り、酢酸（100）に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

0.1 mol/L フタル酸水素カリウム・氷酢酸液 0.1 mol/L フタル酸水素カリウム・酢酸（100）液 を見よ。

0.0025 mol/L ポリビニル硫酸カリウム液 1000 mL 中ポリビニル硫酸カリウム〔(C₂H₃KO₂S)_n〕0.4055 g を含む。

調製 コロイド滴定用ポリビニル硫酸カリウムをデシケーター（減圧、シリカゲル）で 48 時間乾燥し、その約 0.4055 g × 100/エステル化度を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクター *f* を次式により計算する。

$$f = a \times \frac{\text{エステル化度}}{100} \times \frac{1}{162.21 \times 0.0025}$$

a : コロイド滴定用ポリビニル硫酸カリウムの秤取量 g

162.21 : コロイド滴定用ポリビニル硫酸カリウムの当量分子量

0.0025 : モル濃度

0.005 mol/L ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム液 1000 mL 中ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム〔(C₄H₉)₄N⁺ : 369.37〕1.8469 g を含む。

調製 ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム 1.85 g を水に溶かし、1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 ℃ で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.01 g を精密に量り、水 10 mL に溶かし、塩酸 35 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え、調製したヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム液で滴定し、ファクターを計算する。ただし、滴定の終点はクロロホルム層が黄色を経てだい色を呈するときとする。

0.005 mol/L ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム液 1 mL = 0.5350 mg KIO₃。

注意：密栓して保存する。長く保存したものは標定し直して用いる。

1/600 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1000 mL 中ヨウ素酸カリウム（KIO₃ : 214.00）0.35667 g を含む。

調製 ヨウ素酸カリウム（標準試薬）を 120 ~ 140 ℃ で 1.5 ~ 2 時間乾燥した後、デシケーター（シリカゲル）中で放冷し、その約 0.35667 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とし、ファクターを計算する。

（4）標準液

アプロチニン標準液

製法 動物の臓器を細く碎き、塩化カルシウム二水和物溶液（1 : 100）を加え、メタノールの濃度が 80 % になるようにメタノールを加え、40 ℃ で振り混ぜて抽出し、遠心分離する。上澄液にケイソウ土及び 2.5 倍量のアセトンを加えて振り混ぜ、固形物をろ取りし、室温で乾燥する。乾燥物に水を加えて抽出した後、ろ過し、ろ液に 5 スルホサリチル酸二水和物を加えて除たん白し、澄明な溶液をイオン交換樹脂により処理し、溶出液を凍結乾燥し、その後水適当量に溶解する。

本品 1 mL 中にアプロチニン約 30000 単位（KIE）を

含む。

性状 本品は無色澄明の液である。

pH : 5.0 ~ 7.0

純度試験 本品につき、酢酸セルロース膜を用いたゾーン電気泳動法により試験を行う。電気泳動用酢酸セルロース膜（60 × 220 mm）を用い、中央から陽極側約 10 mm のところに約 5 mm の線を引き原線とする。この膜を pH 8.6 のバルビタール・バルビタールナトリウム緩衝液に浮かべ、気泡を追い出しながら静かに浸した後、膜を取り出し、余分の緩衝液を乾いたろ紙で除く。本品の適量を取り、pH 8.6 のバルビタール・バルビタールナトリウム緩衝液を用いて、その 1 mL 中にアプロチニン約 10000 単位（KIE）を含むように薄め、その液 5 μL をこの原線上に線条にスポットする。この膜を装置の支持わくに固定し、膜の中心を支持わくの中心の位置に合わせ、膜の両端を pH 8.6 のバルビタール・バルビタールナトリウム緩衝液を満した両容器に浸す。泳動槽を密閉し、約 15 分間放置した後、直流定電流電源装置を用いて、膜幅 10 mm 当たり 1 mA の定電流を設定し、30 分間電流を通じ、常温で泳動を行う。泳動後、膜を支持わくから取りはずし、アミドブラック 10 B 染色液に静かに浸し、20 分間染色する。染色後、酢酸（100）溶液（1 : 50）で 1 ~ 2 分間ずつ 4 ~ 5 回新しい液と取り替えながら脱色した後、水洗する。水洗後、膜を風乾するとき、原線より陰極側約 3.5 cm の位置に認められる青色スポット以外のスポットを認めない。

定量法 「アプロチニン液」の定量法を準用する。

アミノ酸分析用標準液 L セリン（C₃H₇NO₂）、L グルタミン酸（C₅H₉NO₄）、L プロリン（C₅H₉NO₂）、L ロイシン（C₆H₁₃NO₂）、L チロジン（C₉H₁₇NO₃）、L トリプトファン*（C₁₁H₁₂N₂O₂）、アミノ酢酸（C₂H₅NO₂）、L ヒスチジン塩酸塩一水和物（C₆H₉N₃O₂・HCl・H₂O）及び L 塩酸アルギニン（C₆H₁₄N₄O₂・HCl）を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、それぞれの 1 ミリグラム分子量（mmol）に対応する量を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする。この液 1 mL 中にそれぞれのアミノ酸 0.05 マイクログラム分子量（μmol）を含む。

塩化カルシウム標準液、原子吸光度用 塩化カルシウム二水和物 3.668 g を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL はカルシウム（Ca : 40.08）を 1 mg 含む。

塩化物標準液 塩化ナトリウムを 500 ~ 600 ℃ で 1 時間乾燥し、その 1.649 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は塩化物（Cl として）1 mg を含む。

カルシウム標準液 炭酸カルシウム 0.250 g を正確に量り、希塩酸 5 mL 及び水 25 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はカルシウム（Ca : 40.08）0.1 mg を含む。

原子吸光度用塩化カルシウム標準液 塩化カルシウム標準液、原子吸光度用を見よ。

コバルト標準液 硫酸コバルト（Ⅱ）七水和物 17.6475 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。

混合アミノ酸標準液、酢酸テトラサクチド用 L バリン、塩酸

リジン, 塩酸ヒスチジン, 塩酸 L アルギニン, L セリン, L グルタミン酸, グリシン, L メチオニン, L チロジン, L フェニルアラニンを 0.2×10^{-3} mol/L の濃度に, また, L プロリンを 0.4×10^{-3} mol/L の濃度に含む溶液。

混合アミノ酸標準液, ペンタガストリン用 アラニン, L アスパラギン酸, メチオニン, L フェニルアラニン及び L トリプトファンをそれぞれ 0.65×10^{-3} mol/L の濃度に含む溶液。ただし, 各アミノ酸はそれぞれをアミノ酸自動分析計によって分析するとき, 単一のピークを示す。

たん白質標準液 ウシ血清アルブミン結晶の適量を取り, 窒素の量を求め, これに係数 6.25 を乗じてたん白質の量を求める。次にたん白質として 0.200 g に相当する量を量り, 水に溶かして正確に 1000 mL とする。

チロジン標準液 チロジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し, その 0.160 g を正確に量り, 0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし, 正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。用時製する。

チロジン標準原液 チロジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し, その 0.100 g を正確に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし, 正確に 100 mL とする。

銅標準液* 硫酸銅(II)五水和物 0.393 g を正確に量り, 100 mL のメスフラスコに入れ, 薄めた塩酸(1 : 100) 60 mL に溶かした後, 薄めた硫酸(1 : 20) 2 ~ 3 滴を加え, よく振り混ぜ, 更に薄めた塩酸(1 : 100)を加えて 100 mL とする。この液 1 mL は銅(Cu : 63.55) 1 mg を含む。

2 ナフトエ酸ナトリウム標準液 2 ナフトエ酸ナトリウム 1.50 g を正確に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100 mL とする。

パルミチン酸標準液 パルミチン酸 0.6410 g を正確に量り, ヘプタンに溶かし, 正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は遊離脂肪酸 2.5 μmol に相当する。

ヒアルロニダーゼ標準液 ヒアルロニダーゼ標準品(国立医薬品食品衛生研究所標準品)約 0.1 g を精密に量り, 10 °C 以下に冷却した 0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液を用いて, 1 mL 中にヒアルロニダーゼ活性が 120 単位になるように正確に調製する。

ホルムアルデヒド液標準原液, チロキサポール用 ホルムアルデヒド液 2.7 g を水に溶かし, 正確に 100 mL とし, 次の標定を行う。

標定 本品 4 mL を正確に量り, 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を正確に加え, 更に水酸化カリウム試液 20 mL を加え, 15 分間放置した後, 希硫酸 15 mL を加え, 過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.5013 mg CH₂O

ホルムアルデヒド液標準原液, プロノポール用 ホルムアルデヒド液 1 mL に水を加えて 100 mL とし, 次の標定を行う。用時製する。

標定 本品 10 mL を正確に量り, 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を正確に加え, 次に水酸化カリウム試液 20 mL を加え, 15 分間常温で放置した後, 希硫酸 15 mL を加え, 適量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。ただし, 滴定の終点は液が終点近くで淡黄色になったと

き, デンプン試液 1 mL を加え, 生じた青色が脱色するときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 1.5013 mg CH₂O

ホルムアルデヒド液標準液, チロキサポール用 ホルムアルデヒド(CH₂O) 0.050 g に相当するチロキサポール用ホルムアルデヒド液標準原液を正確に量り, 水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り, 薄めた 2 プロパノール(2 : 5) 5 mL 及び水を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL はホルムアルデヒド(CH₂O) 0.0003 mg を含む。

ホルムアルデヒド液標準液, プロノポール用 ホルムアルデヒド 0.050 g に相当するプロノポール用ホルムアルデヒド液標準原液を正確に量り, 0.005 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 0.005 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とする。用時製する。この液 1 mL はホルムアルデヒド(CH₂O) 0.5 μg を含む。

ラウリル硫酸ナトリウム標準液 ラウリル硫酸ナトリウム 0.300 g を正確に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL はラウリル硫酸ナトリウム(C₁₂H₂₅O₄SNa : 289.39) 0.15 mg を含む。

硫酸塩標準液 硫酸ナトリウムを 110 °C で 2 時間乾燥し, その 1.479 g を正確に量り, 水に溶かし, 正確に 1000 mL とする。この液 1 mL は硫酸塩(SO₄として) 1 mg を含む。

ヨウ化カリウム標準液 ヨウ化カリウム(日局) 0.131 g を正確に量り, 水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。

ヨウ素標準液 ヨウ化カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し, その 0.260 g を精密に量り, 希水酸化ナトリウム試液に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 1000 mL とし, 標準液とする。この液 1 mL はヨウ素(I : 126.90) 0.020 mg を含む。用時製する。

3 各 条

100334

アカメガシワエキス

Mallotus Bark Extract

赤芽柏エキス

本品はアカメガシワ *Mallotus japonicus* Mueller Argovensis (*Euphorbiaceae*) の乾燥樹皮より抽出したエキスである。

本品は定量するとき、ベルゲニン ($C_{14}H_{16}O_9 \cdot H_2O$: 346.29) 12 ~ 18 % を含む。

製法 アカメガシワの乾燥樹皮をとり、水を浸出剤とし、エキス剤の製法により乾燥エキスとして製する。

本品 1.0 g はアカメガシワの乾燥樹皮約 8 g に相当する。

性状 本品は褐色の粉末で、特異なおい及び味がある。

本品は水にわずかに混濁して溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をとり、メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は暗黄緑色 ~ 暗青黒色を呈する。

(2) 定量法に準じて操作するとき、試料溶液は標準溶液のベルゲニンの保持時間と同じ保持時間にピークを認める。

純度試験 重金属 本品 0.6 g を強熱して灰化し、希塩酸 3 mL を加えて加温した後、ろ過し、残留物は水 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過し、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 3 mL を量り、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (50 ppm 以下)。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

灰分 10.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、メタノール 35 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。冷却後、内部標準液として定量用カフェインのメタノール溶液 (1 : 500) 5 mL を正確に加え、更に酢酸亜鉛 0.05 g を加えて振り混ぜた後、メタノールを加えて 50 mL とし、遠心分離する。上澄液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μ m) でろ過したろ液を試料溶液とする。別に、定量用ベルゲニンをデシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、メタノール 40 mL を加えて溶かし、内部標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のベルゲニン及び内部標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内部標準物質のピーク面積に対するベルゲニンの面積比 A_T 及び A_S を求める。

ベルゲニン ($C_{14}H_{16}O_9 \cdot H_2O$) の量 (mg)

$$= \text{定量用ベルゲニンの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 272 nm)。

カラム: 内径約 4.6 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に充てん剤としてオクタデシルシリル化した 5 μ m のシリカゲルを充てんする。

カラム温度: 45 °C 付近の一定温度。

移動相: 水/メタノール/テトラヒドロフラン/氷酢酸混液 (850 : 150 : 4 : 1)。

流量: ベルゲニンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

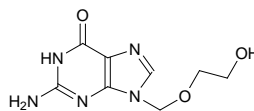
カラムの選定: 標準溶液 3 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベルゲニン及び内部標準物質の順序に流出し、ベルゲニンの保持時間が約 7 分で、分離度 5.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

108783

アシクロビル

Aciclovir



$C_8H_{11}N_5O_3$: 225.20

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アシクロビル ($C_8H_{11}N_5O_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験 本品及びアシクロビル標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、両者のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 F 2.5 mL に薄めた希塩酸 (1 : 10) を加えて 100 mL とする。

(2) 類縁物質 本品約 0.1 g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に液体クロマトグラフ用グアニン約 0.025 g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のグアニンのピーク面積 A_T 及び A_S から、次の計算式によりグアニンの量を求めるとき、1.0 % 以下である。また、試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により求めたアシクロビル及びグアニ

ンのピーク以外の物質の量及び上記で得たグアニンの量から、総類縁物質量を求めるとき、1.5 % 以下である。

グアニンの量 (%)

$$= \frac{\text{液体クロマトグラフ用グアニンの量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 μ L を正確にとり、上記の条件で操作したとき、アシクロピルのピーク高さが、フルスケールの約 30 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアシクロピルの保持時間の約 8 倍の範囲

水分 6.0 % 以下 (0.05 g, 電量滴定法)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びアシクロピル標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれ希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、移動相を加えてそれぞれ正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により、それぞれ 2 回試験を繰り返す。それぞれの液のアシクロピルのピーク面積の平均 A_T 及び A_S を求める。

アシクロピル ($C_8H_{11}N_3O_3$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したアシクロピル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 5 mm, 長さ約 10 cm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：1 デカンサルホン酸ナトリウム 1.0 g 及びリン酸二水素ナトリウム 6.0 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH 3.0 に調整する。この液にアセトニトリル 40 mL を加える。

流量：アシクロピルの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：アシクロピル標準品 0.1 g を希水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、液体クロマトグラフ用グアニンの希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 4000) の 2 mL を加え、移動相を加えて 100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アシクロピル、グアニンの順に溶出し、その分離度が 17 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 10 μ L を正確にとり、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、アシクロピルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

103751

L アスパラギナーゼ

L Asparaginase

本品は大腸菌 (*Escherichia coli*) から得た酵素を含むもので、アスパラギン分解作用を有する。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、1 mg 中 220 K 単位以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 1 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 5 mL を加えてよく振り混ぜ、更に硫酸銅溶液 (1 : 100) 1 滴を加えてよく振り混ぜるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100000) 0.1 mL に 0.022 mol/L アスパラギン液 2 mL を加え、37 $^{\circ}$ C で 15 分間放置し、試料溶液とする。別に L アスパラギン酸 10 mg をとり、水 5 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ろ紙クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつをろ紙上にスポットする。次に水飽和フェノールを展開溶媒とし、約 30 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、90 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

pH 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.05 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

毒性試験 本品 1.0 g をとり、生理食塩液 5 mL を加えて溶かす。この液 0.5 mL ずつを体重 20 \pm 1 g の健康な雄のマウス 5 匹に尾静脈から 5 秒間で注入する。投与直後において、いずれのマウスも呼吸困難、けいれんなどの症状を呈しない。

ヒスタミン及びヒスタミン様物質試験 本品の表示量に従い、100000 K 単位に対応する量を正確に量り、生理食塩液 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、日本抗生物質医薬品基準一般試験法のヒスタミン試験法により試験を行うとき、ヒスタミン陰性である。

乾燥減量 5.0 % 以下 (0.1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、pH 8.0 のリン酸塩緩衝液*を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 8.0 のリン酸塩緩衝液*を加えて正確に 200 mL とする。この液及び pH 8.0 のリン酸塩緩衝液*それぞれ 0.1 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.022 mol/L アスパラギン液 1.9 mL を加え、37 $^{\circ}$ C で正確に 15

分間放置した後、直ちにトリクロル酢酸溶液(49 200) 0.5 mL ずつを加え、それぞれ T 液及び T₀ 液とする。別に硫酸アンモニウム 1.3215 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。用時、この液に水を加えて 10 倍に薄め、S 液とする。T 液、T₀ 液及び S 液 0.5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 7 mL 及びネスラー試液 1 mL を正確に加えてよく振り混ぜる。これらの液につき、水 7.5 mL にネスラー試液 1 mL を加えて振り混ぜた液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 450 nm における吸光度 A_T、A_{T0} 及び A_S を測定する。

本品 1 mg 当たりの L アスパラギナーゼ含量 (K 単位)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_T - A_{T_0}}{A_S} \times \frac{20000}{3}$$

ただし、定量法によって操作するとき、A_S と等しい吸光度を示す L アスパラギナーゼの量を 1 K 単位とする。

貯法

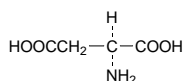
保存条件 冷所保存する。

容器 気密容器。

003608

L アスパラギン酸

L Aspartic Acid



C₄H₇NO₄: 133.10

本品を乾燥したものは定量するとき、L アスパラギン酸 (C₄H₇NO₄) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水に溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は約 3 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1690 cm⁻¹、1609 cm⁻¹、1421 cm⁻¹ 及び 1304 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +24.0 ~ +26.0°(乾燥後、2 g、6 mol/L 塩酸試液、25 mL、100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g に希塩酸 5 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし、水を加えて 45 mL とする。これを検液と

し、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える(0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる(0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g に 0.5 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び水 7 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/酢酸(100) 混液(3:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下(1 g、105 °C、3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: プロムチモールブルー試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。

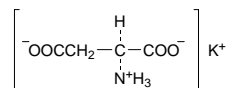
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.310 mg C₄H₇NO₄

貯法 容器 気密容器。

003025

L アスパラギン酸カリウム

Potassium L Aspartate



C₆H₈KNO₄: 171.19

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、L アスパラギン酸 (C₄H₇NO₄: 133.10) 74.6 ~ 80.8 % 及びカリウム (K: 39.10) 21.9 ~ 23.7 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、特異な味がある。本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 100) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 10)はカリウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +19.0 ~ +22.0°(脱水物に換算したもの 2 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える(0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.2 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 10.0 mL を用いる(0.05 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.25 g をとり、水 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/酢酸(100)混液(2:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンの *n* ブタノール溶液(1 200)を均等に噴霧した後、80 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 水分測定用エチレングリコール/メタノール混液(2:1) 40 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試薬で終点まで滴定する。次に本品約 0.2 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、攪拌して溶解した後、試験を行うとき、水分は 8.0 % 以下である。

定量法

(1) L アスパラギン酸 本品約 1.6 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロマトグラフ柱〔300 ~ 1180 μ m の弱酸性陽イオン交換樹脂(H 型^{注1)}) 30 mL を内径約 15 mm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの〕に入れ、1 分間約 2 mL の速度で流出し、次に水 90 mL を用い、1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ管を洗い、流出液及び洗液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: ブロムチモールブルー試液 5 ~ 6 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 13.310 \text{ mg C}_8\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_6$$

注1) 弱酸性陽イオン交換樹脂: 弱酸性陽イオン交換樹脂(DIAION WK 20) 50 g を水 300 mL に一昼夜浸した後、内径約 25 mm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管

に水と共に流し込み、これに 1 mol/L 塩酸試液 350 mL を加え、1 分間約 2 mL の速度で流出し、洗液がブロムクレゾールグリーン試液で緑色~青色を呈するまで 1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ柱を水洗する。

(2) カリウム 本品約 0.1 g を精密に量り、水 25 mL に溶かし、テトラフェニルボロンナトリウム溶液(1 50) 25 mL を徐々に加えて混和し、10 分間放置する。生じた沈殿をガラスろ過器(G 4)を用いてろ過する。残留物をテトラフェニルボロンナトリウム溶液(1 500) 5 mL ずつで 3 回洗った後、105 °C で 1 時間乾燥し、質量を量り、テトラフェニルボロンナトリウム(C₂₄H₂₀BK: 358.32)の量とする。

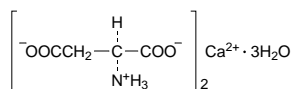
$$\text{カリウム (K) の量 (mg) = テトラフェニルボロンナトリウム (C}_{24}\text{H}_{20}\text{BK: 358.32) の量 (mg) } \times 0.1091$$

貯法 容器 気密容器。

101170

L アスパラギン酸カルシウム

Calcium L Aspartate



C₈H₁₂CaN₂O₆ · 3H₂O : 358.31

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、L アスパラギン酸(C₄H₇NO₄: 133.10) 84.8 ~ 90.2 % 及びカルシウム(Ca: 40.08) 12.5 ~ 13.4 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 100) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 10)はカルシウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +20.0 ~ +23.0°(脱水物に換算したもの 2 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 6.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える(0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g を水 40 mL に溶かし、希塩酸 3 mL 及び水を加えて 45 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える。(0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比

較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g に水 10 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロパノール/1 mol/L 塩酸試液混液 (4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後, 80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき, 主スポット以外のスポットを認めない。

水分 水分測定用メタノール/エチレングリコール混液 (2:1) 40 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり, 水分測定用試薬で終点まで滴定する。次に本品約 0.2 g を精密に量り, 速やかに滴定フラスコに入れ, 攪拌して溶解した後, 試験を行うとき, 水分は 12.0 ~ 16.0 % である。

定量法

(1) L アスパラギン酸 本品約 1.7 g を精密に量り, 水に溶かし, 正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, クロマトグラフ柱 (300 ~ 1180 μ m の弱酸性陽イオン交換樹脂 (H 型^{注1}) 30 mL を内径約 15 mm, 長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの) に入れ, 1 分間約 2 mL の速度でとらし, 次に水 90 mL を用い, 1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ管を洗い, 流出液及び洗液を合わせ, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: プロムチモールブルー試液 5 ~ 6 滴)。ただし, 滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.310 mg $C_4H_7NO_4$

注1) 弱酸性陽イオン交換樹脂: 弱酸性陽イオン交換樹脂 (DIAION WK 20) 50 g を水 300 mL に一昼夜浸した後, 内径約 25 mm, 長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に水と共に流し込み, これに 1 mol/L 塩酸試液 350 mL を加え, 1 分間約 2 mL の速度でとらし, 洗液がプロムクレゾールグリーン試液で緑色~青色を呈するまで 1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ柱を水洗する。

(2) カルシウム 本品約 0.35 g を精密に量り, 水 30 mL に溶かし, pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え, 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T 試液 4 滴)。ただし, 滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL

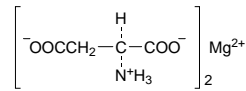
= 2.0039 mg Ca

貯法 容器 気密容器。

003026

L アスパラギン酸マグネシウム

Magnesium L Aspartate



$C_8H_{12}MgN_2O_8$: 288.49

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, L アスパラギン酸 ($C_4H_7NO_4$: 133.10) 88.6 ~ 96.0 % 及びマグネシウム (Mg : 24.31) 8.1 ~ 8.7 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で, においはなく, 特異な味がある。本品は水に極めて溶けやすく, エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1:100) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え, 3 分間加熱するとき, 液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1:10) はマグネシウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D: +22.0 ~ +25.0 $^{\circ}$ (脱水物に換算したもの 2 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.2 ~ 6.7 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.2 g をとり, 試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 10.0 mL を用いる (0.05 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.25 g をとり, 水 25 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を 80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。

これにニンヒドリンの n ブタノール溶液 (1:200) を均等に噴霧した後, 80 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 水分測定用メタノール/エチレングリコール混液 (1:

1) 40 mL を乾燥した滴定用フラスコにとり, 水分測定用試

薬で終点まで滴定する。次に本品約 0.2 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、攪拌して溶解した後、試験を行うとき、水分は 17.0 % 以下である。

定量法

(1) L アスパラギン酸 本品約 1.6 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロマトグラフ柱〔300 ~ 1180 μm の弱酸性陽イオン交換樹脂 (H 型^(注1)) 30 mL を内径約 15 mm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの〕に入れ、1 分間約 2 mL の速度で流出し、次に水 90 mL を用い、1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ管を洗い、流出液及び洗液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: プロムチモールブルー試液 5 ~ 6 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 13.310 mg C₄H₇NO₄

注1) 弱酸性陽イオン交換樹脂: 弱酸性陽イオン交換樹脂 (DIAION WK 20) 50 g を水 300 mL に一昼夜浸した後、内径約 25 mm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に水と共に流し込み、これに 1 mol/L 塩酸試液 350 mL を加え、1 分間約 2 mL の速度で流出し、洗液がプロムクレゾールグリーン試液で緑色~青色を呈するまで 1 分間約 2 mL の速度でクロマトグラフ柱を水洗する。

(2) マグネシウム 本品約 0.3 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T 試液 4 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 1.2153 mg Mg

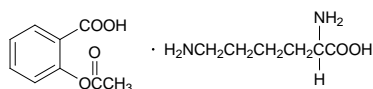
貯法 容器 気密容器。

108371

アスピリン DL リジン

Aspirin DL Lysine

アセチルサリチル酸 DL リジン



C₂₀H₂₄N₂O₈ · C₉H₈O₄ : 326.34

本品を乾燥したものは定量するとき、アスピリン DL リジン (C₂₀H₂₄N₂O₈ · C₉H₈O₄) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に水 5 mL を加えて 5 ~ 6 分間煮沸し、冷後、塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試

液 1 mL を加え、水浴中で 2 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品 1 g に希塩酸 5 mL を加え、1 分間かき混ぜた後、ろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗う。この残留物を炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かして 5 分間煮沸し、希硫酸 10 mL を加えるとき、酢酸のにおいを発し、白色の沈殿を生じる。また、この沈殿をろ去し、ろ液にエタノール 3 mL 及び硫酸 3 mL を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) サリチル酸 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) 20 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用サリチル酸を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求め、次の式によって計算するとき、サリチル酸の量は、1.0 % 以下である。

サリチル酸 (C₇H₆O₃) の量 (mg)

$$= \text{定量用サリチル酸の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{50}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 : 1250)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長 サリチル酸: 303 nm, 内標準物質: 274 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール/氷酢酸混液 (97 : 97 : 6)

流量: サリチル酸の保持時間が約 8 分となるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、サリチル酸、内標準物質の順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

(3) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(6) DL N アセチルリジン 本品 2.0 g 及び薄層クロ

マトグラフ用 DL N アセチルリジン 0.026 g をとり、それぞれを水に溶かして 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/水混液 (63 : 37) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (2 g, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) 20 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にアスピリン標準品をデシケーター (シリカゲル) で 5 時間乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、更に水/メタノール/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアスピリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アスピリン DL リジン ($C_8H_{14}N_2O_2 \cdot C_6H_8O_4$) の量 (mg)

$$= \text{アスピリン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.8114$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 : 1250)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：274 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/氷酢酸混液 (97 : 97 : 6)

流量：アスピリンの保持時間が約 5 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アスピリン、内標準物質の順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して、6 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

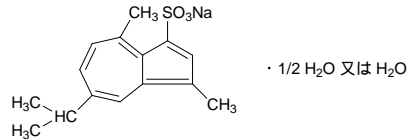
容器 気密容器。

110108

アズレンスルホン酸ナトリウム

Sodium Azulene Sulfonate

グアイアズレンスルホン酸ナトリウム、水溶性アズレン



$C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$: 309.36

又は $C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot H_2O$: 318.36

本品を乾燥したものは定量するとき、アズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2 H_2O$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は暗青色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又は氷酢酸にやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、無水酢酸、エーテル又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 200) の pH は 6.0 ~ 9.0 である。

本品は光により変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、青色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 200) 1 mL に塩酸 0.5 mL を滴加するとき、液の色はしだいに淡黄色になるか、又は脱色する。

(3) 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液* (1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 567 ~ 571 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (568 nm): 19.85 ~ 20.65 (乾燥後, 0.02 g, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液*, 100 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 20 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過するとき、ろ紙上に残留物を認めない。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) グアイアズレン 本品 0.10 g にヘキサン 10 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により波長 605 nm における透過率を測定するとき、95.0 % 以上である。

乾燥減量 3.5 % 以下 (0.5 g, シリカゲル, 24 時間)。

水分 2.5 ~ 3.5 % (乾燥後, 0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 25 mL に溶かし、無水酢酸 25 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 30.936 mg C₁₅H₁₇NaO₃S · 1/2 H₂O

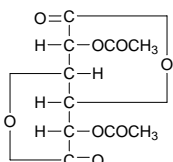
貯 法

保存条件 遮光して保存する。
容 器 気密容器。

003002

アセグラトン

Aceglatone

C₁₀H₁₀O₅ : 258.18

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アセグラトン (C₁₀H₁₀O₅) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 181 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 300) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 10) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、希塩酸 2 mL 及び希塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸する。冷後、希硫酸 10 mL を加えて加温するとき、酢酸のにおいを発する。

(3) 本品 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1800 cm⁻¹ 及び 1753 cm⁻¹ 付近にそれぞれラクトン及びアセチル基の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +140.0 ~ +150.0 ° (1 g, ジメチルホルムアミド, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をジメチルホルムアミド 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.6 g をアセトン 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.8 g をアセトン 40 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、アセトンに溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル*を用いて調製したアセグラトン用薄層板にスポットする。次にアセトン/メタノール/ヘキサン/氷酢酸混液 (100 : 20 : 20 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバナジウムアンモニウム試液を均等に噴霧し、105 °C で 5 分間加熱するとき、主スポット以外の白色のスポットを認めない。

水 分 0.30 % 以下 (2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加え、密栓して 30 分間振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に本品約 1 g を精密に量り、新たに煮沸し、冷却した水 30 mL を加え、氷水中で時々振り混ぜながら正確に 10 分間放置した後、ガラスろ過器 (G 4) を用いて速やかにろ過し、残留物は冷水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し、本品 0.2 g に対応する消費量を求め、補正する (指示薬：フェノールフタレイン試薬 2 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 6.455 mg C₁₀H₁₀O₅。

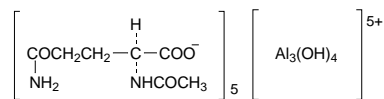
貯 法 容 器 気密容器。

100235

アセグルタミドアルミニウム

Aceglutamide Aluminum

グルマール

C₃₅H₅₅Al₃N₁₀O₂₄ : 1084.84

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、N アセチル L グルタミン (C₇H₁₂N₂O₄ : 188.18) 82.0 ~ 87.0 % 及びアルミニウム (Al : 26.98) 7.0 ~ 8.0 % を含む。

性 状 本品は白色の粉末で、においはなく、収れん性の苦味を有する。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は吸湿性である。

融点：約 221 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.2 g を薄めた塩酸 (1 2) 3 mL に溶かし、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム溶液

(1) (4)を加えて中和した後、ろ過する。ろ液 3 mL に塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈し、煮沸するとき、赤褐色の沈殿を生じる。冷後、塩酸 1 mL を追加するとき、沈殿は溶け、液の色は黄色に変わる。

(2) (1)で得たる液 1 mL に水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に L グルタミン酸 0.02 g を水 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/水混液 (16:9) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧し、90 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

(3) 本品 2 g を白金つばにとり、炭化するまで強熱し、残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加えて 10 分間強熱する。冷後、残留物に希塩酸 15 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。このろ液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -5.0 ~ -7.0 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したものを 2 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.071 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g を磁製つばにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、白煙が発生し、更に白煙がなくなるまで弱く加熱した後、500 ~ 600 $^{\circ}$ C で強熱し、灰化する。灰化が不じゅうぶんのときには、更に硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、同様に弱く加熱した後、500 ~ 600 $^{\circ}$ C で強熱し、灰化を完全にす。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 1.0 g をとり、水に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液 (1) とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液 (2) とする。別に薄層クロマトグラフ用 *N* アセチル L グルタミン酸 0.020 g をとり、水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。更に L グルタミン酸 0.020 g をとり、水に溶かし、正確に 100 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 (1) 及び標準溶液 (1) 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板 (A) にスポットする。更に試料溶液 (2) 及び標準溶液 (2) 5 μ L ずつを同様に調製した薄層板 (B) にスポットする。次に *n* プロパノール/水/氷酢酸混液 (16:8:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。薄層板 (A) にプロムクレゾールグリンのエタノール溶液

(1:1000) を均等に噴霧するとき、試料溶液 (1) から得たスポットは R_f 値約 0.7 付近に *N* アセチル L グルタミンの淡黄色のスポット及び R_f 値約 0.6 付近にアルミニウム塩の青色のスポットを認め、更に薄めた強アンモニア水 (1:100) を均等に噴霧するとき、*N* アセチル L グルタミンの淡黄色のスポットが鮮明となり、標準溶液 (1) から得たスポットに対応する位置の試料溶液 (1) から得たスポットは標準溶液 (1) の淡黄色のスポットより濃くない。また、薄層板 (B) にニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧し、90 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液 (2) から得たスポットは、標準溶液 (2) の紫色のスポットより濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 130 $^{\circ}$ C, 5 時間)。

定量法

(1) *N* アセチル L グルタミン 窒素定量法により試験を行う。ただし、本品約 0.3 g を精密に量り、ケルダールフラスコ A に注意して入れ、酸分解操作を行わずに蒸留装置に連結して蒸留を行う。滴定には 0.025 mol/L 硫酸を用い、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.025 mol/L 硫酸 1 mL = 9.409 mg C₇H₁₂N₂O₄

(2) アルミニウム 本品約 3.0 g を精密に量り、塩酸 20 mL を加え、60 分間水浴上で加熱分解し、冷後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 50 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

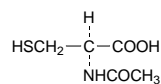
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 1.3491 mg Al

貯法 容器 気密容器。

100258

アセチルシステイン

Acetylcysteine



C₃H₅NO₃S : 163.19

本品を乾燥したものは定量するとき、アセチルシステイン (C₃H₅NO₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、強い酸味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1:100) の pH は約 2.2 である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3380 cm⁻¹, 2550 cm⁻¹, 1717 cm⁻¹ 及び 1414 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 106 ~ 110 °C

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +21 ~ +27° 本品を 80 °C で 3 時間乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 (1 : 100) 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 15 mL を加えて溶かし、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、層長 100 mm で測定する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.35 g をとり、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、強熱して残留物を完全に灰化する。残留物に水 30 mL を加えて溶かし、希硝酸で中和した後、希硝酸 10 mL 及び水を加えて全量を 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作する (0.040 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.8 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.030 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 2.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、3 mol/L 塩酸 8 mL を加え、加温して溶かした後、強過酸化水素水 2 mL を加え、10 分間加熱する。その後、更に強過酸化水素水 2 mL を加え、泡が出なくなるまで加温する。冷後、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L をろ紙にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (4 : 1 : 1) を展開溶媒として約 30 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これをあらかじめヨウ素蒸気で飽和させておいた容器に 15 分間入れるとき、主スポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、共栓付きフラスコに入れ、水 20 mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム 4 g 及び希塩酸 5 mL を加え、更に 0.05 mol/L ヨウ素液 25 mL を正確に加え、密栓し、氷水中で 20 分間暗所に放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

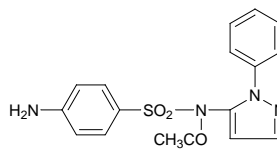
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 16.319 mg C₁₇H₁₆N₄O₃S

貯法 容器 気密容器。

100265

アセチルスルファフェナゾール

Acetylsulfaphenazole



C₁₇H₁₆N₄O₃S : 356.40

本品を乾燥したものは定量するとき、アセチルスルファフェナゾール (C₁₇H₁₆N₄O₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトンにやや溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水又はエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 5 mg に希塩酸 20 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加え、2 ~ 3 分間煮沸するとき、酢酸臭を発する。

(3) 本品 0.05 g を小試験管にとり、注意して加熱し融解するとき、黒褐色を呈し、更に加熱するとき、二酸化イオウのにおいを発する。

(4) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、15 分間加温して溶かす。温時、希塩酸 10 mL を加え、析出した結晶を温時ろ取し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 179 ~ 184 °C である。

融点 186 ~ 191 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.50 g にアセトン 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、70 °C で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、アセトン 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エーテル/メタノール混液 (7 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに亜硝酸試液を均等に噴霧した後、クロモトロブ酸試液を均等に噴霧するとき、淡紅色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、エタノール 25 mL を加え、更に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴

上で 1 時間煮沸する。冷後、過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行う。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 89.10 \text{ mg C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_3\text{S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

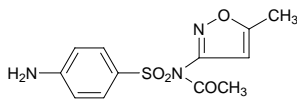
容器 密閉容器。

100270

アセチルスルファメトキサゾール

Acetylsulfamethoxazole

アセチルスルフィソキサゾール



$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$: 295.31

本品を乾燥したものは定量するとき、アセチルスルファメトキサゾール ($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) 97.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトン又はジオキサンにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶けにくく、水酸化ナトリウム試液にやや溶けにくい、加熱すると分解して溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール 3 mL を加え、加熱して溶かし、希塩酸 3 滴を加えた液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、硫酸 0.5 mL 及びエタノール 0.3 mL を加えて煮沸するとき、酢酸エチルのおいを発する。更にこの液を水酸化ナトリウム試液で中和するとき、沈殿を生じる。沈殿をエタノールから再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 169 ~ 172 °C である。

融点 180 ~ 185 °C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 20 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 類縁物質 (N^1 アセチルスルファメトキサゾール, N^1, N^4 ジアセチルスルファメトキサゾール及び遊離スルファメトキサゾール) 本品 0.080 g を正確に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にスルファメトキサゾール 0.020 g を正確に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。その 5 mL, 4 mL, 3 mL, 2 mL 及び 1 mL を正確に量り、それぞれにアセト

ンを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液に対し 2.5 % , 2.0 % , 1.5 % , 1.0 % 及び 0.5 % の標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/無水エタノール混液 (8 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、試料溶液から得られる異種スポットと標準溶液から得られるスポットの大きさ及び濃度を比較するとき、 N^1 アセチルスルファメトキサゾール (R_f 値約 0.21) 及び N^1, N^4 ジアセチルスルファメトキサゾール (R_f 値約 0.38) の総和が 2.5 % 以下で、遊離スルファメトキサゾール (R_f 値約 0.32) が 1.0 % 以下である。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、塩酸 10 mL を加えて溶かし、これに水 50 mL を加え、液温を 5 ~ 10 °C に保ちながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する (電位差滴定法・白金 - カロメル電極)。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 29.531 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$$

貯法

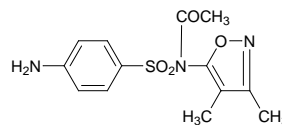
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

120023

アセチルスルフィソキサゾール

Acetyl Sulfisoxazole



$\text{C}_{13}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$: 309.34

本品を乾燥したものは定量するとき、アセチルスルフィソキサゾール ($\text{C}_{13}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトンに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール 3 mL を加え、加温して溶かし、希塩酸 3 滴を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、硫酸 0.5 mL 及びエタノール 0.3 mL を加えて煮沸するとき、酢酸エチルのおいを発する。更にこの液を水酸化ナトリウム試液で中和するとき、沈殿を

生じる。沈殿をろ取し、エタノールから再結晶し、105 ℃で1時間乾燥するとき、その融点は192 ~ 196 ℃(分解)である。

融点 192 ~ 195 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、70 ℃で5分間加熱した後、氷水中で1時間放置し、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にスルフィソキサゾール(日局) 0.025 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板上にスポットする。次にクロロホルム/エーテル/メタノール混液(7:3:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより小さくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、アセトン 25 mL を加えて溶かし、希塩酸 20 mL 及び水 10 mL を加え、15 ℃に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する。ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液を滴加して1分間後に被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

= 30.934 mg C₁₃H₁₆N₂O₃S

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104407

アセチルフェネトライド

Acetylpheneturide

CH₃CH₂CHCONHCONHCOCH₃



C₁₃H₁₆N₂O₃ : 248.28

本品を乾燥したものは定量するとき、アセチルフェネトラ

イド(C₁₃H₁₆N₂O₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はメタノール又はアセトンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に薄めた硫酸(1 : 5) 15 mL を加え、水浴中で30分間加熱する。冷後、エタノール 2 mL を加え、再び水浴中で加熱するとき、酢酸エチルのおいを発する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3250 cm⁻¹, 3160 cm⁻¹, 2970 cm⁻¹, 2940 cm⁻¹, 1740 cm⁻¹, 1725 cm⁻¹, 1690 cm⁻¹, 1370 cm⁻¹, 725 cm⁻¹ 及び 695 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 98 ~ 102 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.50 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶かし、水 70 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。残留物を水 5 mL ずつで2回洗い、洗液はろ液に合わせ、更に水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にメタノール 5 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2)の試料溶液 35 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL にメタノール 7 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.024 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

乾燥減量 0.50 % 以下(0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 60 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、フラスコに入れ、水 50 mL 及び硫酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け、1時間煮沸する。冷後、内容物を分液漏斗に移し、フラスコ及び冷却器はクロロホルム 15 mL ずつで3回洗い、洗液は分液漏斗に合わせ、よく振り混ぜて抽出する。水層は更にクロロホルム 45 mL 及び 30 mL ずつで2回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、水 10 mL で洗い、ろ過する。ろ紙は熱クロロホルム少量で洗い、洗液はろ液に合わせる。これを水浴上で約 5 mL になるまで穏やかに濃縮し、更に送風してクロロホルムを蒸発する。残留物に無水エタノール 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 24.828 mg $C_{13}H_{16}N_2O_3$

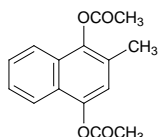
貯法 容器 気密容器。

100252

アセトメナフトン

Acetomenaphnone

ビタミン K₄ ジアセテート



$C_{15}H_{14}O_4$: 258.27

本品を乾燥したものは定量するとき、アセトメナフトン ($C_{15}H_{14}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに酢酸臭がある。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g に氷酢酸 2 mL を加えて溶かし、希塩酸 2 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、強過酸化水素水 1 滴を加え、しばらく加温しながら振り混ぜた後、水 2 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

(2) (1) のクロロホルム層 1 mL をとり、クロロホルムを水浴上で蒸発し、残留物にエタノール 1 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、シアン酢酸エチル 3 滴を加えるとき、液は紫青色を呈する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 3) 1 mL を加えるとき、液は初め緑色を呈し、次に暗褐色に変わる。

(3) 本品 0.20 g に、エタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 1 mL にエタノールを加えて 100 mL とし、吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 286 nm 及び 321 ~ 323 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え、数分間水浴上で加熱し、冷後、希硫酸で中和し、生じた沈殿をろ過する。ろ液は酢酸塩の定性反応を呈する。

融点 112 ~ 115 °C

純度試験 亜鉛 本品 1.0 g に希塩酸 10 mL を加え、試料が油滴状になるまで加熱して振り混ぜ、直ちに冷却した後、ろ過し、熱湯 30 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせる。冷後、水を加えて 50 mL とし、フェロシアン化カリウム試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：亜鉛標準液 2.0 mL に、希塩酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、以下同様に操作する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、フラスコに入れ、氷酢酸 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 15

mL を加え、還流冷却器を付け、15 分間煮沸した後、フラスコの空気を窒素で置換しながら水冷し、直ちに 0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液で滴定する (指示薬：フェナントロリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤だいたい色が黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 1 mL

= 12.913 mg $C_{15}H_{14}O_4$

貯法

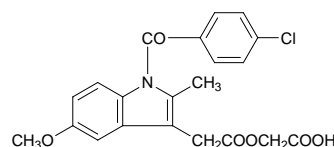
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108562

アセメタシン

Acemetacin



$C_{21}H_{18}ClNO_6$: 415.82

本品を乾燥したものは定量するとき、アセメタシン ($C_{21}H_{18}ClNO_6$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 1000) 5 mL に *p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 2 mL を静かに加えて穏やかに振り混ぜるとき、液の下層は赤色を呈し、更に振り混ぜ混和するとき、液は帯青緑色に変わる。

(2) 本品 1 mg に濃クロモトロブ酸試液 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液の色は赤紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 25000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 316 ~ 320 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1725 cm^{-1} , 1665 cm^{-1} , 1612 cm^{-1} , 1160 cm^{-1} , 797 cm^{-1} 及び 753 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 151 ~ 154 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL

を正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/メチルイソブチルケトン/氷酢酸混液（3：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、アセトン 20 mL を加えて溶かし、水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

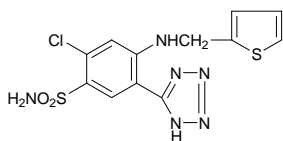
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 41.58 \text{ mg } C_{21}H_{18}ClNO_6$$

貯法 容器 気密容器。

108993

アゾセミド

Azosemide



$C_{12}H_{11}ClN_6O_2S_2$: 370.84

本品を乾燥したものは定量するとき、アゾセミド

（ $C_{12}H_{11}ClN_6O_2S_2$ ）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光により徐々に黄色に着色する。

融点：約 226 $^{\circ}$ C（分解）。

確認試験

（1）本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL に強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸（1 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ～ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

（2）本品 0.01 g をメタノール 10 mL に溶かし、この液 1 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱した後、冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色～赤紫色を呈する。

（3）本品 0.03 g を希水酸化ナトリウム試液に溶かして 100 mL とし、その 2 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ～ 238 nm, 272 ～ 276 nm 及び 324 ～ 330 nm に吸収の極大を示す。

（4）本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3380 cm^{-1} , 3270 cm^{-1} , 1608 cm^{-1} , 1574 cm^{-1} , 1323 cm^{-1} 及び 1173 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

（1）溶状 本品 0.5 g を希水酸化ナトリウム試液 50 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm における吸光度を測定するとき、0.10 以下である。

（2）塩化物 本品 1.0 g に希水酸化ナトリウム試液 60 mL を加え、加温して溶かし、冷後、硝酸 0.5 mL を加えてろ過する。ろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.032 % 以下）。

（3）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（4）芳香族第一アミン 本品 0.020 g をジメチルホルムアミド 5 mL に溶かし、氷冷しながら水 12 mL、亜硝酸ナトリウム溶液（1 200）1.0 mL 及び薄めた塩酸（1 10）2.0 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 1.0 mL を加え、よく振り混ぜ、3 分間放置した後、N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸溶液（1 200）1.0 mL を加えて振り混ぜ、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、ジメチルホルムアミド 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、60 分以内に紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 540 nm における吸光度は 0.15 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する（指示薬：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 10 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色に変わるときとする。別にジメチルホルムアミド 50 mL にエタノール 15 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 37.084 \text{ mg } C_{12}H_{11}ClN_6O_2S_2$$

貯法

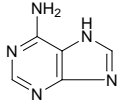
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003006

アデニン

Adenine



C₅H₅N₅ : 135.13

本品を乾燥したものは定量するとき、アデニン (C₅H₅N₅) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水酢酸にやや溶けにくく、水、メタノール、無水酢酸又はエタノールに極めて溶けにくく、*n* ブタノール又はメチルエチルケトンにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.2 g に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かした液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、常温で亜硝酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えて、10 分間放置する。
- (2) 本品 0.3 g に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、500 mL とする。この液 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、アンモニア試液を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アンモニア試液を加えて正確に 50 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、アンモニア試液を加えて、正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロース (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/メチルエチルケトン/強アンモニア水/水混液 (4 : 3 : 2 : 1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.13 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、水酢酸 50 mL を加え、0.1

mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

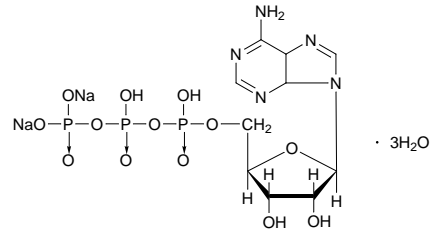
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.513 mg C₅H₅N₅

貯法 容器 気密容器。

003008

アデノシン三リン酸二ナトリウム

Adenosine 5' Triphosphate Disodium



C₁₀H₁₄N₅Na₂O₁₃P₃ · 3 H₂O : 605.19

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アデノシン三リン酸二ナトリウム (C₁₀H₁₄N₅Na₂O₁₃P₃ : 551.14) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (3 10000) 3 mL にオルシンのエタノール溶液 (1 10) 0.2 mL を加え、次いで硫酸第二鉄アンモニウム塩の塩酸溶液 (1 1000) 3 mL を加え、10 分間水浴中で加温するとき、液は緑色を呈する。
- (2) 本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 80000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を、波長 223 ~ 227 nm に吸収の極小を示す。
- (3) 本品の水溶液 (1 100) はナトリウム塩の定性反応 (2) を呈する。
- (4) 本品の水溶液 (1 100) はリン酸塩の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 5.0 g を水に溶かして 100 mL とした液の pH は 2.5 ~ 3.5 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.1 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品につき、定量法の (ii) を準用して試験を行うとき、アデノシン三リン酸二ナトリウム以外の類縁物質の総和は 3.0 % 以下である。

類縁物質の量 (%)

$$= \frac{0.671 \times T_1 + 0.855 \times T_2 + T_3}{0.671 \times T_1 + 0.855 \times T_2 + T_3 + T_4} \times 100$$

- (4) 吸光度の比 本品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 80000) につき、紫外可視吸光度測定法に

より試験を行い、波長 250 nm, 260 nm 及び 280 nm における吸光度 A_1 , A_2 及び A_3 を求めるとき、 A_1/A_2 は 0.78 ~ 0.82, A_3/A_2 は 0.13 ~ 0.17 である。

水分 水分測定用エチレングリコール/水分測定用メタノール混液 (3:2) 50 mL を乾燥した滴定フラスコにとり、水分測定用試液をわずかに過量になるまで加え、水・メタノール標準液で終点まで滴定する。次に、本品約 0.1 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、過量の水分測定用試液の一定量を加え、30 分間かき混ぜた後、激しくかき混ぜながら滴定するとき、水分は 6.0 ~ 12.0 % である。

定量法

(1) 操作法

(i) 総ヌクレオチド量 本品約 0.1 g を精密に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 200 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 259 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{総ヌクレオチド量 (mg)} = \frac{A}{27.94} \times 8000$$

(ii) アデノシン三リン酸二ナトリウムの質量比 本品約 0.2 g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、アデノシン一リン酸のピーク面積を T_1 、アデノシン二リン酸のピーク面積を T_2 、アデノシン三リン酸のピーク面積を T_3 、その他の類縁物質のピーク面積を T_x として、次式により総ヌクレオチド量に占めるアデノシン三リン酸二ナトリウムの質量比を計算する。

$$\begin{aligned} & \text{総ヌクレオチド量に占める} \\ & \text{アデノシン三リン酸二ナトリウムの質量比} \\ & = \frac{T_3}{0.671 \times T_1 + 0.855 \times T_2 + T_3 + T_x} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：259 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 5 cm のステンレス管に、弱塩基性イオン交換基を化学的に結合させた 3 μ m の全多孔性球状シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.25 mol/L リン酸水素二ナトリウム試液に 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて pH 7.0 に調整する。

流量：アデノシン三リン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：アデノシン一リン酸 0.04 g、アデノシン二リン酸二ナトリウム 0.1 g、アデノシン三リン酸二ナトリウム 0.3 g ずつを量り、移動相を加えて溶かし、1000 mL とする。この液 10 μ L につき上記の条件で操作するとき、アデノシン一リン酸、アデノシン二リン酸二ナトリウム、アデノシン三リン酸二ナトリウムの順に溶出し、それぞれの分離度が 3 以上のものを用いる。面積測定範囲：アデノシン三リン酸二ナトリウムの保持時間の約 2 倍の範囲

(2) 計算式

$$\begin{aligned} & \text{本品中のアデノシン三リン酸二ナトリウムの量 (mg)} \\ & = f_1 \times f_2 \end{aligned}$$

f_1 ：操作法 (i) により得られる本品中に含まれる総ヌクレオチド量 (mg)

f_2 ：操作法 (ii) により得られる本品中に含まれるアデノシン三リン酸二ナトリウムの質量比

貯法

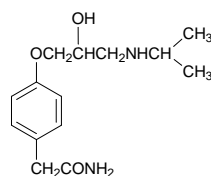
保存条件 冷所に保存する。

容器 気密容器。

108569

アテノロール

Atenolol



$C_{14}H_{22}N_2O_3$: 266.34

本品を乾燥したものは定量するとき、アテノロール ($C_{14}H_{22}N_2O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水酢酸、メタノール又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 : 25) は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm, 274 ~ 278 nm 及び 281 ~ 285 nm に吸収の極大を示し、248 ~ 253 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 3170 cm^{-1} , 1638 cm^{-1} , 1517 cm^{-1} , 1242 cm^{-1} , 814 cm^{-1} 及び 796 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 153 ~ 156 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.50 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。さらにこの液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正

確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 (1) 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液 (99:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。同様に試料溶液及び標準溶液 (2) 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (4:1) を展開溶媒として同様に試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

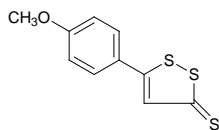
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.634 mg $C_{14}H_{22}N_2O_3$

貯法 容器 気密容器。

003009

アネトールトリチオン

Anetholtrithion



$C_{10}H_8OS_3$: 240.36

本品を乾燥したものは定量するとき、アネトールトリチオン ($C_{10}H_8OS_3$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡褐色 ~ 褐色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品はアセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

融点: 105 ~ 110 $^{\circ}$ C

確認試験

(1) 本品 5 mg にジオキササン 3 mL を加えて溶かし、ニトロプルシドナトリウム試液*2 mL を加えるとき、液は暗緑色を呈する。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 233 ~ 237 nm, 346 ~ 350 nm 及び 430 ~ 434 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.025 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ヘキサン混液 (10:3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 5 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とした液につき、432 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

アネトールトリチオン ($C_{10}H_8OS_3$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{482} \times 20000$$

貯法 容器 密閉容器。

111978

アプロチニン液

Aprotinin Solution

本品は健康なウシの肺又は耳下腺から抽出して得たアプロチニンを含む溶液である。

本品は定量するとき、1 mL 中アプロチニン 15000 ~ 25000 単位 (KIE) を含む。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の適量を量り、pH 8.6 のバルピタール・バルピタールナトリウム緩衝液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン約 10000 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。別にアプロチニン標準液の適量を量り、pH 8.6 のバルピタール・バルピタールナトリウム緩衝液を加えて、その 1 mL 中にアプロチニン約 10000 単位 (KIE) を含むように薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、酢酸セルロース膜を用いたゾーン電気泳動法により試験を行う。電気泳動用酢酸セルロース膜 (60 x 220 mm) を用い、中央から陽極側約 10 mm のところに 20 mm 間隔で約 5 mm の線を 2 本引き原線とする。この膜を pH 8.6 のバルピタール・バルピタールナトリウム緩衝液に浮かべ、気泡を追いだしながら静かに浸した後、膜を取り出し、余分の緩衝液を乾いた紙で除く。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつをそれぞれこの原線上に線条にスポットする。この膜を装置の支持わくに固定し、膜の中心を支持わくの中心の位置に合わせ、膜の両端を pH 8.6 のバルピタール・バルピタールナトリウム緩衝液を満たした両容器に浸す。泳動槽を密閉し、約 15 分間放置した後、直流定電流電源装置を用いて、膜幅 10 mm 当たり 1 mA の定電流を設定し、30 分間電流を通じ、常温で泳動を行う。泳

動後、膜を支持わくから取りはずし、アミドブラック 10 B 染色液に静かに浸し、20 分間染色する。染色後、氷酢酸溶液 (1 : 50) で 1 ~ 2 分間ずつ 4 ~ 5 回新しい液ととり替えながら脱色した後、水洗する。水洗後、膜を風乾する。試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び移動度は等しい。

(2) 本品の適量を量り、pH 7.8 のトリエタノールアミン緩衝液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン 100 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。試料溶液及び pH 7.8 のトリエタノールアミン緩衝液 1.5 mL ずつをそれぞれ別の試験管にとり、定量法の (1) のトリプシン溶液 0.1 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後、直ちに 25 °C の恒温槽中に 5 分間放置する。次にそれぞれの試験管に *N* α ベンゾイル DL アルギニン *p* ニトロアニリド試液 1.0 mL を加えてよく振り混ぜた後、25 °C の恒温槽中に 15 分間放置するとき、試料溶液の色は変化せず、pH 7.8 のトリエタノールアミン緩衝液の色は明らかに黄色を呈する。

pH 5.0 ~ 7.0

純度試験

(1) たん白質 定量法で得た値に基づき、必要ならば本品に水を加えて、その 1 mL 中にアプロチニン 15000 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。試料溶液 2.0 mL をとり、トリクロル酢酸溶液 (1 : 5) 0.2 mL を加えて 3 分間放置するとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

(2) スルホサリチル酸 (1) の試料溶液 2.0 mL をとり、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈しない。

(3) 重金属 本品 2.0 mL をとり、硫化水素試液 1 mL を加えるとき、液は混濁又は暗色を呈しない。

(4) 窒素 本品 15 mL を正確に量り、ケルダールフラスコに入れ、吸引しながら水浴上で加熱してほとんど蒸発乾固し、残留物につき、窒素定量法により試験を行うとき、定量法から得た値に基づくアプロチニン 1000 単位 (KIE) につき、窒素 (N : 14.007) の量は 0.020 ~ 0.040 mg である。

安全性試験 本品に生理食塩液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン 5000 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。体重 1 kg 当たり試料溶液 50 mL を、体重約 20 g の健康なマウス 5 匹の尾静脈に注射するとき、72 時間以内にいずれのマウスにも異常を認めない。

抗原性試験 本品に生理食塩液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン 1500 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。体重 1 kg 当たり試料溶液 2 mL を、第 1 日目及び第 3 日目にそれぞれ体重 250 ~ 300 g の健康なモルモット 5 匹に静脈注射する。最終注射をした 3 週間後、再び試料溶液を、体重 1 kg 当たり 2 mL 静脈注射するとき、いずれのモルモットにも著明なショック症状及び死亡するものを認めない。

発熱性物質試験 試験を行うとき、発熱性物質陰性である。ただし、試料溶液は本品に生理食塩液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン 10000 単位 (KIE) を含むように薄め、注射量はウサギ体重 1 kg 当たり 2 mL とする。

ヒスタミン試験 日本抗生物質医薬品基準ヒスタミン試験法に

より試験を行うとき、陰性である。ただし、試料溶液は本品に生理食塩液を加え、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づきアプロチニン 5000 単位 (KIE) を含むように薄める。無菌試験 試験を行うとき、これに適合する。

定量法

(1) トリプシン溶液 結晶トリプシンの表示された FIP 単位に従いトリプシン約 250 FIP 単位に対応する量を量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。用時製し、氷冷保存する。

(2) 試料溶液 本品の適量を量り、pH 8.0 のホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加え、その 1 mL 中に 800 単位 (KIE) を含むように薄め、試料溶液とする。

(3) 装置 反応容器は内径 20 mm、高さ 50 mm のガラス製瓶で、pH 測定用のガラス・甘コウ電極、窒素導入管及び排気口を取り付けたゴム栓をする。反応容器を恒温槽に固定する。恒温槽は精密な温度調節器を用い、浴温を 25 ± 0.1 °C に保つ。

(4) 操作法 *N* α ベンゾイル L アルギニンエチル試液 5.0 mL に pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 45.0 mL を加えて基質溶液とする。次にトリプシン溶液 1 mL を正確に量り、pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試験溶液 I とする。基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を滴加して液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液 I を正確に 1 mL 加え、直にかき混ぜながら反応液の pH を 8.00 に保つように 50 μL のマイクロピペット (最小目盛 1 μL) を用い、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を少量ずつ滴加し、pH が 8.00 に達したときの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量及びその反応時間を求める。この操作は 6 分まで行う。

別にトリプシン溶液 2 mL 及び試料溶液 1 mL をそれぞれ正確に量り、pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試験溶液 II とする。

基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した試験溶液 II を正確に 1 mL 加え、以下同様の操作を行う。また、別に基質溶液 10.0 mL をとり、反応容器に入れ、窒素を通じてかき混ぜながら、液の pH を 8.00 に調整し、あらかじめ試験温度で 10 分間放置した pH 8.0 の四ホウ酸ナトリウム・塩化カルシウム緩衝液 1.0 mL を加え、以下同様の操作で空試験を行う。

(5) 計算法 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (μL) を反応時間 (分) に対しプロットし、直線となる反応時間 t_1 及び t_2 を選び、これに対応する 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を v_1 及び v_2 とし、それぞれの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mole 数を M とする。

$$M (\mu \text{ mole NaOH/min}) = \frac{v_2 - v_1}{t_2 - t_1} \times \frac{1}{10} \times f$$

f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の規定度係数

本品 1 mL 中の単位数 (KIE)

$$= \frac{2(M_A - M_0) - (M_B - M_0)}{L} \times n \times 32.5$$

- L: 試験溶液 II に加えた試料溶液の量 (mL)
- n: 本品の希釈係数
- M_A: 試験溶液 I を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mole 数
- M_B: 試験溶液 II を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mole 数
- M₀: 空試験溶液を用いたときの 1 分間に消費される水酸化ナトリウムの μ mole 数

32.5: FIP 単位から KIE 単位への換算係数

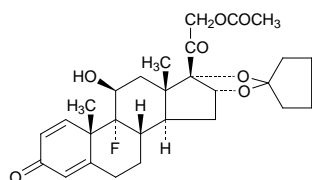
貯 法

- 保存条件 遮光して、冷所に保存する。
- 容 器 密閉容器。

107787

アムシノニド

Amcinonide



C₂₈H₃₅FO₇: 502.57

本品を乾燥したものは定量するとき、アムシノニド (C₂₈H₃₅FO₇) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はアセトン、ジクロルメタン又はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又はイソプロパノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 252 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品のエタノール溶液(1 3000)6 mL に 2 β ジ第三ブチル p クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は青緑色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は、フッ化物の定性反応を呈する。
- (4) 本品のメタノール溶液(1 50000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。
- (5) 本品及びアムシノニド標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとアムシノニド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びアムシノニド標準品をアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 [α]_D²⁰: +86 ~ +94 °(乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (2) 他のステロイド 本品 0.030 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液(9:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(0.5 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下(0.5 g, 白金のつぼ)。

定 量 法 本品及びアムシノニド標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアムシノニドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アムシノニド(C₂₈H₃₅FO₇)の量(mg)

$$= \text{アムシノニド標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 「酢酸トリアムシノロン」の移動相溶液(1 1000)

操作条件

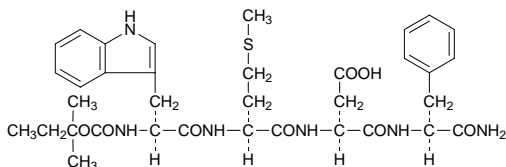
- 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)
- カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。
- カラム温度: 室温
- 移動相: ジクロルメタン/イソプロパノール混液(97:3)
- 流量: アムシノニドの保持時間が約 5 分になるように調整する。
- カラムの選定: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、アムシノニド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 1.9 以上で、アムシノニドのテーリング係数が 1.60 以下のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

100528

アモガストリン

Amogastrin

C₃₅H₄₆N₆O₈S : 710.84

本品を乾燥したものは定量するとき、アモガストリン (C₃₅H₄₆N₆O₈S) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、水酢酸又はエタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 216 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg にエタノール 5 mL を加えて溶かした液に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 2 mL を加え、水浴中で加温するとき、液は青色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、時々振り混ぜながら加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品のエタノール溶液 (3 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272 ~ 278 nm に吸収の肩を示し、280 ~ 284 nm 及び 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3319 cm⁻¹, 2969 cm⁻¹, 1651 cm⁻¹, 1524 cm⁻¹ 及び 1160 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : -30.0 ~ -34.0° (乾燥後, 0.1 g, ジメチルホルムアミド, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.050 g をとり、ジメチルホルムアミド 2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水酢酸混液 (75 : 25 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩酸を均等に噴霧し、105 °C で 2 ~ 3 分間加熱した後、更にニンヒドリン試液を均等に噴霧し、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.2 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 3 時間)。

構成アミノ酸 本品 0.010 g をとり、水酢酸を加え、加温して溶かし、10 mL とする。この液 1 mL を試験管にとり、水酢酸を減圧で留去し、残留物に 6 mol/L 塩酸試液/チオグリコール酸混液 (25 : 1) 2 mL を加える。これを減圧下

融封した後、110 ± 2 °C で 16 時間加熱する。冷後、開封し、減圧で蒸発乾固し、残留物に 0.01 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にアスパラギン酸 9 mg, メチオニン 0.010 g, フェニルアラニン 0.011 g 及びトリプトファン 0.014 g をそれぞれ正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とし、この液 2 mL をとり、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 10 mL とし、アミノ酸標準溶液とする。試料溶液及びアミノ酸標準溶液 50 μL につき、アミノ酸自動分析計により試験するとき、アスパラギン酸 (保持時間 約 19 分), メチオニン (保持時間 約 47 分), フェニルアラニン (保持時間 約 66 分) 及びトリプトファン (保持時間 約 104 分) のピークを認める。また、フェニルアラニンの値を 1 としてモル比を求めるとき、アスパラギン酸, メチオニン及びトリプトファンは 0.9 ~ 1.1 である。

定量法 本品及びアモガストリン標準品を乾燥し、その約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれにエタノール 60 mL を加え、水浴上で穏やかに加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、エタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 282 nm における吸光度 *A*_T 及び *A*_S を測定する。

アモガストリン (C₃₅H₄₆N₆O₈S) の量 (mg)

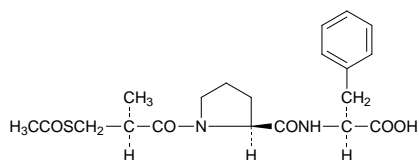
$$= \text{アモガストリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

109482

アラセプリル

Alacepril

C₂₀H₂₆N₂O₅S : 406.50

本品を乾燥したものは定量するとき、アラセプリル (C₂₀H₂₆N₂O₅S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に塩酸ヒドロキシルアミンのメタノール飽和溶液 0.5 mL 及び水酸化カリウムのメタノール飽和溶液 0.5 mL を加え、水浴中でほとんど蒸発乾固するまで加熱する。冷後、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて弱酸性とした後、塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は紫色 ~ 暗紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム 0.1 g を加え、徐々

に加熱して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、水 2 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸鉛試液 1 mL を加えるとき、褐色～黒色の沈殿を生じる。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3250 cm^{-1} , 1743 cm^{-1} , 1685 cm^{-1} , 1560 cm^{-1} 及び 705 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-81 \sim -85^\circ$ (乾燥後, 0.25 g, エタノール, 25 mL, 100 mm)。

融点 $153 \sim 157^\circ\text{C}$

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 30 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をメタノール 30 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にメタノール 30 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をエタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/氷酢酸/酢酸エチル混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、3 個以下で標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105°C , 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、メタノール 50 mL 及び水 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

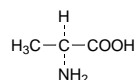
= 40.65 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$

貯法 容器 気密容器。

003609

L アラニン

L Alanine



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$: 89.09

本品を乾燥したものは定量するとき、L アラニン

($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに甘い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硫酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1589 cm^{-1} , 1508 cm^{-1} , 1412 cm^{-1} 及び 1362 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+13.5 \sim +15.5^\circ$ (乾燥後, 2.5 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かした液の pH は 5.7 ~ 6.7 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g をとり、水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、 80°C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105°C , 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

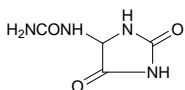
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.909 mg C₃H₇NO₂

貯法 容器 気密容器。

003015

アラントイン

Allantoin



C₄H₆N₄O₃ : 158.12

本品を乾燥したものは定量するとき、アラントイン

(C₄H₆N₄O₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 225 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、これに塩酸フェニルヒドラジン溶液 (1 : 100) 10 mL を加え、冷後、フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し、更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1778 cm⁻¹, 1716 cm⁻¹, 1658 cm⁻¹, 1528 cm⁻¹ 及び 1397 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

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

(2) 塩化物 本品 2.5 g をとり、水 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.004 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、水 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.5 g をとり、水 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 40 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 0.10 % 以下 (2 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、水 80 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.39529 mg C₆H₁₄N₂O₂

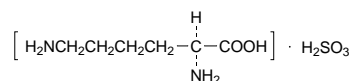
貯法 容器 密閉容器。

122060

亜硫酸リジン

Lysine Sulfite

L リジン亜硫酸塩



(C₆H₁₄N₂O₂) · H₂SO₃ : 374.45

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、亜硫酸リジン [(C₆H₁₄N₂O₂) · H₂SO₃] 98.5 % 以上を含み、また、亜硫酸 (H₂SO₃ : 82.08) 20.5 ~ 22.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なおいがあり、わずかに特異な味がある。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水又は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱した後、水を加えて 50 mL とするとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2940 cm⁻¹, 2140 cm⁻¹, 1583 cm⁻¹, 1516 cm⁻¹ 及び 1408 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) は亜硫酸塩及び亜硫酸水素塩の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰: +19.5 ~ +21.5 ° (乾燥物に換算したもので、1 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 7.4 ~ 8.4 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を水 40 mL に溶かし、希硝酸 8 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 8 mL 及び水を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かし、塩酸 2 mL を加え、約 10 mL となるまで直火で注意して加熱する。冷後、塩化バリウム試液 2 mL を加え、水浴上で 15 分間

加熱する。冷後、沈殿をろ取り、水で洗い、強熱するとき、残留物は 0.05 g 以下である。同様の方法で空試験を行い、補正する (SO_4 として 2.1 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を水 15 mL に溶かし、硫酸 1 mL を加え、約 5 mL となるまで直火で注意して加熱する。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液 1 mL を用いる (1 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に塩酸 L リジン 0.10 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した亜硫酸リジン用薄層板にスポットする。次に 1-ブタノール/水/ピリジン/酢酸 (100) 混液 (4:2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥する。これにニヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}\text{C}$ で 5 分間加熱するとき、試料溶液からは標準溶液 (2) から得たスポットと同一の色調の単一のスポットを認めるか、他のスポットを認めても標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 亜硫酸リジン 本品約 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、カラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 5 g を内径約 10 mm、長さ約 25 cm のクロマト用ガラス管に充てんし、よく水洗する。樹脂層は水 10 mL ずつで 4 回洗い、流出液及び洗液は除く。次に樹脂層に薄めたアンモニア水 (28)(1:2) 50 mL を通し、溶出液はピーカーに受ける。液量が約 10 mL となるまで注意して煮沸した後、水浴上で蒸発乾固し、更に 105 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間乾燥する。残留物をギ酸 3 mL に溶かした後、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液のだいたい黄色が帯黄緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 9.361 \text{ mg } (\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_3$$

(2) 亜硫酸 本品約 0.3 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え、密栓して振り混ぜ、暗所で 5 分間放置する。次に塩酸 1 mL を加え、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を

行う。

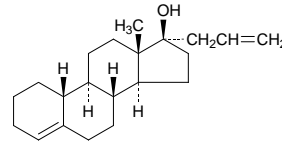
$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL} = 4.104 \text{ mg H}_2\text{SO}_3$$

貯法 容器 気密容器。

100397

アリルエストレノール

Allylestrenol



$\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}$: 300.48

本品を乾燥したものは定量するとき、アリルエストレノール ($\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はエタノール、アセトン、クロロホルム又はジオキサンに極めて溶けやすく、メタノール又はエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液はだいたい色を呈する。この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品及びアリルエストレノール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとアリルエストレノール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D: +37 ~ +40 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 78 ~ 81 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にジオキサン 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、クロロホルム/エタノール混液 (99:1) 10 mL を加えて溶かし試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ヘプタン/アセトン混液 (4:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し、105 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間加熱するとき、褐色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びアリルエストレノール標準品をデシケータ (五酸化リン) で 5 時間減圧乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれにメタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に注入し、それぞれの交互に連続するピーク高さ又はピーク面

積の 3 回の平均値 H_1 及び H_5 を求める。

$$\begin{aligned} & \text{アリルエストレノール (C}_{21}\text{H}_{32}\text{O) の量 (mg)} \\ &= \text{乾燥物に換算したアリルエストレノール} \\ & \quad \text{標準品の量 (mg)} \times \frac{H_1}{H_5} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm 付近の一定波長）

カラム：内径 4 mm，長さ 25 cm のステンレス管に充てん剤としてオクタデシルシリル化した 10 μm のシリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水 10 mL にメタノール 90 mL を加える（ただし，アリルエストレノールの保持時間が 5 分以内の場合は水を添加し，アリルエストレノールの保持時間が 6 分となるように移動相組成を調整する）。

流量：毎分 1 mL

カラムの選定：標準溶液につき，上記の条件で操作し，アリルエストレノールのピークの理論段数（JIS K 0214 参照）を求めるとき，1000 段以上のものを用いる。

試料注入装置：バルブ又はループ式自動注入器を用いる。

貯法

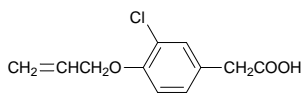
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100360

アルクロフェナク

Alclofenac



C₁₁H₁₁ClO₃ : 226.66

本品を乾燥したものは定量するとき，アルクロフェナク（C₁₁H₁₁ClO₃）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに刺激性のにおいがあり，特異な味がある。

本品はメタノール，氷酢酸，エタノール，アセトン，酢酸エチル，エーテル又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

（1）本品 3 mg に塩化チオニル 2 滴を加え，油浴中で加熱して蒸発乾固し，残留物に塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液 2 滴及び希水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加え，水浴中で 3 分間加熱する。冷後，0.5 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし，塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する。

（2）本品 0.03 g にエタノール 3 mL を加えて溶かし，臭素試液 1 ～ 2 滴を加えるとき，臭素の色は消える。

（3）本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウ

ム錠剤法により測定するとき，波数 1710 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

（4）本品の 0.2 g に水 3 mL を加えて懸濁した液は，塩化物の定性反応（1）を呈する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (280 nm) : 81 ～ 91 (乾燥後，0.01 g，エタノール，100 mL)。

融点 91 ～ 94 °C

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

（2）塩化物 本品 0.8 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL にエタノール 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.020 % 以下）。

（3）硫酸塩 本品 0.8 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にエタノール 30 mL，希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.030 % 以下）。

（4）重金属 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（5）ヒ素 本品 2.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う（1 ppm 以下）。

（6）類縁物質 本品 0.50 g をとり，酢酸エチルを加えて溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，酢酸エチルを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジオキサン/氷酢酸混液（10 : 4 : 1）を展開溶液として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。別に同様の操作で展開した後，この薄層板にフェリシアン化カリウム溶液（1 : 100）及び希塩化第二鉄試液を均等に噴霧するとき，主スポットと異なる位置に青色のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g，減圧，五酸化リン，70 °C，6 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.5 g を精密に量り，エタノール 40 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 22.666 \text{ mg C}_{11}\text{H}_{11}\text{ClO}_3 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102079

アルサーオキシロン

Alseroxylon

本品は *Rauwolfia serpentina* Bentham (*Apocynaceae*) の根から選択的に抽出精製したもので、レセルピン、レシナミン、アジマリンなどの混合アルカロイドの塩酸塩である。

- 性状 本品は黄褐色～褐色の粉末で、特異なおいがある。
 本品は無水エタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。
 本品は水にわずかに混濁して溶ける。
 本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品 5 mg をバニリン・塩酸試液 20 mL に溶かし、加温するとき、液は紅色～暗紅色を呈する。
 (2) 本品 2 mg を希酢酸 10 mL に溶かし、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、青色の蛍光を発する。
 (3) 本品 0.1 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。別にレセルピン（日局）及びアジマリン（日局）0.020 g をそれぞれクロロホルム 10 mL に溶かし、標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液（1）及び標準溶液（2）5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/ジエチルアミン混液（16：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに用時調製した亜硝酸ナトリウムの硫酸溶液（1：200）を均等に噴霧するとき、標準溶液（1）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは黄緑色を呈する。また、標準溶液（2）から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは鮮紅色を呈する。
 (4) 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて強熱し、冷後、水 5 mL を加えてよく混和した後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 本品を乾燥し、その 0.025 g を正確に量り、無水エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 220 nm、252 nm 及び 307 nm における吸光度 A_1 、 A_2 及び A_3 を測定するとき、 A_1 は 0.60 ~ 0.96、 A_2 は 0.31 ~ 0.55 及び A_3 は 0.16 ~ 0.28 である。

純度試験 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）。

乾燥減量 5.0 % 以下（1 g、減圧、五酸化リン、105 $^{\circ}$ C、3 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

当量質量 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 25 mL を加え、加温して溶かし、冷後、非水滴定用酢酸第二水銀試液 20 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

本品の当量質量は 382 ~ 466 である。

$$\text{当量質量} = \frac{10000 \times W}{T}$$

W：試料採取量（g）

T：補正した 0.1 mol/L 過塩素酸の消費量（mL）

貯法

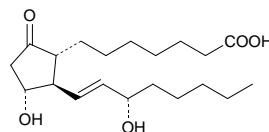
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109312

アルプロスタジル

Alprostadil



$C_{20}H_{34}O_5$: 354.48

本品を乾燥したものは定量するとき、アルプロスタジル（ $C_{20}H_{34}O_5$ ）97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール（99.5）又はテトラヒドロフランに溶けやすく、アセトニトリルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品のエタノール（99.5）溶液（1 : 100000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 nm 付近に吸収の極大を示さない。また、この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液は、278 nm 付近に吸収の極大を示す。
 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} 、2860 cm^{-1} 、1731 cm^{-1} 、1465 cm^{-1} 、1174 cm^{-1} 及び 967 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -53 ~ -61 $^{\circ}$ （乾燥後、0.025 g、テトラヒドロフラン、5 mL、100 mm）。

融点 114 ~ 118 $^{\circ}$ C

純度試験 類縁物質 本品 4 mg に液体クロマトグラフ用アセトニトリル/水混液（9：1）2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、液体クロマトグラフ用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、液体クロマトグラフ用アセトニトリル/水混液（9：1）を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、次の計算式により個々の類縁物質の量を求めるとき、試料溶液のアルプロスタジルのピークに対する保持時間の比が 0.70 付近及び 1.26 付近に溶出するものの量は、それぞれ 0.5 % 以下である。同様に、0.88 付近及び 1.18 付近に溶出するものの量は、それぞれ 1.0 % 以下である。同様にアルプロスタジル及び上記の類縁物質以外の個々の量を求めると

き、いずれも 0.10 % 未満である。また、試料溶液から得た類縁物質の総量は 2.0 % 以下である。なお、0.01 % 未満のピーク及び溶媒由来のピークは除く。

$$\text{個々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_i}{A_s}$$

A_i : 各類縁物質のピーク面積

A_s : 標準溶液のピーク面積

本品中の類縁物質の総量 (%)

= 個々の類縁物質の量 (%) の総和

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 5 μL から得たアルプロスタジルのピーク高さが 20 mm ~ 60 mm になるように調整する。

面積測定範囲：アルプロスタジルの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

定量法 本品及びアルプロスタジル標準品を乾燥し、その約 5 mg ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし、それぞれに液体クロマトグラフ用アセトニトリル/水混液 (9 : 1) を加え、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアルプロスタジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アルプロスタジル (C₂₀H₃₄O₅) の量 (%)

$$= \frac{\text{アルプロスタジル標準品の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

内標準溶液 フタル酸ジメチルの液体クロマトグラフ用アセトニトリル/水混液 (9 : 1) 溶液 (1 : 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：196 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：薄めた pH 6.3 の 1/15 mol/L リン酸塩緩衝液 (1 : 10) / 液体クロマトグラフ用アセトニトリル/液体クロマトグラフ用メタノール混液 (36 : 11 : 3)

流量：アルプロスタジルの保持時間が約 10 ~ 11 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、アルプロスタジル、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して、5 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

120024

アルミニウム・ クロルヒドロキシアラントイネート

Aluminum Chlorhydroxy Allantoinate

アラントインクロルヒドロキシアラントイネート, アルクロキサ

本品はアラントインと塩化アルミニウムとの縮合物である。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、窒素 (N : 14.007) 13.7 ~ 16.7 %, 酸化アルミニウム (Al₂O₃ : 101.96) 29.4 ~ 33.2 % 及び塩素 (Cl : 35.45) 8.6 ~ 11.8 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は取れん性がある。

本品は水にやや溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.4 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、これに塩酸フェニルヒドラジン溶液 (1 : 100) 10 mL を加え、冷後、フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し、更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 1.2 g に水 60 mL を加え、加温して溶かし、冷却した液は、アルミニウム塩及び塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g に塩酸 4 mL 及び水 3 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 30 mL を加え、加温してよく振り混ぜる。冷後、ろ過し、ろ液に希酢酸 2 mL 及びアンモニア試液を滴加して pH を 3.3 ~ 3.4 に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

水分 7.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) 窒素 本品約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

(2) 酸化アルミニウム 本品約 0.29 g を精密に量り、塩酸 6 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 20 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 25 mL を加え、0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬：ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL

$$= 1.0196 \text{ mg Al}_2\text{O}_3$$

(3) 塩素 本品約 0.4 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴

定する（指示薬：クロム酸カリウム試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

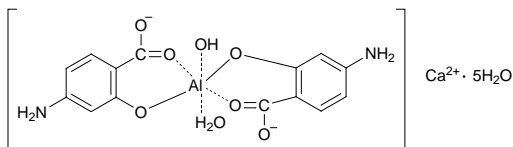
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.5453 mg Cl

貯法 容器 気密容器。

101138

アルミノパラアミノサリチル酸 カルシウム

Calcium Alumino *p* aminosalicylate



$C_{14}H_{13}Al CaN_2O_8 \cdot 5H_2O$: 494.40

本品は定量するとき，パラアミノサリチル酸 ($C_7H_7NO_3$: 153.14) 60.0 ~ 64.0 % ，アルミニウム (Al : 26.98) 4.9 ~ 6.1 % 及びカルシウム (Ca : 40.08) 7.2 ~ 9.1 % を含む。

性状 本品は白色～灰褐色の粉末で，におい及び味はない。

本品は水，エタノール，アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 2 g に水 30 mL を加えて振り混ぜた後，1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えてよく振り混ぜるとき，溶け始めると同時に沈殿を生じる。沈殿を吸引ろ取し，冷水でよく洗い，デシケーター（減圧，シリカゲル）で 2 時間乾燥し，その 0.01 g に水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 5 mL をとり，塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する。

(2) (1) で得たるろ液 5 mL に希塩酸 1 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品 2 g に水 30 mL を加えて振り混ぜた後，希塩酸 10 mL を加えてよく振り混ぜるとき，溶け始めると同時に沈殿を生じる。この液をろ過した液はアルミニウム塩の定性反応 (1)，(3) 及び (4) を呈する。

(4) (3) のろ液にメチルレッド試液 1 滴を加え，アンモニア試液を液がわずかに黄色を呈するまで加え，必要ならばろ過する。ろ液はカルシウム塩の定性反応 (1)，(2) 及び (3) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.30 g に希硝酸 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色～淡褐色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.025 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり，第 3 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.40 g をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え，水浴上で加温して溶かし，これを検液とし，装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(5) *m* アミノフェノール 本品 0.10 g に氷水中で冷却した 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム試液 5 mL を加え，激しく振り混ぜて溶かし，直ちに氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜる。次に硫酸 4 アミノ *N,N* ジエチルアニリン試液 2 mL を加えて振り混ぜ，シクロヘキサン 10.0 mL 及び薄めたフェリシアン化カリウム試液 (1 10) 4 mL を加え，直ちに 20 秒間振り混ぜる。この液を遠心分離してシクロヘキサン層を分取し，薄めたアンモニア試液 (1 14) 5 mL ずつで 2 回洗い，無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜ，5 分間放置する。澄明なシクロヘキサン層 2.0 mL をとり，シクロヘキサン 5.0 mL を加えて混和するとき，液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：*m*-アミノフェノール 0.050 g に水を加えて溶かし，正確に 500 mL とし，この液 20 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5.0 mL をとり，氷水中で冷却した pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3 mL を加えて振り混ぜ，以下同様に操作する。

定量法

(1) パラアミノサリチル酸 本品約 1 g を精密に量り，水 150 mL 及び希塩酸 3 mL を加え，加熱して溶かす。冷後，水を加えて正確に 250 mL とし，試料溶液とする。試料溶液 10 mL を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，0.05 mol/L 臭素液 25 mL を正確に加え，次に臭化カリウム溶液 (1 4) 20 mL を加え，更に氷酢酸/塩酸混液 (5 : 2) 14 mL を速やかに加えて直ちに密栓し，時々振り混ぜ，10 分間放置する。これにヨウ化カリウム試液 6 mL を注意して加え，穏やかに振り混ぜ，5 分後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 2.5523 mg $C_7H_7NO_3$

(2) アルミニウム 定量法 (1) で得た試料溶液 20 mL を正確に量り，氷酢酸 1 mL 及び 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 20 mL を正確に加え，3 分間煮沸する。冷後，酢酸アンモニウム溶液 (77 1000) 30 mL を加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する（指示薬：キシレノールオレンジ試液 4 滴）。ただし，滴定の終点は液の黄色にわずかに赤色を帯びたときとする。同様の方法で空試験を行う。0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 0.5396 mg Al

(3) カルシウム 定量法 (1) で得た試料溶液 30 mL を正確に量り，水 70 mL，トリエタノールアミン 0.5 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 6 mL を加え，更に NN 指示薬 0.1 g を加えた後，直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 0.8016 mg Ca

貯法

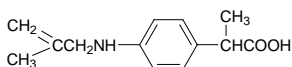
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109409

アルミノプロフェン

Alminoprofen

C₁₃H₁₇NO₂ : 219.28

本品を乾燥したものは定量するとき、アルミノプロフェン (C₁₃H₁₇NO₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色又は微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はない。

本品はメタノール、無水エタノール又は氷酢酸に溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光により徐々に着色する。

本品の無水エタノール溶液 (1 : 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を無水エタノール 5 mL に溶かす。この液 0.5 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 2 mL、*N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液 0.5 mL を加えてよく振り混ぜ、微温湯中、20 分間加温する。冷後、過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 0.5 mL を加えて、振り混ぜるとき、液は紫色～紫黒色を呈する。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (3 : 500000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 254 ~ 257 nm 及び 298 ~ 302 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3290 cm⁻¹、3260 cm⁻¹、1683 cm⁻¹、1377 cm⁻¹、1213 cm⁻¹ 及び 903 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 106 ~ 108 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を無水エタノール 20 mL に溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の溶媒ピークを除くアルミノプロフェン以外のピーク面積の合計は、標準溶液のアルミノプロフェンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 µm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/薄めた氷酢酸 (1 : 1000) 混液 (4 : 1)

流量：アルミノプロフェンの保持時間が 4 ~ 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.010 g ずつをメタノール 100 mL に溶かす。この液 1 µL につき、上記の条件で操作するとき、アルミノプロフェン及びパラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、その分離度 2.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 µL から得たアルミノプロフェンのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 25 % になるように調整する。

面積測定範囲：アルミノプロフェンの保持時間の 5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g、減圧、五酸化リン、1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.928 mg C₁₃H₁₇NO₂

貯法

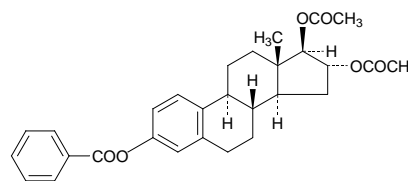
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

102202

安息香酸酢酸エストリオール

Estriol Benzoyleidacetate

C₂₉H₃₂O₆ : 476.56

本品を乾燥したものは定量するとき、安息香酸酢酸エストリオール (C₂₉H₃₂O₆) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、ジオキサン又はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、アセトニトリル、エタノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1730 cm⁻¹、1590 cm⁻¹、1570 cm⁻¹、1250 cm⁻¹、1220 cm⁻¹ 及び 1050 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(2) 定量法の試料溶液及び標準溶液につき、液体クロマトグラフ法によるクロマトグラムを比較するとき、両者の内部標準物質に対する安息香酸酢酸エストリオールの相対保持時間は等しい。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -6 ~ -11° (乾燥後, 0.2 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

融点 185 ~ 188 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ヘキサン/メタノール混液 (70 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 : 2) を均等に噴霧した後、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び安息香酸酢酸エストリオール標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれにアセトニトリルを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。それぞれの液 10 mL を正確に量り、内部標準溶液としてメチルテストステロンのアセトニトリル溶液 (3 : 40000) 10 mL を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の安息香酸酢酸エストリオール及び内部標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内部標準物質のピーク面積に対する安息香酸酢酸エストリオールのピーク面積比 A_T 及び A_S を求める。

安息香酸酢酸エストリオール ($C_{29}H_{32}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{安息香酸酢酸エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 100 ~ 150 mm のステンレス管に充てん剤としてオクタデシル化した平均粒子径 5 ~ 10 μ m のシリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: アセトニトリル/水混液 (17 : 3)

流量: 安息香酸酢酸エストリオールの保持時間が 9 分になるように調整する。

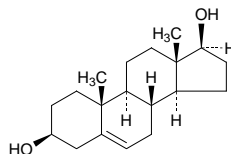
カラムの選定: 標準溶液につき、上記の条件で操作し、安息香酸酢酸エストリオールと内部標準物質の分離度 R_s を測定するとき、5.0 以上であることを確認したカラムを使用する。

貯法 容器 気密容器。

100544

アンドロステジオール

Androstenediol



$C_{19}H_{30}O_2$: 290.44

本品を乾燥したものは定量するとき、アンドロステジオール ($C_{19}H_{30}O_2$) 95.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はピリジンに溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、無水酢酸又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品は 4 mg を硫酸 4 mL に溶かすとき、液の色は暗赤色を呈する。これを試料溶液とする。試料溶液 2 mL に水 2 mL を加えるとき、液は暗紫色に変わる。また、試料溶液 2 mL に硫酸第二鉄アンモニウム試液 1 滴を加えるとき、液は暗褐色となり、水 2 mL を加えるとき、液は帯緑黒色に変わる。

(2) 本品及びアンドロステジオール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -50 ~ -56° (乾燥後, 0.1 g, エタノール, 10 mL, 100 mm)。

融点 180 ~ 185 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をエタノール 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10

ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/ピリジン混液 (12:7) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにエタノール/硫酸混液 (1:1) を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びアンドロステンジオール標準品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを、共栓試験管に正確に量り、加温しながら減圧で蒸発乾固し、残留物をピリジン/無水酢酸混液 (3:2) 0.5 mL に溶かし、栓をして水浴中で 30 分間加熱する。冷後、少量のエーテルを加え、加温しながら減圧でピリジン及び無水酢酸を留去する。更にピリジン及び酢酸臭がなくなるまでこの操作を繰り返した後、残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル, 水酸化ナトリウム) で 1 時間乾燥し、これに 2 % ヒドロキシルアミン試液 10 mL を正確に加えて溶かし、直ちに栓をして、室温で 5 分間ごとに激しく振り混ぜながら 30 分間放置する。次にそれぞれの液 5 mL を正確に共栓遠沈管にとり、希過塩素酸第二鉄試液 5 mL を正確に加え、栓をしてよく振り混ぜ、5 分間放置した後、遠心分離する。これらの上澄液につき、エタノール 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アンドロステンジオール ($C_{19}H_{30}O_2$) の量 (mg)

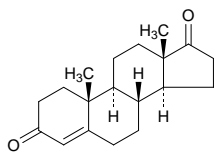
$$= \text{アンドロステンジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。

110710

アンドロステンジオン

4 Androstene 3,17 dione



$C_{19}H_{26}O_2$: 286.41

本品を乾燥したものは定量するとき、アンドロステンジオン ($C_{19}H_{26}O_2$) 96.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をエタノール 2 mL に溶かし、これに *m* ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 8) 0.5 mL を加えるとき、液は濃赤紫色を呈し、徐々に暗褐色に変わる。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2910 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} , 1655 cm^{-1} , 1610 cm^{-1} 及び 870 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +187 ~ +197 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, エタノール, 10 mL, 100 mm)。

融点 170 ~ 175 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにエタノール/硫酸混液 (1:1) を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 240 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

アンドロステンジオン ($C_{19}H_{26}O_2$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{573} \times 10000$$

貯法

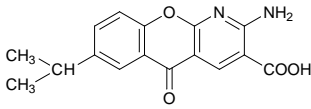
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109061

アンレキサノクス

Amlexanox

C₁₆H₁₄N₂O₄ : 298.29

本品を乾燥したものは定量するとき、アンレキサノクス (C₁₆H₁₄N₂O₄) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メタノール又は無水エタノールに極めて溶けにくく、水、アセトニトリル又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg をジメチルスルホキシド/無水エタノール混液 (1 : 1) 2 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン試液 0.1 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミドの無水エタノール溶液 (1 : 100) 0.5 mL を加え、5 分間放置した後、希塩化第二鉄試液 0.2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 250000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm, 284 ~ 289 nm 及び 341 ~ 352 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3320 cm⁻¹, 2960 cm⁻¹, 1669 cm⁻¹, 1608 cm⁻¹, 1582 cm⁻¹, 1271 cm⁻¹, 819 cm⁻¹ 及び 788 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (242 nm): 1190 ~ 1250 (乾燥後, 0.01 g, 無水エタノール, 2500 mL)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とし、遠心分離後、上澄液をろ過する。このろ液 25 mL に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は水酸化ナトリウム試液 5 mL, 希硝酸 7.5 mL, 0.01 mol/L 塩酸 0.3 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 総類縁物質 次の第 I 法及び第 II 法によって得られたそれぞれの全類縁物質を合計し、総類縁物質とする (0.5 % 以下)。

第 I 法

本品約 0.06 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 I 15 mL を正確に加え、試料溶液 I とする。別にアンレキサノクス標準品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とし、その 1 mL を正確に

量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 I 15 mL を正確に加え、標準溶液 I とする。

試料溶液 I 及び標準溶液 I 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液 I からは内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスより早く溶出する類縁物質〔I〕,〔II〕,〔III〕及びその他の成分のピーク合計面積 (ただし溶媒のピークは除く) の比 Q_T を求め、標準溶液 I からは内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比 Q_S を求める。

次式によって第 I 法による全類縁物質を算出する。

$$\text{第 I 法による全類縁物質 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

W_S : アンレキサノクス標準品の採取量 (g)

W_T : 試料の採取量 (g)

内標準溶液 I *m* ニトロアニリンの移動相溶液 (1 : 400000)

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は, 定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 I 10 μL から得たアンレキサノクスのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

第 II 法

本品約 0.06 g を精密に量り、移動相 II に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 II 15 mL を正確に加え、試料溶液 II とする。別にアンレキサノクス標準品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、移動相 II に溶かし、正確に 100 mL とし、その 1 mL を正確に量り、移動相 II を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 II 15 mL を正確に加え、標準溶液 II とする。

試料溶液 II 及び標準溶液 II 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液 II からは内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスよりも遅く溶出する類縁物質〔IV〕及びその他の成分のピーク合計面積の比 Q_T を求め、標準溶液 II からは内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比 Q_S を求める。

次式によって第 II 法による全類縁物質を算出する。

$$\text{第 II 法による全類縁物質 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

W_S : アンレキサノクス標準品の量 (g)

W_T : 試料の採取量 (g)

内標準溶液 II ベンゾフェノンの移動相 II 溶液 (3 : 1000000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩

緩衝液^{*}混液(3:2)[移動相Ⅱ]

流量:ベンゾフェノンの保持時間が約 6.5 分になるように調整する。

検出感度:標準溶液Ⅱ 10 μL から得たアンレキサノクスのピーク高さが 40 ~ 70 mm になるように調整する。
カラムの選定:アンレキサノクス標準品及びベンゾフェノン各 1 mg を、移動相Ⅱ 200 mL に溶かし、この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アンレキサノクス、ベンゾフェノンの順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

面積測定範囲:ベンゾフェノンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.3 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びアンレキサノクス標準品を乾燥し、その約 0.06 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 15 mL を正確に加えて試料溶液及び標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアンレキサノクスのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アンレキサノクス ($C_{16}H_{14}N_2O_4$) の量 (mg)

$$= \text{アンレキサノクス標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 *m* ニトロアニリンの移動相溶液(1 : 4000)

操作条件

検出器:紫外吸光度計(測定波長:254 nm)

カラム:内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度:25 °C 付近の一定温度

移動相:pH 8.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(19:6)

流量:アンレキサノクスの保持時間が約 10 分になるように調整する。

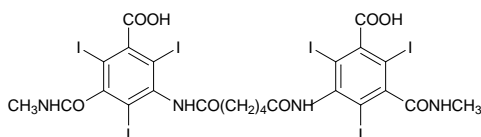
カラムの選定:標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アンレキサノクス、*m* ニトロアニリンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

103074

イオカルム酸

locarmic Acid



$C_{24}H_{20}I_2N_4O_8$: 1253.86

本品を乾燥したものは定量するとき、イオカルム酸

($C_{24}H_{20}I_2N_4O_8$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けにくく、エタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品はアンモニア試液又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.05 g を磁製するつぼに入れ、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(3) 本品の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液(1 : 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} , 1348 cm^{-1} , 1258 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} 及び 1039 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.5 g に水 15 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、薄めた亜硝酸ナトリウム試液(1 : 20) 5 mL を加え、直ちに 1 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて穏やかに振り混ぜる。正確に 2 分間放置した後、スルファミン酸アンモニウム試液 8 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜる。次に α -ナフトールのエタノール溶液(1 : 10) 3 滴を加えて 1 分間放置し、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3.5 mL を加え混和した後、直ちに水を加えて 50 mL とする。この液につき、水 15 mL を用いて同様の操作を行って得られた液を対照とし、20 分間以内に波長 485 nm における吸光度を測定するとき、その吸光度は 0.20 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 0.5 g に薄めたアンモニア試液(1 : 40) 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。沈殿を水 20 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液として、塩化物試験法により試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える。

(4) ヨウ素 本品 0.20 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 2.5 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

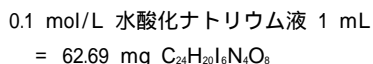
(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.67 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(3 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(2 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え、栓をして穏やかに振り動かして溶かした後、過量の水酸化ナトリウム液を 0.05 mol/L 硫酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行う。



貯法

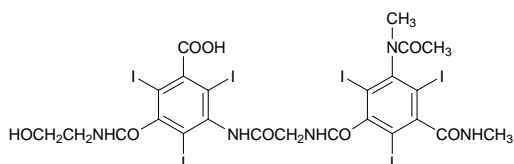
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108990

イオキサグル酸

ioxaglic Acid



$C_{24}H_{21}I_6N_5O_8$: 1268.88

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、イオキサグル酸 ($C_{24}H_{21}I_6N_5O_8$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、トルエンにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3260 cm^{-1} , 1650 cm^{-1} , 1540 cm^{-1} , 1393 cm^{-1} , 1260 cm^{-1} , 1202 cm^{-1} 及び 984 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 芳香族第一アミン 本品 0.50 g をとり、水 15 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、薄めた亜硝酸ナトリウム試液 (1 : 20) 5 mL を加え、直ちに 1 mol/L 塩酸試液 12 mL を加えて穏やかに振り混ぜる。正確に 2 分間放置した後、アミド硫酸アンモニウム試液 8 mL を加え、5 分間しばしば振り混ぜる。次に 1 ナフトールのエタノール (95) 溶液 (1 : 10) 3 滴を加えて 1 分間放置し、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 3.5 mL を加え、混和した後、直ちに水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により 20 分以内に試験を行うとき、波長 485 nm における吸光度は 0.20 以下である。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品 1.0 g を薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 : 10) 20 mL に溶かし、希硫酸 5 mL

を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過し、残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせる。ろ液にトルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ、更に水 20 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、トルエン層は無色である。次に過酸化水素 (30) 1 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、トルエン層は次の比較液より濃くない。

比較液：ヨウ化カリウム 0.10 g を水に溶かして 100 mL とする。この液 0.10 mL に水 20 mL を加え、希硫酸 5 mL、トルエン 5 mL、水 20 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加えて激しく振り混ぜる。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、移動相 25 mL を加え、希水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かした後、移動相を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にイオキサグル酸標準品 0.10 g をとり、移動相 25 mL を加え、希水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かした後、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液より得られたピークのうち、標準溶液に認められるピーク位置と同じピークをイオキサグル酸とし、イオキサグル酸のピークの合計面積 A_a 及びそれ以外のピークの合計面積 A_b を自動積分法により測定するとき、類縁物質の量は 2.0 % 以下である。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_b}{A_a + A_b} \times 100$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用フェニル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：15 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：0.34 % リン酸二水素カリウム溶液/アセトニトリル混液 (47 : 3)

流量：標準溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL から得たイオキサグル酸の異性体 A のピークの保持時間が約 8 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、イオキサグル酸の異性体 A のピークとイオキサグル酸の異性体 D のピークの分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL から得たイオキサグル酸の異性体 A のピーク高さがフルスケールの約 40 ~ 60 % になるように調整する。

面積測定範囲：標準溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μL から得たイオキサグル酸の異性体 A のピークの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 5.0 % 以下 (2 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、けん化フラスコに入

れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL に溶かし、亜鉛粉末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に酢酸 (100) 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法, 銀電極)。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 21.148 mg $C_{24}H_{21}I_6N_5O_8$

貯法

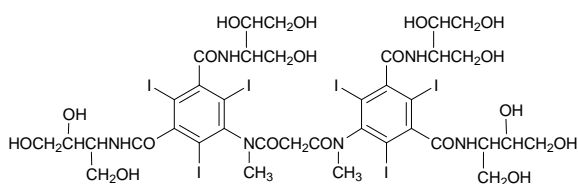
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108997

イオトロラン

Iotrolan



$C_{37}H_{48}I_6N_6O_{18}$: 1626.23

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イオトロラン ($C_{37}H_{48}I_6N_6O_{18}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は塊で、においはなく、味は甘い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。本品は吸湿性である。

本品の水溶液 (1 : 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品及びイオトロラン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) ヨウ素 本品 0.20 g を水 1 mL に溶かし、薄めた硫酸 (1 : 5) 4 mL 及びトルエン 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、トルエン層は無色である。

(3) 遊離ヨウ素イオン 本品約 5.0 g を精密に量り、水 70 mL に溶かし、0.05 mol/L 硫酸を加えて pH を 3 ~ 4 に調整し、0.001 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。脱水物に換算した本品に対する遊離ヨウ素イオンの量 (%) を求めるとき、0.002 % 以下である。

0.001 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 0.12690 mg I

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、強熱残分試験法を準用して強熱し、以下第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g を水/メタノール混液 (1 :

1) 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μ L、標準溶液 0.5 μ L 及び 1 μ L をそれぞれ薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジオキサン/水/25 % アンモニア水混液 (20 : 5 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射して観察した後、主スポットが黄色のスポットとして検出されるまで紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、これに塩化第二鉄・フェリシアン化カリウム・亜ヒ酸ナトリウム試液を均等に噴霧し、再び観察する。いずれの観察法によっても、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液 1 μ L から得たスポットより濃くなく、総量は 1 % 以下である。

水分 7.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.040 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、定量法の操作条件を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液から得たピークの保持時間約 10 分の G_1 グループ、約 14 ~ 19 分の G_2 グループ及び約 22 ~ 30 分の G_3 グループの各々のピーク面積を自動積分法により測定し、それらの合計面積に対するそれぞれのピーク面積比を求めるとき、 G_1 グループは 53.0 ~ 70.0 %、 G_2 グループは 3.0 ~ 11.0 % 及び G_3 グループは 25.0 ~ 39.0 % である。

定量法 本品及びイオトロラン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.04 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のイオトロランの全ピークの合計面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定する。

イオトロラン ($C_{37}H_{48}I_6N_6O_{18}$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したイオトロラン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール混液 (9 : 1)

流量: G_1 グループの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、 G_1 グループ、 G_2 グループ、 G_3 グループの順に溶出し、それぞれのピークが分離するものを用いる。

検出感度: 試料溶液 10 μ L から得た G_2 のピークの高さがフルスケールの 10 ~ 40 % になるように調整する。

面積測定範囲: G_1 の保持時間の約 4 倍の範囲

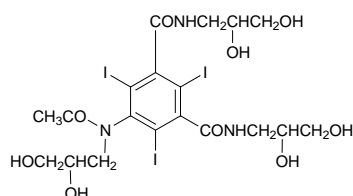
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、イオトロランの全ピークの合計面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

108996

イオヘキソール

lohexol



$C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$: 821.14

本品はイオヘキソールのエンド体及びエキソ体の混合物である。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イオヘキソール ($C_{19}H_{26}I_3N_3O_9$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をとり、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品を 105 °C で 6 時間乾燥したもの及びイオヘキソール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとイオヘキソール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品及びイオヘキソール標準品 0.1 g ずつをとり、それぞれにメタノールを加えて溶かし、10 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (50 : 25 : 11) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得た 2 個の主スポットのそれぞれの *R* 値は等しい。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.20 g を水 15 mL に溶かし、5 分間氷冷した後、6 mol/L 塩酸試液 1.5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL を加えて振り混ぜ、4 分間氷冷する。この液にスルファミン酸溶液 (1 : 25) 1 mL を加えて振り混ぜ、1 分間氷冷した後、イオヘキソール用 *N* 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩試液 0.5 mL を加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。この液につき、水 15 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、

紫外可視吸光度測定法により 20 分間以内に試験を行うとき、波長 495 nm における吸光度は 0.21 以下である。

(3) 塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.007 % 以下)。

(4) ヨウ素及びヨウ化物 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 1.0 g を水 4 mL に溶かし、希硫酸 1 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置する。更にクロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。次に亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL を加えて振り混ぜ、放置した後、クロロホルム層を分取し、水 4 mL を用いて同様に操作して得たクロロホルム層を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 510 nm における吸光度は、次の比較液より得たクロロホルム層の吸光度より大きくない。

比較液：ヨウ化カリウム標準液 3 mL を正確に量り、水 1 mL 及び希硫酸 1 mL を加え、以下同様に操作する。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) 類縁物質

(i) 本品 1.0 g をメタノールに溶かして 10 mL とし、試料溶液とする。別にイオヘキソール類縁物質 A 標準品 2 mg を正確に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/イソプロパノール/強アンモニア水/メタノール混液 (10 : 7 : 4 : 4) を展開溶媒として約 14 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち標準溶液から得たスポットと等しい *R* 値を示すスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(ii) 本品 0.15 g を水に溶かして 100 mL とし、試料溶液とする。この液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりイオヘキソールのエキソ体の保持時間の 1.2 ~ 1.5 倍のピークの合計面積を求めるとき全ピーク面積に対し 0.8 % 以下である。ただし、イオヘキソールの 2 つの主ピークのうち、保持時間の大きいピークがエキソ体である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (99 : 1) から開始し、直線濃度勾配法によりアセトニトリルを毎分 0.2 % の割合で増加させる。

流量：イオヘキソールのエキソ体の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき上記の条件で操作す

るとき、イオヘキソールのエンド体及びエキソ体の分離度が 1.5 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L から得たイオヘキソールのエキソ体のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

面積測定範囲：イオヘキソールのエキソ体の保持時間の約 2 倍の範囲

(7) 3 クロロ 1, 2 プロパンジオール 本品 1.0 g を正確に量り、エーテル 2 mL を正確に加え、冷却しながら 10 分間超音波を用いて混ぜ合わせる。この液を遠心分離し、エーテル層を試料溶液とする。別に 3 クロロ 1, 2 プロパンジオール 0.50 g を正確に量り、エーテルを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エーテルを加えて 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、エーテルを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の 3 クロロ 1, 2 プロパンジオールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S の 2.5 倍より大きくない。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 0.25 mm、長さ約 30 m の熔融シリカカラムの内壁にガスクロマトグラフ用ジフェニルジメチルポリシロキサンを厚さ約 0.25 μ m に保持させたもの。

カラム温度：70 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：230 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：3 クロロ 1, 2 プロパンジオールの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：3 クロロ 1, 2 プロパンジオールのエーテル溶液 (1 : 200) 1 mL 及び n ヘキサノールのエーテル溶液 (1 : 800) 1 mL にエーテルを加えて 200 mL とする。この液 5 μ L につき上記の条件で操作するとき、 n ヘキサノール、3 クロロ 1, 2 プロパンジオールの順に溶出し、その分離度が 20 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 μ L から得た 3 クロロ 1, 2 プロパンジオールのピーク高さが約 2 cm になるように調整する。

水分 4.0 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、フラスコに入れ水酸化ナトリウム溶液 (1 : 20) 25 mL に溶かし、亜鉛末 0.5 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 200 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に水酢酸 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬：テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色が緑色になるときとする。

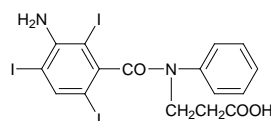
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 27.371 mg $C_{16}H_{13}I_3N_2O_3$

貯法 容器 気密容器。

103073

イオベンザム酸

lobenzamic Acid



$C_{16}H_{13}I_3N_2O_3$: 662.00

本品を乾燥したものは定量するとき、イオベンザム酸 ($C_{16}H_{13}I_3N_2O_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はアセトンに極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は塩酸又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に亜硝酸ナトリウム・塩酸試液 3 mL を加え、 N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩のエタノール溶液 (1 : 200) 2 mL をかき混ぜながら加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品 0.01 g を試験管にとり、直火で徐々に加熱するとき、器壁に紫色の結晶を生じる。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 10000) の吸収スペクトルを測定するとき、波長 319 ~ 323 nm に吸収の極大を示し、288 ~ 292 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3445 cm^{-1} , 3355 cm^{-1} , 1710 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1590 cm^{-1} , 1490 cm^{-1} , 765 cm^{-1} , 695 cm^{-1} 及び 560 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に希水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 可溶性ハロゲン化物 本品 1.5 g に薄めたアンモニア試液 (1 : 20) 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に薄めたアンモニア試液 (1 : 20) 20 mL 及び希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(3) ヨウ素 本品 0.10 g に希水酸化ナトリウム試液 3.0 mL を加えて溶かし、0.5 mol/L 硫酸試液 3.0 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

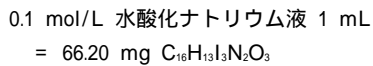
(5) ヒ素 本品 0.2 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以

下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加えて溶かし, 過量の水酸化ナトリウム液を 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。



貯法

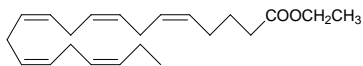
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109485

イコサベント酸エチル

Ethyl Icosapentaenoate



$\text{C}_{22}\text{H}_{34}\text{O}_2$: 330.50

本品は定量するとき, イコサベント酸エチル ($\text{C}_{22}\text{H}_{34}\text{O}_2$) 96.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の澄明な液体で, わずかに特異なにおい及び味がある。

本品はエタノール (99.5), 酢酸 (100), クロロホルム又はヘキサンと混和し, 水又はエチレングリコールにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 20) 2 mL に炭酸ナトリウム試液 2 滴及び過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき, 試液の赤色は直ちに消える。

(2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 100) 1 mL に飽和塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール (99.5) 溶液 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え, 70 ~ 80 °C の水浴中で 5 分間加熱する。冷後, 1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき, 液は赤紫色を呈する。

(3) 本品の水酸化カリウム・エチレングリコール試液溶液 (1 → 150) 3 mL に窒素を送入した後, 密栓し, 180 °C で 15 分間加熱する。冷後, メタノールを加えて 100 mL とし, 更にメタノールで 10 倍に希釈して試料溶液とする。別に水酸化カリウム・エチレングリコール試液をとり, 試料溶液と同様の操作を行い, 対照溶液とする。この液を対照として, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 298 ~ 302 nm, 311 ~ 315 nm, 325 ~ 329 nm 及び 343 ~ 347 nm に吸収の極大を示す。

屈折率 n_D^{20} : 1.481 ~ 1.491

比重 d_4^{20} : 0.905 ~ 0.915

けん化価 165 ~ 175

酸価 0.5 以下

ヨウ素価 365 ~ 395 ただし, 本品 0.02 g をとり, 試験を行う。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g にエタノール (99.5) を加えて溶かし, 希酢酸 2 mL 及びエタノール (99.5) を加えて 50 mL とする。これを検液として試験を行う。比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール (99.5) を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 過酸化物質 本品約 1 g を精密に量り, 酢酸 (100) / クロロホルム混液 (3 : 2) 25 mL を加えて溶かす。更に用時調製した飽和ヨウ化カリウム溶液 1 mL を加え, ゆっくり振り混ぜた後, 暗所に 10 分間放置する。次に水 30 mL を加え, 激しく振り混ぜた後, 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

$$\text{過酸化物質価 (meq/kg)} = \frac{A - B}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

A: 試料を用いたときの 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

B: 空試験における 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

過酸化物質価は 2 meq/kg 以下である。

(4) 類縁物質 本品約 0.4 g にヘキサンを加えて 50 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 1.5 μL につき次の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い, イコサベント酸エチルの保持時間の 2.5 倍までに現れる各成分のピーク面積を求めるとき, 全体の面積に対する保持時間約 16 分の $\text{C}_{18:4}$ エチルのピーク面積は 1.0 % 以下, 保持時間約 28 分の $\text{C}_{20:4}$ 3 エチルのピーク面積は 1.0 % 以下及び保持時間約 24 分の $\text{C}_{20:4}$ 6 エチルのピーク面積は 1.0 % 以下である。なお, 上記に規定していない各成分のピーク面積も 1.0 % 以下である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管にコハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 175 ~ 246 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 25 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 190 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: イコサベント酸エチルの保持時間が約 30 分となるように調整する。

カラムの選定: 定量法における標準溶液 3 μL につき, 上記の操作条件で操作するとき, 内標準物質, イコサベント酸エチルの順に流出し, その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度: 試料溶液 1.5 μL から得たイコサベント酸エチルのピーク高さがフルスケールの 80 % 以上になるように調整する。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

トコフェロール含量 本品につき, 以下の方法により試験するとき, トコフェロール ($\text{C}_{29}\text{H}_{50}\text{O}_2$) 0.17 ~ 0.23 % を含む。

本品約 0.4 g を精密に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、ヘキサンを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品約 0.02 g を精密に量り、ヘキサンを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、ヘキサンを加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積（又は高さ）に対するトコフェロールのピーク面積（又は高さ）の比 Q_T 及び Q_S を求める。

トコフェロール ($C_{29}H_{50}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{25}$$

内標準溶液 6 ヒドロキシ 2,2,5,7,8 ペンタメチルクロマンのヘキサン溶液 (1 5000)

操作条件

検出器：蛍光光度計（励起波長：298 nm，蛍光波長：325 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/イソプロピルエーテル混液（4：1）

流量：トコフェロールの保持時間が約 8 分になるように調整する（毎分約 1 mL）。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トコフェロール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えて試料溶液とする。別にイコサペント酸エチル標準品約 0.2 g を精密に量り、ヘキサンを加えて正確に 25 mL とし、同様に操作して標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき次の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイコサペント酸エチルのピーク面積の比、 Q_T 及び Q_S を求める。

イコサペント酸エチル ($C_{22}H_{34}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{イコサペント酸エチル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 ドコサン酸メチルのヘキサン溶液 (1 125)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にコハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 175 ~ 246 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 25 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：190 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：イコサペント酸エチルの保持時間が約 30 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 3 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、イコサペント酸エチルの順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

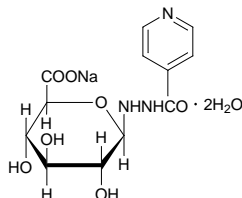
貯法

保存条件 全満するか、又は空気を窒素で置換して保存する。
容器 気密容器。

001057

イソニアジドグルクロン酸ナトリウム

Sodium Isoniazidoglucuronate



$C_{12}H_{14}N_3NaO_7 \cdot 2H_2O$: 371.28

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、イソニアジドグルクロン酸ナトリウム ($C_{12}H_{14}N_3NaO_7$: 335.25) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はないか、又はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、エチレングリコールにやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、エタノール、エーテル又はキシレンにほとんど溶けない。

本品は薄めたアンモニア試液 (1 20) に溶ける。

本品の水溶液 (1 10) の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

旋光度 [α_D^{20}] : -15.0 ~ -18.0 $^{\circ}$ 本品約 2 g を精密に量り、薄めたアンモニア試液 (1 20) に溶かし、正確に 20 mL とし、20 $^{\circ}$ C で 2 時間放置した後、層長 100 mm で測定する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 100) 1 mL に、1,3 ジオキシナフタリン 2 カルボン酸バリウム 0.01 g 及び塩酸 2.5 mL を加えて 1 分間煮沸し、冷後、エーテル/キシレン混液 (1:1) 2 mL を加えて振り混ぜるとき、上層は濃紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 200) 2 mL に、硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えるとき、液は混濁して黒色を呈し、泡を発生しながら試験管壁に銀鏡を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 10) 2 mL にバニリン 0.1 g 及び氷酢酸 1 mL を加え、わずかに加温して溶かし、3 時間放置する。生じた黄色の結晶をろ取し、水で洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 225 ~ 231 $^{\circ}$ C である。

(4) 本品の水溶液 (1 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) イソニアジド 本品 0.5 g に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 2 mL 及び水 3 mL を加えて溶かし、サリチルアルデヒドのエタノール溶液(1 : 20) 0.1 mL を加えるとき、2 時間以内に結晶を生じない。

水分 9.0 ~ 11.0 % (0.5 g). ただし、カールフィシャー用メタノールの代わりにエチレングリコール/メタノール混液(3 : 2) 25 mL を用いる。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 50 mL を加えて溶かし、正確に 0.05 mol/L 臭素液 50 mL を加える。更に薄めた塩酸(2 : 3) 30 mL を速やかに加え、直ちに密栓して時々振り混ぜ、15 分間放置した後、ヨウ化カリウム試液 10 mL を注意して加え、穏やかに振り混ぜ、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 8.381 mg C₃H₂ClF₅O

貯法

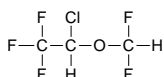
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109486

イソフルラン

Isoflurane



C₃H₂ClF₅O : 184.49

本品は定量するとき、イソフルラン(C₃H₂ClF₅O) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色透明の流動性の液である。

本品はエタノール(95)と混和する。

本品はジクロロメタン又は *o* キシレンに極めて溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は揮発性で引火性はない。

本品は旋光性を示さない。

屈折率 n_D^{20} : 約 1.30

沸点 47 ~ 50 °C

確認試験

(1) 本品 0.05 mL をとり、水 40 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトルの液膜法により試験を行い、イソフルラン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

比重 d_4^{20} : 1.500 ~ 1.520

純度試験

(1) 液性 本品 10 mL に新たに煮沸して冷却した水 5 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、分取した水層は中性である。

(2) 可溶性塩化物 本品 60 g をとり、水 40 mL を加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。その 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを

検液とし、塩化物試験法により試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(3 ppm 以下)。

(3) 可溶性フッ化物 本品 6 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 : 20) 12 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 : 20) 層 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1 : 1 : 1) 30 mL を加え、水を加えて 50 mL とした後 60 分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準溶液 0.4 mL 及び薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 : 20) 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1 : 1 : 1) 30 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 : 20) 4.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(2 ppm 以下)。

フッ素標準溶液: フッ化ナトリウム 2.21 g を正確に量り、水を加えて溶かして正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はフッ素(F) 0.01 mg を含む。

(4) 過酸化物質 本品 10 mL をとり、ヨウ化カリウム溶液(1 : 10) 1 mL を加えて激しく振り混ぜ、暗所に 60 分間放置した後、観察するとき、水層は黄色を呈しない。

(5) 類縁物質 本品を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、*o* キシレンを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、*o* キシレンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイソフルラン以外のピークの合計面積は、標準溶液のイソフルランのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 5 µL から得たイソフルランのピーク高さが 4 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 試料溶液注入後から主ピークの保持時間の約 5 倍の範囲

(6) 蒸発残留物 本品 65 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。

水分 0.1 % 以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びイソフルラン標準品 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準物質としてジクロロメタン 5 mL を正確に加え、*o* キシレンを加えて正確に 50 mL とする。これらの液 5 mL ずつをとり、*o* キシレンを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイソフルランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{イソフルラン (C}_3\text{H}_7\text{ClF}_5\text{O) の量 (\%)} = \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 3.5 m のステンレス管に 125 ~ 149 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土にガスクロマトグラフ用ニルフェノキシポリ（エチレンオキシ）エタノールを 10 %，ガスクロマトグラフ用ポリアルキレングリコールを 15 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：80 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：イソフルランの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき，上記の条件で操作するとき，イソフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

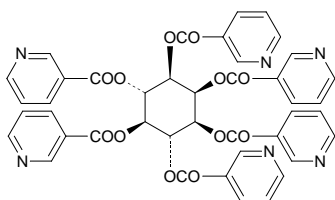
保存条件 遮光して室温で保存する。

容器 気密容器。

003203

イノシトールヘキサニコチネート

Inositol Hexanicotinate

 $\text{C}_{42}\text{H}_{30}\text{N}_6\text{O}_{12}$: 810.72

本品を乾燥したものは定量するとき，イノシトールヘキサニコチネート ($\text{C}_{42}\text{H}_{30}\text{N}_6\text{O}_{12}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，におい及び味はない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸又はアセトンに極めて溶けにくく，水，エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

融点：約 260 $^{\circ}\text{C}$

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加え，水浴上で 3 ~ 5 分間加温する。冷後，0.5 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき，液は紫赤色を呈する。
- (2) 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え，水浴上で蒸発乾固し，次に 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加えて再び水浴上で蒸発乾固する。冷後，残留物に 2,4 ジニトロクロロベンゼン 0.01 g を加えてかき混ぜ，小火炎で 10 秒間穏やかに加熱する。冷後，水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する。
- (3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につ

き，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 260 ~ 263 nm に吸収の極大を，波長 236 ~ 239 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え，5 分間煮沸する。冷後，水を加えて 50 mL とし，ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。ろ液 20 mL をとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ニコチン酸 本品 1.0 g にクロロホルム 20 mL を加えて溶かし，水 50 mL を加えて振り混ぜた後，水層を分取する。これにフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき，液は赤色を呈する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.2 g を精密に量り，非水滴定用氷酢酸 10 mL を加えて溶かし，無水酢酸 130 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

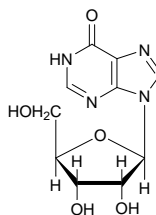
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.512 mg $\text{C}_{42}\text{H}_{30}\text{N}_6\text{O}_{12}$

貯法 容器 気密容器。

003204

イノシン

Inosine

 $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_5$: 268.23

本品を乾燥したものは定量するとき，イノシン ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_5$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い。

本品は水にやや溶けにくく，エタノールにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.8 ~ 5.8 である。

融点：約 218 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (3 : 10000) 3 mL にオルシンのエタノール溶液 (1 : 10) 0.2 mL を加え，次に硫酸第二鉄アンモニウムの塩酸溶液 (1 : 1000) 3 mL を加え，10 分間水浴中で加熱するとき，緑色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法

により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極大を、波長 220 ~ 224 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品約 0.03 g をとり、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、その液 1 mL を正確にとり、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液につき、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 250 nm、260 nm、280 nm、及び 290 nm の各波長における吸光度 A_{250} 、 A_{260} 、 A_{280} 及び A_{290} を測定し、 A_{250}/A_{260} 、 A_{280}/A_{260} 及び A_{290}/A_{260} を算出するとき、それぞれの値は 1.63 ~ 1.83、0.18 ~ 0.30 及び 0.06 以下である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて、溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g に水を加えて溶かし 50 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用セルロース (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にリン酸一水素ナトリウム溶液 (1 : 20) / イソアミルアルコール混液 (1 : 1) の下層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板をとり出し、80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確にとり、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 250 mL とする。この液につき、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 248.5 nm における吸光度 A を測定する。

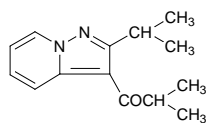
$$\text{イノシン (C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_5\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{455} \times 250000$$

貯法 容器 気密容器。

109487

イブジラスト

Ibudilast



C₁₄H₁₈N₂O : 230.31

本品を乾燥したものは定量するとき、イブジラスト (C₁₄H₁₈N₂O) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は酢酸エチルに極めて溶けやすく、エタノール (95)、無水酢酸又はジエチルエーテルに溶けやすく、ヘキサンにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をメタノール 1 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 10 μ L をろ紙上にスポットし、ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。

(2) 本品 0.1 g をメタノール 5 mL に溶かし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 5 mL を加え、80 $^{\circ}$ C の水浴上で 10 分間加熱した後、氷水中で 2 ~ 3 分間冷却し、ろ過する。ろ液を室温で放置するとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 250000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm、261 ~ 265 nm 及び 316 ~ 322 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm⁻¹、1643 cm⁻¹、1504 cm⁻¹、1362 cm⁻¹ 及び 1190 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 54 ~ 58 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.5 g に水 15 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え、激しく振り混ぜ、静置する。水層をネスラー管に移し、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水 15 mL 及びジエチルエーテル 20 mL を加え、検液と同様に操作して 50 mL とする (0.006 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g をメタノール 30 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL にメタノール 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のイブジラスト以外の各々のピーク面積は、標準溶液のイブジラストのピーク面積より大きくなく (それぞれ 0.10 % 以下)、試料溶液のイブジラスト以外のピークの合計面積は、標準溶液のイブジラストのピーク面積の 3 倍より大きくない (0.30 % 以下)。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 292 nm)

カラム: 内径約 2.6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管

に 5 μm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/酢酸エチル混液 (50 : 1)

流量：イブジラストの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：3 *n* ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ [1.5 a] ピリジン 5 mg を移動相に溶かし、試料溶液 5 mL 及び移動相を加えて 50 mL とする。この液 2 mL をとり、移動相を加えて 20 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、イブジラスト、3 *n* ブチリル 2 イソプロピルピラゾロ [1.5 a] ピリジンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たイブジラストのピーク高さが約 5 mm になるように調整する。

面積測定範囲：イブジラストの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 減圧, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.031 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$

貯法 容器 気密容器。

102180

イブシロン アミノカプロン酸

Aminocaproic Acid

$\text{H}_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$

$\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$: 131.17

本品を乾燥したものは定量するとき、イブシロン アミノカプロン酸 ($\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水又は氷酢酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノールにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 7.0 ~ 8.0 である。

融点：約 200 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 250) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1564 cm^{-1} 、1541 cm^{-1} 、1391 cm^{-1} 及び 1269 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。
- (3) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以

下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液につき 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (2 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.13 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

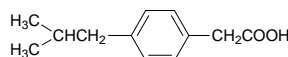
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.117 mg $\text{C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$

貯法 容器 気密容器。

003205

イブフェナック

Ibufenac



$\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_2$: 192.25

本品を乾燥したものは定量するとき、イブフェナック ($\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{O}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、刺激性のにおい及び味がある。

本品はメタノール、エタノール、アセトン、エーテル、クロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g ~ 0.02 g をるつぼにとり、これに塩化チオニル数滴を加える。この混合物をほとんど蒸発乾固し、塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール飽和溶液数滴を加え、更に液がアルカリ性を呈するまで水酸化ナトリウムのエタノール溶液 (1.5 : 100) を加える。更に加熱し、冷後、希塩酸を加えて酸性とし、塩化第二鉄溶液 (1 : 100) を加えるとき、液は赤褐色 ~ 暗紫色を呈する。

(2) 本品の四塩化炭素溶液(1 2000)につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 263 ~ 267 nm に吸収の極大を示す。

融点 83 ~ 87 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に炭酸ナトリウム試液 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.8 g に水 75 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 75 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.015 % 以下)。

(3) 硫酸塩(2)のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.040 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.5 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/20 % アンモニア水混液(12:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。

(7) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 M より濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下(1 g, 減圧 0.67 kPa 以下, シリカゲル, 5 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、エタノール約 25 mL を加えて溶かし、次いで、水約 25 mL を徐々に加えて、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

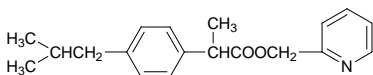
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 19.225 mg C₁₉H₁₆O₂

貯法 容器 気密容器。

108520

イブプロフェンピコノール

Ibuprofen Piconol



C₁₉H₂₃NO₂: 297.39

本品は定量するとき、イブプロフェンピコノール

(C₁₉H₂₃NO₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色~微黄色澄明の液で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール、アセトン、氷酢酸又はエーテルと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に 2,4-ジニトロクロロベンゼン 0.02 g を混ぜ、水浴上で穏やかに加熱して融解する。冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.05 g をとり、塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液 3 滴を加える。更に液がアルカリ性を呈するまで水酸化カリウムのエタノール溶液(3 200)を加え、水浴中で 1 分間加熱する。冷後、1 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、薄めた塩化第二鉄試液溶液(1 10)1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1 25000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 258 ~ 262 nm に吸収の極大を示し、239 ~ 243 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3050 cm⁻¹, 2950 cm⁻¹, 1737 cm⁻¹, 1593 cm⁻¹, 1382 cm⁻¹ 及び 851 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

屈折率 n_D²⁰: 1.529 ~ 1.532

比重 d₄²⁰: 1.046 ~ 1.050

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にアセトン 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 20 mL, 希硝酸 6 mL, 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にアセトン 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 20 mL, 希塩酸 1 mL, 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 4.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(5 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液(9:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射す

るとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板にリンモリブデン酸のエタノール溶液(1/10)を均等に噴霧し、110℃で10分間加熱するとき、試料溶液から得た暗褐色の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得た暗褐色のスポットより濃くない。

(6) トルエン 本品 4.0 g にジメチルホルムアミドを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にトルエン 0.10 g にジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4.0 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のトルエンのピーク高さは、標準溶液のそれより大きくない。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m のガラス管に、150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用メチルフェニルシリコンポリマーを 3 % の割合でガスクロマトグラフ用ケイソウ土に被覆したものを充てんする。

カラム温度：70℃付近の一定温度

試料注入口温度：255℃付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：トルエンの保持時間が約 1.5 分になるように調整する。

水分 0.10 % 以下(2 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.739 mg C₁₉H₂₃NO₂

貯法

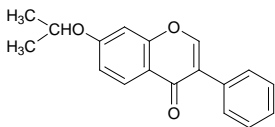
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109423

イプリフラボン

Ipriflavone



C₁₈H₁₆O₃ : 280.32

本品を乾燥したものは定量するとき、イプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.04 g をエタノール(99.5) 10 mL に溶かした

後、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、水浴中で 1 分間加熱する。冷後、この液 1 mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、1 mol/L 塩酸試液を液が微赤色となるまで滴加した後、エタノール(99.5) 5 mL 及び塩化鉄(Ⅲ)試液 1 ~ 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色～暗褐色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(1/200000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 248 ~ 250 nm 及び 298 ~ 300 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1/10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内標準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(¹H)により測定するとき、1.4 ppm 及び 8.2 ppm 付近に二重線のシグナル A 及び B を、4.7 ppm 付近に七重線のシグナル C を、7.3 ppm ~ 7.7 ppm に多重線のシグナル D を、また、7.9 ppm 付近に単一線のシグナル E を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E は、ほぼ 6 : 1 : 1 : 5 : 1 である。

融点 116 ~ 119℃

純度試験

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

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、塩酸 3 mL の代わりに希塩酸 10 mL を用いる。比較液の調製にはヒ素標準液 1.0 mL を加える(1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 定量法で得られた試料溶液 20 μL につき、定量法を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するイプリフラボン並びに内標準物質以外のピーク合計面積の比 Q_A を、また、標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するイプリフラボンのピーク面積の比 Q_S を求めるとき、類縁物質の量は 1.0 % 以下である。ただし、面積測定範囲は溶媒ピークの後から 13 分間とする。

類縁物質の量 (mg)

$$= \text{イプリフラボン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_A}{Q_S}$$

乾燥減量 0.50 % 以下(1 g、105℃、2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びイプリフラボン標準品を乾燥し、その約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリルに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するイプリフラボンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イプリフラボン(C₁₈H₁₆O₃)の量 (mg)

$$= \text{イプリフラボン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フタル酸ジ n ブチル[®]のアセトニトリル溶液

(1 100)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

プレカラム：内径約 4 mm，長さ約 10 mm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（3：2）

流量：イプリフラボンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：イプリフラボン標準品及び 7 エトキシ 3 フェニル 4 H 1 ベンゾピラン 4 オン約 3 mg ずつを量り，アセトニトリル 50 mL を加えて溶かし，この液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，7 エトキシ 3 フェニル 4 H 1 ベンゾピラン 4 オン，イプリフラボンの順に溶出し，その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

貯法

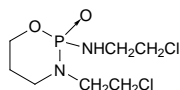
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108784

イホスファミド

Ifosfamide

C₇H₁₅Cl₂N₂O₂P：261.09

本品を乾燥したものは定量するとき，イホスファミド（C₇H₁₅Cl₂N₂O₂P）98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末又は塊である。

本品はメタノール又はエタノールに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，エーテルにやや溶けにくい。

本品は吸湿性である。

融点：47 ~ 51 °C

確認試験 本品及びイホスファミド標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，本品のスペクトルとイホスファミド標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.80 g をとり，20 °C 以下で試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.018 % 以下）。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり，水 10 mL を加え，必要ならば加温して溶かし，これを検液とし，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(5) 2 クロロエチルアミン 本品 0.40 g を水 10 mL に溶かし，試料溶液とする。別に，薄層クロマトグラフ用塩酸 2 クロロエチルアミン 0.015 g を水 100 mL に溶かし，標準溶液とする。これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/キシレン/クロロホルム/強アンモニア水混液（40：40：20：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これにニンヒドリン・酢酸試液を均等に噴霧した後，150 °C で 5 分間加熱するとき，試料溶液から得た 2 クロロエチルアミンのスポットは，標準溶液から得た 2 クロロエチルアミンのスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，4 時間）。

定量法 本品及びイホスファミド標準品を乾燥し，その約 0.025 g ずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え，次に移動相 40 mL ずつを加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するイホスファミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

イホスファミド（C₇H₁₅Cl₂N₂O₂P）の量（mg）

$$= \text{イホスファミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（1 80000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：208 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（27：23）

流量：イホスファミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

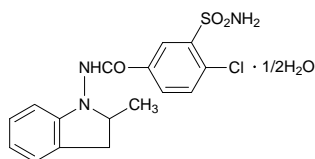
カラムの選定：標準溶液 40 μL につき，上記の条件で操作するとき，イホスファミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

109279

インダパミド

Indapamide

C₁₆H₁₆ClN₃O₃S · 1/2H₂O : 374.84

本品を乾燥したものは定量するとき、インダパミド (C₁₆H₁₆ClN₃O₃S · 1/2 H₂O : 365.83) 98.5 ~ 101.5 % を含む。
 性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味ははじめなく、後に苦い。

本品は無水エタノールに溶けやすく、エタノール又は酢酸エチルにやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の無水エタノール溶液 (1 : 10) は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品 0.015 g を酢酸エチル 5 mL に溶かし、酢酸エチルで薄めた硝酸アセチル・酢酸 (100) 試液 (1 : 200) 5 mL を加え、25 ℃ で 30 分間放置するとき、液の色は黄色である。直ちにこの液 1 mL をとり、酢酸エチルを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により、吸収スペクトルを測定するとき、波長 362 ~ 366 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3310 cm⁻¹, 3200 cm⁻¹, 1657 cm⁻¹, 1598 cm⁻¹, 1536 cm⁻¹, 1341 cm⁻¹, 1176 cm⁻¹ 及び 751 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 167 ~ 171 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.1 g を無水エタノール 10 mL に溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.5 g に水 50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、氷水中で 30 分間放置し、ろ過する。ろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.01 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、無水エタノールに溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/シクロヘキサン/氷酢

酸混液 (100 : 80 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 ~ 2.5 % (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 110 ℃, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びインダパミド標準品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 287 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

インダパミド (C₁₆H₁₆ClN₃O₃S · 1/2 H₂O) の量 (mg)

$$= \text{インダパミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

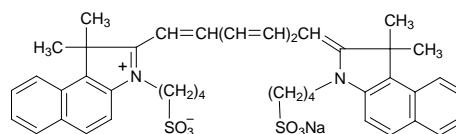
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

103055

インドシアニングリーン

Indocyanine Green

C₄₃H₄₇N₂NaO₆S₂ : 774.96

本品を乾燥したものは定量するとき、インドシアニングリーン (C₄₃H₄₇N₂NaO₆S₂) 94.0 ~ 105.0 % を含む。

性状 本品は暗緑青色の粉末で、においはない。

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく、アセトンにほとんど溶けない。

融点: 約 230 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 滴を加え、60 ℃ に加温した後、過酸化水素試液 10 滴を加え、よく振り混ぜるとき、液は暗赤褐色を呈し、徐々に赤褐色に変化し、更に放置するとき徐々に黄赤色に退色する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 500000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 214 ~ 219 nm, 260 ~ 265 nm, 392 ~ 400 nm 及び 774 ~ 790 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 200) につき、炎色反応試験 (1) を行うとき、黄色を呈する。

(4) 本品 0.05 g をとり、希水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 5 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。検液 5 mL をとり、希硝酸を加え酸性とした後、塩化バリウム試液を加えるとき、

白色の沈殿を生じる。

pH 本品の水溶液 (1 : 200) の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g を磁製るつぼにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙の生じるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 7 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 0.4 mL を加え、必要ならば過し、水 2 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、全量を 10 mL とし、検液とする。

比較液は硝酸 2 mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 0.5 mL 及び水を加えて 10 mL とする。検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、試験を行うとき、検液の呈する色は比較液の呈する色より濃くない (10 ppm 以下)。

なお、試験は試験液の層長が 8 ~ 10 cm になるような共栓目盛付試験管を用い、上方より観察する。

(2) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(3) 他の色素 本品 0.025 g をとり、メタノール 1 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 µL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/n ブタノール/氷酢酸混液 (5 : 4 : 1) の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、緑色の単一スポットを認める。

(4) ヨウ化ナトリウム 本品約 0.2 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かし、硝酸 1 mL を加え、0.01 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差法)。

ヨウ化ナトリウムの含量は、本品の換算した乾燥物に対し、5.0 % 以下である。

0.01 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 1.4989 mg NaI

乾燥減量 3.0 % 以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 70 °C, 5 時間)。

定量法 本品及びインドシアニングリーン標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれメタノールを加えて正確に 100 mL とする。それぞれの液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。更にそれぞれの液 2 mL ずつを正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、それぞれ試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、メタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 785 nm 付近の吸収極大における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

インドシアニンググリーン ($C_{43}H_{47}N_2NaO_6S_2$) の量 (mg)

$$= \text{インドシアニンググリーン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

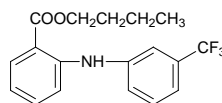
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 気密容器。

110733

ウフェナマート

Ufenamate



$C_{18}H_{18}F_3NO_2$: 337.34

本品は定量するとき、ウフェナマート ($C_{18}H_{18}F_3NO_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色の澄明な液で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はメタノール、アセトン、クロロホルム又はエーテルと混和する。

本品はエタノールに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール溶液 (1 : 50) 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 4) 0.4 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、2 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 220 ~ 224 nm, 285 ~ 289 nm 及び 345 ~ 350 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3310 cm^{-1} , 1685 cm^{-1} , 1582 cm^{-1} 及び 1164 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応を呈する。凝固点 16 ~ 20 °C (ただし、固体試料の小片を投入して凝固を促進させる)。

屈折率 n_D^{20} : 1.550 ~ 1.556

比重 d_4^{20} : 1.205 ~ 1.211

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g をメタノール 8 mL に溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に中和エタノール 10 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。これに 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液にはアセトン 40 mL, 希塩酸 1 mL, 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.043 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロ

口ホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル/氷酢酸混液（10：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g、白金るつば）。

定量法 本品約 4 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え、二酸化炭素吸収管（ソーダ石灰）を付けた還流冷却器を用いて時々混ぜながら水浴上で 30 分間加熱する。冷後、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 0.2 mL）。同様の方法で空試験を行う。



貯法

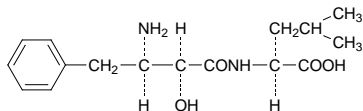
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109431

ウベニメクス

Ubenimex



$\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$: 308.37

本品を乾燥したものは定量するとき、ウベニメクス（ $\text{C}_{16}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$ ）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は 1 mol/L 塩酸試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 230 $^{\circ}\text{C}$ （分解）。

確認試験

（1）本品 0.05 g を炭酸ナトリウム試液 0.5 mL に溶かし、アセチルアセトン・炭酸ナトリウム試液 1 mL を加え、還流冷却器を付けて 1 時間加熱する。冷後、エタノール 10 mL 及び 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液*1 mL を加え、1 時間放置するとき、液は赤だいたい色を呈する。

（2）本品の水溶液（1 : 2000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 253 nm, 256 ~ 259 nm 及び 261 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

（3）本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリ

ウム錠剤法により測定するとき、波数 3200 cm^{-1} , 1695 cm^{-1} , 1641 cm^{-1} , 1402 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -15.5 ~ -17.5 $^{\circ}$ （乾燥後, 0.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm）。

純度試験

（1）重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。

比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

（2）類縁物質 本品 0.03 g を移動相 A 液 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相 A 液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のウベニメクス以外の各々のピーク面積は、標準溶液のウベニメクスのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、各々のピーク面積の合計は、標準溶液のウベニメクスのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：220 nm）

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

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：A 液 0.065 mol/L リン酸二水素カリウム/アセトニトリル混液（17：3）

B 液 アセトニトリル/0.065 mol/L リン酸二水素カリウム混液（2：1）

A 液を 20 分間流した後、直線濃度勾配法によって B 液を流し、40 分間で B 液に切り替わるようにする。その後、更に B 液を 10 分間流す。

流量：ウベニメクスの保持時間が 12 ~ 16 分になるように調整する。

カラムの選定：ウベニメクス及び *N* [(2*S*,3*R*)3 アミノ 2 ヒドロキシ 4 フェニルブタノイル] *D* ロイシン 5 mg ずつを移動相 A 液 20 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*N* [(2*S*,3*R*)3 アミノ 2 ヒドロキシ 4 フェニルブタノイル] *D* ロイシン、ウベニメクスの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

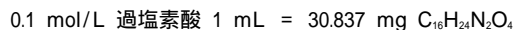
検出感度：標準溶液 20 μ L から得たウベニメクスのピーク高さが 7 mm 以上になるように調整する。

面積測定範囲：70 分

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g, 減圧, 80 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法 容器 気密容器。

107519

ウラジロガシエキス

Quercus Salicina Extract

本品は定量するとき、タンニン（タンニン酸として）20.0 ~ 30.0 % を含む。

製法 ウラジロガシ *Quercus salicina* Blume (*Fagaceae*)

の乾燥した小枝付葉を粗切し、水を加えて浸出後、浸出液をろ過し、ろ液を減圧濃縮後、噴霧乾燥し、粉末エキスとする。

性状 本品は褐色～黒褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は渋くて苦い。

本品は水にわずかに混濁して溶ける。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 30 mL を加えてかき混ぜ、クロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離する。水層を分液漏斗に入れ、酢酸エチル 20 mL を加えて振り混ぜ、酢酸エチル層を分取し、水 10 mL を加え、振り混ぜて洗う。酢酸エチルを減圧で留去し、残留物にエタノール 40 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。

(i) 試料溶液 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は青緑色を呈する。

(ii) 試料溶液 1 mL に塩化アルミニウム溶液 (1/100) 3 滴を加えるとき、液は黄緑色を呈し、青白色の強い蛍光を発する。

(2) 本品 1 g に希硫酸 20 mL を加え、30 分間煮沸する。冷後、遠心分離して上澄液をとり、分液漏斗に入れ、エーテル 30 mL を加えて振り混ぜる。水層を分取し、活性炭 0.6 g を加え、水浴上で 10 分間加熱した後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、 α -ナフトールのエタノール溶液 (3/20) 2 滴及び硫酸 0.5 mL を加えるとき、液は濃赤紫色を呈する。

純度試験 重金属 本品 1.0 g を強熱して灰化し、冷後、希塩酸 3 mL を加え、加温した後、ろ過する。残留物を水 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液をろ液に合わせ、アンモニア試液を加えて中和する。必要ならばろ過し、ろ液に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 3.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

灰分 15 % 以下 (1 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、0.05 mol/L 硫酸試液 80 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて 100 mL とした後、ガラスろ過器 (G 4) でろ過し、試料溶液とする。別に定量用タンニン酸を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、かき混ぜ操作及び 0.0005 mol/L 過マンガン酸カリウム液の滴加速度を一定に保って、次の滴定を行う。

A 滴定 試料溶液、標準溶液及び 0.05 mol/L 硫酸試液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 20 mL 及びインジゴカルミン試液*1 mL を正確に加え、0.0005 mol/L 過マンガン酸カリウム液で液の青色が黄緑色を経て黄色になるまで滴定する。滴定量 (mL) をそれぞれ A_T 、 A_S 及び A_B とす

る。

B 滴定 試料溶液、標準溶液及び 0.05 mol/L 硫酸試液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれ 50 mL の共栓三角フラスコに入れ、それぞれにゼラチン試液 5 mL 及び酸性塩化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え、更にカオリン 1.00 g を加えて 15 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G 4) でろ過する。ろ液 2.5 mL を正確に量り、水 40 mL 及びインジゴカルミン試液*1 mL を正確に加え、0.0005 mol/L 過マンガン酸カリウム液で液の青色が黄緑色を経て黄色になるまで滴定する。滴定量 (mL) をそれぞれ B_T 、 B_S 及び B_B とする。

タンニン酸の量 (mg)

= 定量用タンニン酸の量 (mg)

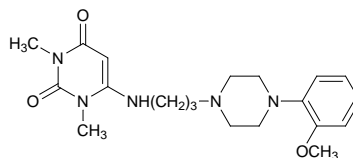
$$\times \frac{(A_T - A_B) - (B_T - B_B)}{(A_S - A_B) - (B_S - B_B)}$$

貯法 容器 気密容器。

109488

ウラビジル

Urapidil



$C_{20}H_{29}N_3O_3$: 387.48

本品を乾燥したものは定量するとき、ウラビジル

($C_{20}H_{29}N_3O_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) 又はアセトンにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1/10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 269 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3210 cm^{-1} 、 2940 cm^{-1} 、 1687 cm^{-1} 、 1655 cm^{-1} 、 1500 cm^{-1} 及び 1240 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (268 nm): 648 ~ 682 (乾燥後, 0.03 g, エタノール (95), 5000 mL)。

融点 156 ~ 161 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 3.0 g をアセトン 40 mL 及び希硝酸 6 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にアセトン 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.003 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール (95) 溶液 (10) 10 mL を加えて燃焼させる。

(4) 類縁物質 本品 0.040 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール (95) /アンモニア水 (28) 混液 (22 : 13 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.916 mg $C_{20}H_{29}N_5O_3$

貯法 容器 気密容器。

107523

ウロガストロン

Urogastrone

本品は妊馬尿から得た抗胃・十二指腸潰瘍作用、胃液分泌抑制作用を有する糖たん白質である。本品を乾燥したものは定量するとき、表示量 (力価) の 80.0 ~ 125.0 % に対応するウロガストロンを含む。

性状 本品は淡褐色の粉末又は小片で、におい及び味はない。

本品は水に溶けやすく、エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、還流冷却器を付けて 3 時間煮沸する。冷後、遠心分離し、上澄液 1 mL をとり、 α ナフトールのエタノール溶液 (15) 2 滴を加えて振り混ぜ、次いで注意して硫酸 3 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg をとり、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加え、振り混ぜて放置するとき、上澄液の色は紫色を呈する。

(3) 体重 180 ~ 200 g の健康な雄シロネズミを 10 匹 1 群とし、 23 ± 2 $^{\circ}$ C、湿度 55 ± 5 % の恒温恒湿室内で 24 時間絶食飼育した後、エーテル麻酔下で胃幽門括約筋部を結紮し、創面をミッセル氏鉗子で縫合し、アスピリン懸濁液を体重 1 kg 当たり 5 mL を経口投与する。麻酔状態のうちに 1 群には本品の 0.4 mg を生理食塩液 0.5 mL に溶かした溶液を、また、他の 1 群には生理食塩液 0.5 mL をそれぞれ静脈に注射する。シロネズミは各々のケージに戻し、7 時間後に頸椎脱臼により安楽死させ、開腹し、胃摘出を行う。摘出した胃にホルマリン溶液 (1 : 50) 7 mL を注入し、約 10 分間経過後、大わんに沿って開き、ろ紙上に胃粘

膜の損傷を生じないように伸展して腺胃粘膜面の潰瘍を実体顕微鏡下 (10 倍) で観察する。動物 1 匹当たりの潰瘍の長径の総和を潰瘍指数とする。

ウロガストロン投与群と対照群の潰瘍指数をステューデントの t 検定で有意差検定を行うとき、ウロガストロン投与群の潰瘍指数は対照群を有意 ($p = 0.05$) に下回る。

窒素含量 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N : 14.007) 11.0 ~ 15.0 % を含む。

純度試験 胎盤性性腺刺激ホルモン様作用 胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) の定量法により試験を行うとき、本品 1 mg (力価) の胎盤性性腺刺激ホルモン単位は 5 単位以下である。

乾燥減量 8 % 以下 (0.2 g, 減圧, 五酸化リン, 2 時間)。

強熱残分 3.0 % 以下 (0.5 g)。

定量法

(1) 試験動物 体重約 180 g の健康な雄シロネズミを用いる。

(2) 標準溶液 定量用ウロガストロン適量を精密に量り、生理食塩液を加えて溶かし、この液 0.5 mL 中に 0.2, 0.4, 0.8 及び 1.6 mg (力価) を含む 4 種の溶液を製する。この溶液を 5 匹を 1 群とする試験動物の 4 群に、(4) の操作法に従ってそれぞれ注射し、胃液分泌量を測定する。試験の結果に基づき、胃液分泌量が対照の 20 ~ 40 % 及び 50 ~ 70 % になると推定される定量用ウロガストロンの濃度をそれぞれ高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度と定める。定量用ウロガストロン適量を精密に量り、生理食塩液を加えて溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し、それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(3) 試料溶液 本品の適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい濃度になるように生理食塩液を加えて溶かし、これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(4) 操作法 試験動物を 1 群 8 匹以上で各群同数の A, B, C 及び D 群の 4 群に無作為に分け、24 時間の絶食、絶水の後、エーテル麻酔下で幽門結紮術を施行し、各群にそれぞれ S_H , S_L , T_H 及び T_L を尾静脈注射し、2 時間後に頸椎脱臼により安楽死させ、胃を摘出し、血液その他の不要物を分離し、胃内容物を試験管にとり、遠心分離して不要物を除去し、胃液量を量る。計算法は胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) の定量法 (v) を準用する。

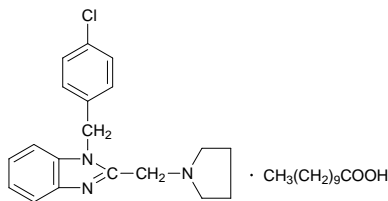
ただし、本品 1 mg 中のウロガストロンの力価 = $\text{anti-log } M$, また、 $L (p = 0.95)$ は 0.50 以下とする。

貯法 容器 気密容器。

101493

ウンデシル酸クレミゾール

Clemizole Undecylate

 $C_{19}H_{20}ClN_3 \cdot C_{11}H_{22}O_2 : 512.13$

本品を乾燥したものは定量するとき、ウンデシル酸クレミゾール ($C_{19}H_{20}ClN_3 \cdot C_{11}H_{22}O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、無水酢酸、エタノール、アセトン又はクロロホルムに極めて溶けやすく、エーテルに溶けやすく、イソプロピルエーテル又はヘキサンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をヘキサン 15 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 10 mL ずつで 3 回抽出する。ヘキサン層をとり、水浴上で蒸発する。残留物に塩化チオニル 0.1 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール溶液 (1 : 50) 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴中で 1 分間加熱し、冷後、希塩酸 1.5 mL 及び塩化第二鉄試液 0.1 mL を加えるとき、液は暗紫色を呈する。

(2) (1) の 1 mol/L 塩酸試液抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 4) 6 mL を加えて振り混ぜ、エーテル 10 mL ずつで 3 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 2 g で乾燥し、エーテル層を水浴上で蒸発乾固した後、残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、その融点は 104 ~ 108 °C である。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2852 cm^{-1} , 1712 cm^{-1} , 1612 cm^{-1} , 1407 cm^{-1} 及び 771 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 66 ~ 69 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、硫酸 0.5 mL を加えて潤し、注意しながら初めは弱く加熱し、徐々に強熱して灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて

行う。本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試験溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/メタノール/ジエチルアミン混液 (15 : 9 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 25.606 mg $C_{19}H_{20}ClN_3 \cdot C_{11}H_{22}O_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

002037

ウンデシレン酸

Undecylenic Acid

 $CH_2=CHCH_2(CH_2)_8CH_2COOH$ $C_{11}H_{20}O_2 : 184.28$

本品は定量するとき、ウンデシレン酸 ($C_{11}H_{20}O_2$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は無色～黄色の液又は白色～微黄色の結晶性の塊で、特異なおいがある。

本品はエタノール、エーテル、クロロホルム、ダイズ油又はハッカ油に極めて溶けやすく、ヒマシ油に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

凝固点: 21 °C 以上。

屈折率 n_D^{20} : 1.447 ~ 1.450

確認試験

(1) 本品 1 g に過マンガン酸カリウム試液 3 滴を滴加するとき、試液の紅色は消える。

(2) 本品 2 g に新たに蒸留したアニリン 3 mL を加え、還流冷却器を付け、直火で弱く 10 分間加熱する。冷後、エーテル 30 mL を加え、分液漏斗に移し、2 mol/L 塩酸試液 20 mL ずつで 3 回洗い、更に水 20 mL ずつで 3 回洗った後、水浴上でエーテルのにおいなくなるまで加熱する。残留物を 70 vol % エタノールで 2 回再結晶し、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 3 時間乾燥するとき、その融点は 66 ~ 68 °C である。

比重 d_4^{20} : 0.909 ~ 0.913

ヨウ素価 131 ~ 140

純度試験

(1) 水溶性の酸 本品 5 g に微温湯 5 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過する。ろ紙上の残留物は微温湯 2 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、メチルオレンジ試液 1 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の赤色は次の比較液より濃くない。

比較液：水 5 mL にメチルオレンジ試液 1 滴を加える。

(2) 中性油脂 本品 1.0 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g 及び水 30 mL を加えて煮沸するとき、液は澄明である。

強熱残分 0.15 % 以下 (3 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、中和エタノール 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 18.428 mg $C_{11}H_{21}O_2$

貯法

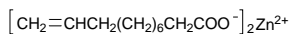
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

002038

ウンデシレン酸亜鉛

Zinc Undecylenate



$C_{22}H_{38}O_4Zn$: 431.92

本品を乾燥したものは定量するとき、ウンデシレン酸亜鉛 ($C_{22}H_{38}O_4Zn$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、特異なおいがある。

本品は水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：116 ~ 121 °C

確認試験

(1) 本品 5 g に希硫酸 25 mL 及び水 20 mL を加え、油層が澄明になるまで煮沸する。冷後、分液漏斗に移し、エーテル 25 mL ずつで 2 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、水浴上でエーテルのにおいがなくなるまで加熱し、残留物につき、次の試験を行う。

(i) 残留物 1 g に過マンガン酸カリウム試液 3 滴を滴加するとき、試液の紅色は消える。

(ii) 残留物 2 g に新たに蒸留したアニリン 3 mL を加え、還流冷却器を付け、直火で弱く 10 分間加熱する。冷後、エーテル 30 mL を加え、分液漏斗に移し、2 mol/L 塩酸試液 20 mL ずつで 3 回洗い、更に水 20 mL ずつで 3 回洗った後、水浴上でエーテルのにおいがなくなるまで加熱する。残留物を 70 vol % エタノールで 2 回再結晶し、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 3 時間乾燥するとき、その融点は 66 ~ 68 °C である。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL 及び強アンモニア水 1 mL を加えて溶かすとき、液は亜鉛塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

純度試験 アルカリ土類金属及びアルカリ金属 本品 0.75 g に水 20 mL 及び希塩酸 10 mL を加えて煮沸し、熱時ろ過する。残留物を熱湯 25 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、アンモニア試液を加えてアルカリ性とし、硫化アンモニウム

試液を沈殿が生じなくなるまで加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。必要ならばろ液が澄明になるまでろ過を繰り返し、残留物は水 10 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 0.5 mL を加え、蒸発乾固し、650 °C で 3 時間強熱するとき、残留物の量は 0.015 g 以下である。

乾燥減量 1.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、希硫酸 10 mL 及び水 10 mL を加えて油層が澄明になるまで煮沸する。冷後、ろ過し、ろ紙上の残留物を水で洗い、洗液はろ液に合わせ、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 50) を加えて中性とし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。

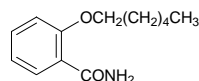
0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 4.319 mg $C_{22}H_{38}O_4Zn$

貯法 容器 密閉容器。

102291

エキサラミド

Exalamide



$C_{13}H_{15}NO_2$: 221.30

本品を乾燥したものは定量するとき、エキサラミド ($C_{13}H_{15}NO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.5 g 及びプロピレングリコール 3 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品 0.2 g に臭化水素酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け、穏やかに 1 時間煮沸した後、氷冷し、析出した沈殿をろ取り、水 5 mL ずつで 3 回洗い、薄めたエタノール (1 : 2) 5 mL を加えて溶かし、希塩化第二鉄試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 80000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 231 ~ 235 nm 及び 290 ~ 294 nm に吸収の極大を、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品をデシケーター (シリカゲル) で 12 時間乾燥し、その 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1234 cm^{-1} 、 1150 cm^{-1} 、 1045 cm^{-1} 及び 940 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 69 ~ 72 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶

かすとき、液は無色澄明である。

(2) 臭化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別に 0.01 mol/L 臭化水素酸 0.30 mL を正確に量り、アセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。検液及び比較液に硝酸銀試液 1 mL ずつを加えて混和し、直射日光を避け、5 分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方から観察して混濁を比較するとき、検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない(0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 4.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(5 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g に硝酸カリウム 0.3 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜ、徐々に加熱し、冷後、残留物に希硫酸 10 mL を加えて溶かし、白煙が発生するまで加熱し、冷後、注意して水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) サリチルアミド及びサリチル酸 本品 0.40 g に薄めたエタノール(2 : 3) 15 mL を加えて溶かし、希塩化第二鉄試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は紫色を呈しない。

(6) 類縁物質 本品 1.0 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/ギ酸エチル/ギ酸混液(5 : 4 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, シリカゲル, 12 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 2.2130 mg C₁₅H₁₉NO₂

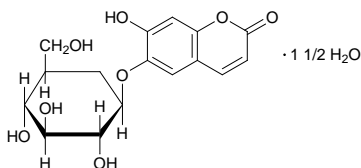
貯法 容器 密閉容器。

102196

エスクロシド

Esculose

エスクリン



C₁₅H₁₆O₉ · 1 1/2 H₂O : 367.31

本品を定量するとき、換算した脱水物に対しエスクロシド

(C₁₅H₁₆O₉) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又はジオキサンにやや溶けにくく、水、エタノール又は氷酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 200 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.03 g に希硝酸 5 mL を加え、水浴上で加熱するとき、液は直ちに黄褐色を呈する。この液に過量のアンモニア試液を加えるとき、液は直ちに赤褐色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 333 ~ 337 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びエスクロシド標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により試験を行い、本品のスペクトルとエスクロシド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : -84 ~ -87° [脱水物に換算したもの 0.2 g, 水/ジオキサン混液(1 : 1), 20 mL, 100 mm]。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエスクロシド以外のピークの合計面積は、標準溶液のエスクロシドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：335 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水/メタノール/氷酢酸混液(70 : 30 : 1)

流量：エスクロシドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びエスクレチン 5 mg ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、エスクロシド、エスクレチンの順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たエスクロシドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：エスクロシドの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 7.0 ~ 8.0 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びエスクロシド標準品(別途本品と同様の方

法で水分を測定しておく) 約 0.05 g ずつを精密に量り, それぞれをメタノールに溶かし, 正確に 100 mL とする. これらの液 2 mL ずつを正確に量り, それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 335 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する.

エスクロシド ($C_{15}H_{16}O_9$) の量 (mg)

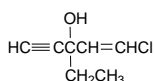
$$= \text{脱水物に換算したエスクロシド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法 容 器 密閉容器.

102226

エスクロルピノール

Ethchlorvynol



C_7H_9ClO : 144.60

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, エスクロルピノール (C_7H_9ClO) 95.0 ~ 102.0 % を含む.

性 状 本品は無色~黄色の液で, 特異な刺激性のにおいがある.

本品はメタノール, エタノール, アセトン, クロロホルム又はエーテルと混和し, 水と混和しない.

本品は光又は空気により徐々に暗色となる.

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 ~ 20) 1 mL にアンモニウム試液 4 滴を加えて振り混ぜ, 更に硝酸銀試液数滴を加えるとき, 黄白色の沈殿を生じる. この沈殿は少量の硝酸銀試液を滴加するとき, 溶けるが, 過量の硝酸銀試液を追加するとき, 再び沈殿を生じる.

(2) 本品のメタノール溶液 (1 ~ 20) 10 mL に塩酸 m フェニレンジアミン溶液 5 mL を加えるとき, 液はだいたい赤色を呈する.

屈折率 n_D^{20} : 1.476 ~ 1.480

純度試験 酸 本品 5.0 mL に中和した薄めたメタノール 50 mL を加えて溶かし, フェノールフタレイン試液 1 mL を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液がうすいだいたい赤色を呈するまで滴定するとき, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 1.7 mL 以下である.

水分 0.2 % 以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定).

定量法 本品約 0.11 g を精密に量り, 硝酸銀の 70 vol % エタノール溶液 (1 ~ 40) 50 mL を入れた三角フラスコに入れ, 直ちに 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: メチルレッド・メチレンブルー試液 8 ~ 10 滴). ただし, 滴定の終点は液が緑色を呈するときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

$$= 7.230 \text{ mg } C_7H_9ClO$$

貯 法

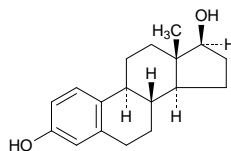
保存条件 遮光して保存する.

容 器 気密容器.

001073

エストラジオール

Estradiol



$C_{18}H_{24}O_2$: 272.38

本品を乾燥したものは定量するとき, エストラジオール ($C_{18}H_{24}O_2$) 97.0 ~ 103.0 % を含む.

性 状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない.

本品はジオキサン又はジメチルホルムアミドに溶けやすく, アセトンにやや溶けやすく, エタノールにやや溶けにくく, エーテルに溶けにくく, 水にほとんど溶けない.

本品は硫酸に溶ける.

本品は吸湿性である.

確認試験

(1) 本品 4 mg に硫酸 4 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする. 試料溶液は帯黄緑色を呈し, 緑色の蛍光を発する. 試料溶液 2 mL を水 2 mL に加えるとき, 液は淡だいたい色に変わる. また, 試料溶液 2 mL に硫酸第二鉄アンモニウム試液 1 滴を加えるとき, 液は濃緑色となり, 水 5 mL を加えるとき, 液は赤色に変わる.

(2) 本品のエタノール溶液 (1 ~ 20000) の吸収スペクトルを測定するとき, 波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す.

(3) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3450 cm^{-1} , 1610 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , 1231 cm^{-1} , 1055 cm^{-1} 及び 819 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +75 ~ +82° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

融 点 175 ~ 180 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 10 mL を加え, 加温して溶かすとき, 液は無色澄明で, 着色することがあっても極めてわずかである.

(2) 塩化物 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし, 希硝酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希塩酸 6 mL 及びアセトンを加えて 50 mL とする (0.018 % 以下).

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし, 希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.034 % 以下).

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に石油エーテル/エーテル/シクロヘキサノン混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱する。これに薄めた硫酸 (3:4) を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で 3 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.5 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びエストラジオール標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれにエタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、この液 5 mL ずつを正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 281 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エストラジオール ($C_{18}H_{24}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{エストラジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

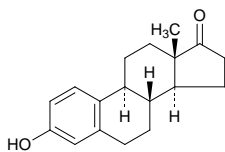
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102213

エストロン

Estrone



$C_{18}H_{22}O_2$: 270.37

本品を乾燥したものは定量するとき、エストロン ($C_{18}H_{22}O_2$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はジオキサノンにやや溶けにくく、エタノール、アセトン、エーテル又はクロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g にエタノール 3 mL を加え、加温して溶かし、これに *m* ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化

ナトリウム溶液 (1:8) 0.5 mL を加えて放置するとき、液は赤紫色を呈し、徐々に赤褐色に変わる。

(2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びエストロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをクロロホルムに溶かした後、クロロホルムを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 [α] $_D^{20}$: +158 ~ +165 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, ジオキサノン, 10 mL, 100 mm)。

融点 257 ~ 264 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をジオキサノン 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をジオキサノン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジオキサノンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製し、更に硝酸銀処理した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/氷酢酸混液 (9:3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにエタノール/硫酸混液 (1:1) を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及びエストロン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 281 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エストロン ($C_{18}H_{22}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{エストロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

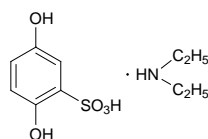
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102219

エタンシラート

Ethamsylate

 $C_6H_6O_5S \cdot C_4H_{11}N$: 263.31

本品を乾燥したものは定量するとき、エタンシラート ($C_6H_6O_5S \cdot C_4H_{11}N$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水 2 mL を加えて溶かし、タングステン酸試液 1 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水 1 mL を加えて溶かし、炭酸ナトリウム試液 1 mL、アセトアルデヒド溶液 (1 : 20) 0.5 mL 及びニトロプルシッドナトリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 40000) の吸収スペクトルを測定するとき、波長 299 ~ 303 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

融点 128 ~ 132 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (5 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにリンモリブデン酸のエタノール溶液 (1 : 10) を均等に噴霧した後、105 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液で滴定する (指示薬: *o*-フェナントロリン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤色が黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 1 mL
= 13.166 mg $C_6H_6O_5S \cdot C_4H_{11}N$

貯法

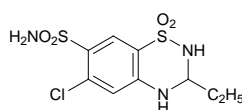
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003603

エチアジド

Ethiazide

 $C_9H_{12}ClN_3O_4S_2$: 325.79

本品を乾燥したものは定量するとき、エチアジド ($C_9H_{12}ClN_3O_4S_2$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトンにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 255 °C

確認試験

(1) ヒドロクロロチアジド (日局) の確認試験 (2) を準用する。

(2) 本品 1 g をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 20 mL に溶かし、直火で 10 分間蒸留するとき、留出液はプロピオンアルデヒドのにおいを有する。また、この液 1 mL にフクシン亜硫酸試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) (2) の蒸留残留物に水 50 mL を加えて混和し、塩酸で酸性とし徐々に冷却するとき、針状の結晶を析出する。この結晶を希エタノールを用いて再結晶し、105 °C で 4 時間乾燥するとき、その融点は 257 ~ 259 °C である。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 224 ~ 228 nm, 269 ~ 273 nm 及び 315 ~ 319 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品につき、炎色反応 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 50) 10 mL 及び強過酸化水素水 1.5 mL を加えて燃焼させる (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 10 mg をとり、アセトン 100 mL

を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき黒色で、更に照射を続けると青色の蛍光を発する単一のスポットを認める。乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

$$\text{エチアジド (C}_9\text{H}_{12}\text{ClN}_3\text{O}_4\text{S}_2\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{638} \times 20000$$

貯法

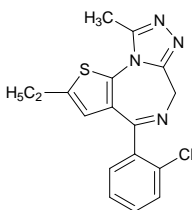
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108773

エチゾラム

Etizolam



C₁₇H₁₅ClN₄S : 342.85

本品を乾燥したものは定量するとき、エチゾラム (C₁₇H₁₅ClN₄S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸又は酢酸エチルにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線を照射するとき、淡黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.01 g を希塩酸 5 mL に溶かし、ライネッケ塩試液 0.5 mL を加えるとき、淡赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.02 g をとり、希水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び過酸化水素試液 1 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。検液に希塩酸 2 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2970 cm⁻¹, 1616

cm⁻¹, 1530 cm⁻¹, 1414 cm⁻¹, 1034 cm⁻¹ 及び 760 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(5) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 146 ~ 149 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を酢酸エチル 100 mL に溶かし、薄めた炭酸ナトリウム試液 (1 : 10) 50 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取して酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回洗った後、あらかじめ水でじゅうぶんに洗ったろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL に希硝酸を加えて中和し、更に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エーテル/ジエチルアミン混液 (5 : 4 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は 2 回目の変曲点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 17.142 \text{ mg C}_{17}\text{H}_{15}\text{ClN}_4\text{S}$$

貯法

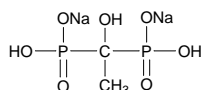
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109665

エチドロン酸二ナトリウム

Etidronate Disodium



C₂H₆Na₂O₇P₂ : 249.99

本品を乾燥したものは定量するとき、エチドロン酸二ナトリウム (C₂H₆Na₂O₇P₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (99.5) にほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 100)の pH は 4.4 ~ 5.4 である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 100) 5 mL に硫酸銅試液 1 mL を加えて 10 分間振り混ぜるとき、青色の沈殿を生じる。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1167 cm^{-1} , 1058 cm^{-1} , 919 cm^{-1} 及び 814 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液(1 100) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 亜リン酸塩 本品約 3.5 g を精密に量り、pH 8.0 のエチドロン酸二ナトリウム用リン酸塩緩衝液 100 mL に溶かした後、0.05 mol/L ヨウ素液 20 mL を正確に加え、直ちに密栓する。この液を暗所で 30 分間放置した後、酢酸(100) 1 mL を加え、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、亜リン酸塩(NaH_2PO_3)の量を求めるとき、1.0 % 以下である。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 5.199 mg NaH_2PO_3

- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。ただし、希酢酸 2 mL を加えた後、遠心分離を行い、上澄液を用いる。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (4) メタノール 本品約 0.5 g を精密に量り、水に溶かし、水を加えて正確に 5 mL とし、試料溶液とする。別にメタノール 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを正確に量り、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液から得たメタノールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定し、メタノールの量を求めるとき、その量は 0.1 % 以下である。

メタノール(CH_3O)の量(mg)

$$= 1.0(\text{mL}) \times 1000 \times 0.79 \times \frac{H_T}{H_S} \times \frac{5}{10000}$$

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 ~ 4 mm, 長さ約 2 m の管に 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用多孔性ポリマーを充てんする。

カラム温度: 130 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: メタノールの保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定: メタノール及びエタノール(99.5) 1 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、メタノール、エタノールの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

乾燥減量 5.0 % 以下(0.5 g, 210 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水に

溶かし、正確に 50 mL とする。この液 15 mL を正確に量り、あらかじめカラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂(H 型) 5 mL を用いて調製した直径 10 mm のクロマトグラフ柱に入れ、1 分間に約 1.5 mL の流速で流出させる。次に水 25 mL ずつを用いてクロマトグラフ柱を 2 回洗う。洗液は先の流出液に合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(電位差滴定法)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

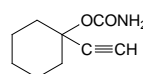
= 12.500 mg $\text{C}_2\text{H}_5\text{Na}_2\text{O}_7\text{P}_2$

貯法 容器 気密容器。

102229

エチナメート

Ethinamate



$\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2$: 167.21

本品を乾燥したものは定量するとき、エチナメート($\text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール、アセトン、エーテル又はクロロホルムに溶けやすく、水に溶けにくく、ヘキサンに極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品 0.03 g にエタノール 3 mL を加えて溶かし、臭素試液 3 滴を加えるとき、試液の色は消える。
- (2) 本品 0.03 g にエタノール 3 mL を加えて溶かし、硝酸銀試液 10 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これに強アンモニア水 1 mL を加えて振り混ぜるとき、沈殿は黄色を呈し、徐々に黄褐色に変わる。更にエタノール 10 mL を加えるとき、沈殿は溶け、液は黄色~赤色となる。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2943 cm^{-1} , 1718 cm^{-1} , 1448 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , 及び 1042 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 94 ~ 98 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.40 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 30 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.011 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、アセトン 25 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(20 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につ

き、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム溶液 (1:500) を均等に噴霧するとき、黄色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 50 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、エタノール 4.5 mL を加えて溶かし、硝酸銀溶液 (1:20) 30 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: メチルレッド・メチレンブルー試液 0.2 mL)、ただし、滴定の終点は液の赤紫色が緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

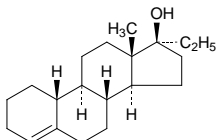
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 16.721 \text{ mg } \text{C}_9\text{H}_{13}\text{NO}_2$$

貯法 容器 気密容器。

102281

エチルナンドロール

Ethylhandrol



$\text{C}_{20}\text{H}_{32}\text{O}$: 288.47

本品を乾燥したものは定量するとき、換算した脱メタノール物に対し、エチルナンドロール ($\text{C}_{20}\text{H}_{32}\text{O}$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、アセトン又はジオキサソリンに溶けやすく、酢酸エチルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は黄色~だいだい色を呈する。この液に紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品及びエチルナンドロール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとエチルナンドロール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +29 ~ +33 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, ジオキサソリン, 10 mL, 100 mm)。

融点 87 ~ 94 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) メタノール 本品を乾燥し、その約 0.10 g を精密に量り蒸留フラスコに入れ、水 50 mL を加え、沸騰石を入れ、

氷水を循環させた冷却器に連結する。受器には氷水中で冷却した水 1 mL を入れた 25 mL のメスフラスコを用い、留液約 20 mL を得るまで注意して蒸留する。留液は室温にした後、内標準溶液として *n* プロパノール溶液 (1:400) 2 mL を正確に加え、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別に 20 $^{\circ}\text{C}$ の標準メタノール約 0.12 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り、内標準溶液として *n* プロパノール溶液 (1:400) 2 mL を正確に加え、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) のそれぞれ一定量 (約 2 μL) につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のメタノール及び *n* プロパノールのピーク面積又は高さを測定し、次式によってメタノール量を求めるとき、その量は 4.0 % 以下である。

メタノール (CH_3OH) の量 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{H_T/H_{T1} + 2(H_S/H_{S1}) - 3(H_S/H_{S1})}{H_S/H_{S1} - H_S/H_{S1}}$$

W_S : 20 $^{\circ}\text{C}$ の標準メタノールの量 (g)

W_T : 試料の採取量 (g)

H_S 及び H_{S1} : それぞれ標準溶液 (1) から得たメタノール及び *n* プロパノールのピーク面積又はピーク高さ

H_S 及び H_{S1} : それぞれ標準溶液 (2) から得たメタノール及び *n* プロパノールのピーク面積又はピーク高さ

H_T 及び H_{T1} : それぞれ試料溶液から得たメタノール及び *n* プロパノールのピーク面積又はピーク高さ

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 100 cm のガラス管に 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用スチレン・ジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度: 130 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

試料気化室温度: 150 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス及び流量: 窒素, メタノールの保持時間が約 5 分となるように窒素の流量を調節する。

(3) 他のステロイド 本品 0.1 g をとり、メタノール 20 mL を加えて溶かし試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘプタン/アセトン混液 (4:1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧し、100 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間加熱するとき、だいだい色~赤褐色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、内標準物質アイコサノールの酢酸エチル溶液 (1:200) を加えて溶かし正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にエチルナンドロール標準品 (あらかじめ標準品の純度試験 (1) メタノールの方法でメタノール分を測定しておく) をデシケーター (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥し、その約 0.12 g を精密に量り、アイコサノールの酢酸エチル溶液 (1:200) を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液 (2) とする。この液 4 mL を正確に量り、アイコサノール

の酢酸エチル溶液 (1 200) 2 mL を正確に加え、標準溶液 (1) とする。

試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) のそれぞれ一定量 (約 2 μ L) につき、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行う。

エチルナンドロール ($C_{20}H_{32}O$) の量 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{H_T/H_{T1} + 2(H_S/H_{S1}) - 3(H_S/H_{S1})}{3(H_S/H_{S1} - H_S/H_{S1})} \times 100$$

W_S : 脱メタノール物に換算したエチルナンドロール標準品の量 (g)

W_T : 脱メタノール物に換算した試料の採取量 (g)

H_S 及び H_{S1} : それぞれ標準溶液 (1) から得たエチルナンドロール及びアイコサノールのピーク面積又はピーク高さ
 H_S 及び H_{S1} : それぞれ標準溶液 (2) から得たエチルナンドロール及びアイコサノールのピーク面積又はピーク高さ

H_T 及び H_{T1} : それぞれ試料溶液から得たエチルナンドロール及びアイコサノールのピーク面積又はピーク高さ

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m の管に、担体として 149 ~ 177 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土を用い、フェニルメチルシリコンポリマー (フェニル 50%) を 2% の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 220 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

試料気化室温度: 260 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

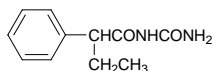
キャリアーガス及び流量: 窒素, エチルナンドロールの保持時間が約 7 分となるように窒素の流量を調節する。

貯法 容器 気密容器。

102283

エチルフェナセミド

Ethylphenacemide



$C_{11}H_{14}N_2O_2$: 206.24

本品を乾燥したものは定量するとき、エチルフェナセミド ($C_{11}H_{14}N_2O_2$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 10) 5 mL を加えて煮沸するとき、アンモニアのにおいを発し、このガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3339 cm^{-1} , 1669 cm^{-1} , 1388 cm^{-1} , 1094 cm^{-1} 及び 801 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 148 ~ 152 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 液性 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過するとき、ろ液は中性である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.014% 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5% 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10% 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法によって試験を行う。

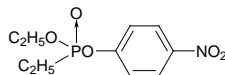
0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.0312 mg $C_{11}H_{14}N_2O_2$

貯法 容器 気密容器。

109065

エチルホスホン酸パラニトロフェニルエチル

p Nitrophenyl *O* ethyl ethylphosphonate



$C_{10}H_{14}NO_5P$: 259.20

本品は定量するとき、エチルホスホン酸パラニトロフェニルエチル ($C_{10}H_{14}NO_5P$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は微黄色澄明の液である。

本品はメタノール、エタノール、クロロホルム又はエーテルと混和し、水に溶けにくい。

本品は毒性を有する。

沸点: 147 ~ 152 $^{\circ}$ C (減圧・27 Pa)。

確認試験

(1) 本品 5 ~ 6 滴を試験管にとり、これに希水酸化ナト

リウム試液 1 滴を加え、水浴上で加熱する。冷後、硝酸第二水銀試液 2 滴を加えて加熱するとき、液の淡黄色はだいたい色に変わり、冷却するとき、だいたい白色の沈殿を生じる。更に、一夜放置するとき、沈殿は赤だいたい色に変わる。

(2) 本品 2 ~ 3 滴を試験管にとり、メタノール 4 ~ 5 滴を加えて溶かす。これに塩酸 1 mL 及び鉄粉 0.5 g を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液に炭酸ナトリウム試液 3 mL を加える。これにエーテル約 2 mL を加え、よく振り混ぜ、エーテル層を分取し、エーテルを除去する。残留物に希塩酸 5 滴を加えた液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 30000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。

屈折率 n_D^{20} : 1.520 ~ 1.530

比重 d_4^{20} : 1.250 ~ 1.260

純度試験

(1) 遊離のパラニトロフェノール 本品 0.10 g を精密に量り、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 25 mL を正確にとり、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。この液 10 mL を正確にとり、エタノール約 10 mL 及び炭酸ナトリウム・炭酸水素ナトリウム緩衝液 2.5 mL を加え、更にエタノールを加えて正確に 25 mL とする。よく混和した後、エタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm における吸光度 A を測定し、次の式によって計算するとき、その値は、1.0 % 以下である。

$$\text{遊離のパラニトロフェノールの量 (g)} = \frac{A}{1446} \times 50$$

(2) 類縁物質 本品 0.030 g をとり、クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1.0 mL を正確にとり、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (40 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

定量法 本品約 0.10 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 5 mL を正確に量り、エタノール約 20 mL、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 20 mL を加え、更にエタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、50 % エタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液につき、50 % エタノールを対照とし、波長 400 nm における吸光度 A_T を測定する。

エチルホスホン酸パラニトロフェニルエチルの量 (g)

$$= \frac{(A_T \times 20 - A_F \times 2.5)}{1446} \times 20 \times 1.863$$

A_T : 全量のパラニトロフェノールの吸光度

20: 試料溶液からの希釈倍数

A_F : 遊離のパラニトロフェノールの吸光度 (純度試験 (1))

の値)

2.5: 試料溶液からの希釈倍数

1.863: エチルホスホン酸パラニトロフェニルエチルへの換算係数

$$= \frac{\text{エチルホスホン酸パラニトロフェニルエチルの分子量}}{\text{パラニトロフェノールの分子量}}$$

1446: パラニトロフェノールの分子量

20: 試料溶液への希釈倍数

貯法

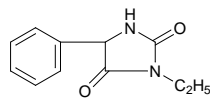
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102232

エトトイン

Ethotoin



$C_{11}H_{12}N_2O_2$: 204.23

本品を乾燥したものは定量するとき、エトトイン

($C_{11}H_{12}N_2O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はエタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、水溶中で 5 分間加熱し、冷後、塩酸 2 mL 及びジアセチルモノオキシム溶液 (3 : 100) 1 mL を加え、水溶中で 5 分間加熱するとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.2 g を加えて混和し、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 259 nm 及び 263 ~ 265 nm に吸収の極大を、254 ~ 256 nm 及び 261 ~ 263 nm に吸収の極小を示す。

融点 90 ~ 95 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.1 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL、エタノール 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液

10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液(4:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを飽和ヨウ素蒸気を満たした槽中で 10 分間放置するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、500 mL のケルダールフラスコに入れ、粉末とした硫酸カリウム 10 g, 硫酸銅 0.5 g 及び硫酸 20 mL を加える。フラスコを約 45 $^{\circ}$ に傾けて弱く加熱し、泡立ちがやめば加熱を強め、液が青色澄明となり、フラスコの内壁に炭化物を認めなくなるまで加熱を続ける。冷後、注意して水 150 mL を加えて混和し、冷却し、水酸化ナトリウム溶液(2 5) 100 mL をフラスコの内壁に沿って層積し、粒状の亜鉛 5 ~ 6 粒を加え、直ちに連結管を用いて連結する。受器には 0.5 mol/L 硫酸 15 mL を正確に入れ、更に水 40 mL を加え、冷却器の下端をこの液に浸す。内容物の 3/4 容量が留出するまで蒸留し、過量の酸を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示液:メチルレッド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

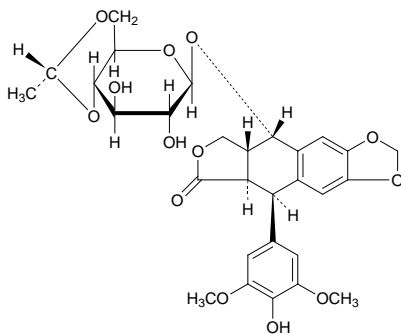
0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 102.11 mg $C_{11}H_{12}N_2O_2$

貯法 容器 気密容器。

108995

エトボシド

Etoposide



$C_{29}H_{32}O_{13}$: 588.56

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、エトボシド($C_{29}H_{32}O_{13}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、水又は無水エーテルに極めて溶けにくい。

融点: 約 250 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1 1000) 5 mL に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、約 90 $^{\circ}$ C で 30 分間加熱した後、溶媒を減圧で留去する。残留物に水 20 mL 及び酢酸エチル 10 mL を加えて強く振り混ぜた後、この水層 1 mL にアントロンの硫酸溶液(1 500) 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青緑色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(1 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長

282 ~ 287 nm に吸収の極大を示し、波長 288 ~ 293 nm に吸収の肩を示す。

(3) 本品及びエトボシド標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとエトボシド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D: -100 ~ -105 $^{\circ}$ (乾燥物に換算したもの 0.1 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.1 g をメタノール 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液 50 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピークを自動積分法により測定するとき、試料溶液のエトボシド以外の各々のピーク面積は、標準溶液のエトボシドのピーク面積の 1/2 より大きくない。また、各々のピーク面積の合計は標準溶液のエトボシドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定: 定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 50 μ L から得たエトボシドのピーク高さが 30 mm 以上になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からエトボシドの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 4.0 % 以下(0.2 g, 減圧, 100 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びエトボシド標準品(別途本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。これらの液の 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のエトボシド及び内標準物質のピーク面積を測定し、内標準物質のピーク面積に対するエトボシドのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求める。

エトボシド($C_{29}H_{32}O_{13}$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したエトボシド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 2,6-ジクロルフェノールのメタノール溶液(3 2500)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 290 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：硫酸ナトリウム 6.44 g を薄めた氷酢酸（100）に溶かし，1000 mL とした液にアセトニトリル 250 mL を加える。

流量：エトボシドの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びピクロエトボシド 0.01 g ずつを量り，メタノール 15 mL に溶かした後，移動相を加えて 50 mL とする。この液 50 μL につき，上記の条件で操作するとき，エトボシド，ピクロエトボシドの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法

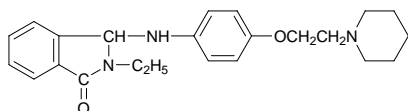
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102286

エトミドリン

Etomidoline



$C_{23}H_{29}N_3O_2$: 379.50

本品を乾燥したものは定量するとき，エトミドリン（ $C_{23}H_{29}N_3O_2$ ）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄褐色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノールに溶けやすく，アセトン又は酢酸エチルにやや溶けやすく，エーテルに溶けにくく，水又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品のエタノール溶液（1 → 50）は旋光性がない。

確認試験

（1）本品 3 mg に希塩酸 5 mL を加えて溶かし，水浴上で 5 分間加熱し，冷後，*p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 0.5 mL を加えるとき，液は黄色を呈する。

（2）本品のエタノール溶液（1 → 100000）の吸収スペクトルを測定するとき，波長 243 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。また本品につき，紫外可視吸光度測定法によりエタノール溶液（1 → 10000）の吸収スペクトルを測定するとき，波長 303 ~ 307 nm に吸収の極大を示す。

融点 105 ~ 107 ℃

純度試験

（1）溶状 本品 0.30 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

（2）重金属 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（3）ヒ素 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし，これを検液とし，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（4）類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノールを加えて

溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液（100 : 1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 1.0 % 以下（0.5 g，減圧，五酸化リン，60 ℃，3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.8 g を精密に量り，非水滴定用アセトン 100 mL を加えて溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

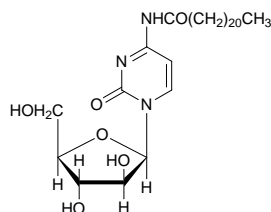
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.950 mg $C_{23}H_{29}N_3O_2$

貯法 容器 気密容器。

108452

エノシタピン

Enocitabine



$C_{31}H_{55}N_3O_6$: 565.78

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，エノシタピン（ $C_{31}H_{55}N_3O_6$ ）として 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はテトラヒドロフランに溶けにくく，エタノールに極めて溶けにくく，水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：145 ~ 150 ℃（分解）。

確認試験

（1）本品 0.1 g を酸化カルシウム 0.2 g と共に徐々に加熱し，強熱するとき，発生するガスは湿した赤色リトマス紙を青変する。

（2）本品 0.02 g に希塩酸 3 mL を加え，水浴中で 30 分間加熱し，冷後オルシン試液 1 mL を加え，更に水浴中で 30 分間加熱するとき，液は緑色を呈する。

（3）本品のエタノール溶液（1 → 50000）につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 212 ~ 216 nm，246 ~ 250 nm 及び 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

（4）本品 0.02 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし，この液に塩酸を加え，pH 2.0 に調整したのち，55 ℃ で 30 分間加熱し，ついで水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 20 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 1 mL

をとり、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示し、240 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +64 ~ +72° (脱水物に換算したもの 0.5 g, テトラヒドロフラン, 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、テトラヒドロフランを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。また、標準溶液 (1) 10 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて 30 mL とし、標準溶液 (2) とする。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (5:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開したのち、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外の R_f 値 0.66 付近のスポットは標準溶液 (1) から得たスポットより、また R_f 値 0.02 付近のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

水分 2.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、テトラヒドロフラン 10 mL を加え加温して溶かし、加温した非水滴定用氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 56.58 mg $C_{27}H_{46}O$ 。

貯法

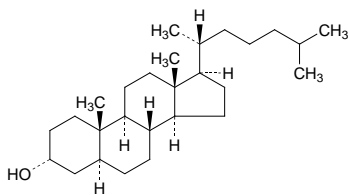
保存条件 5 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

102167

エビジヒドロコレステリン

Epidihydrocholesterin



$C_{27}H_{46}O$: 388.67

本品を乾燥したものは定量するとき、エビジヒドロコレステリン ($C_{27}H_{46}O$) 95.0 ~ 105.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エーテル又はピリジンにやや溶けやすく、エタノール、酢酸エチル又は *n* ヘキサンに溶けにくく、水又は無水酢酸にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に無水酢酸 2 mL 及びピリジン 3 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱し、水 5 mL を加えてかき混ぜた後、冷却する。析出した結晶をろ取りし、少量の水で洗い、メタノールから 3 回再結晶し、デシケーター (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 95.0 ~ 96.5 °C である。

(2) 本品及びエビジヒドロコレステリン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとエビジヒドロコレステリン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様に強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びエビジヒドロコレステリン標準品をクロロホルムに溶かした後、クロロホルムを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +22 ~ +30° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 183 ~ 187 °C

純度試験

(1) 酸 本品 2.0 g に水 40 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴上で 10 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品及びエビジヒドロコレステリン標準品それぞれ 0.050 g をとり、それぞれにクロロホルムを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘキサン/酢酸エチル混液 (4:1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、100 °C で 15 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、褐色を呈し、これらの R_f 値は等しい。また、本品はこれと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びエビジヒドロコレステリン標準品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、それぞれにクロロホルムを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを、共栓試験管に正確に量り、水浴上でクロロホルムを蒸発し、残留物にピリジン/無水酢酸混液 (3:2) 0.5 mL を加えて溶かした後、栓をして水浴中で 30 分間加熱する。冷後、少量のエーテル

を加え、水浴上で空気を送りながら、ピリジン/無水酢酸混液を蒸発する。更にピリジン及び酢酸臭がなくなるまでこの操作を繰り返した後、残留物をデシケーター（減圧、シリカゲル）で1時間乾燥し、これに2%ヒドロキシシリアミン試液10 mLを正確に加え、直ちに、栓をして、5分間ごとに激しく振りながら30分間放置する。次にそれぞれの液5 mLを正確に共栓遠心沈殿管にとり、希過塩素酸第二鉄試液5 mLを正確に加え、栓をしてよく振り混ぜ、5分間放置した後、遠心分離する。それぞれの上澄液につき、クロロホルム5 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの波長525 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エピジヒドロコレステリン ($C_{27}H_{46}O$) の量 (mg)

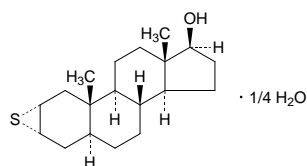
$$= \text{エピジヒドロコレステリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

102174

エピチオスタノール

Epitiostanol



$C_{19}H_{30}OS \cdot 1/4H_2O$: 311.01

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、エピチオスタノール ($C_{19}H_{30}OS$: 306.51) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メチルエチルケトンにやや溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトン又はエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 129 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.5 mg に *p* ジメチルアミノシンナムアルデヒド 2 mg を加え、硫酸・酢酸試液 2 mL を加えて溶かすとき、液は紅色を呈する。この液を水浴上で5分間加熱するとき、液は赤紫色に変わる。

(2) 本品 1 mg にメタノール 1 mL を加えて溶かし、塩化パラジウム試液* 0.3 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。これに水 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 1000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示し、波長 239 ~ 243 nm に吸収の極小を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +22.5 ~ +25.5° (脱水物換算, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にクロロホルム 5 mL を加えて

溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第3法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.010 g にクロロホルム 5.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板に、試料溶液 10 μ L ずつを約 10 mm の間隔で A 及び B の 2 箇所スポットし、風乾する。同様に、標準溶液 10 μ L を 1 箇所スポットし、風乾する。A には、更にエピチオスタノール用硝酸銀・エタノール試液 4 μ L を試料溶液のスポットより大きい直径で重ねてスポットし、風乾する。次にクロロホルム/メチルエチルケトン混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を軽く均等に噴霧した後、約 130 °C で3分間加熱するとき、A 及び B から得たスポットは、それぞれ単一か、又は異種スポットがあっても、標準溶液のスポットより濃くない。

水分 1.0 ~ 2.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びエピチオスタノール標準品それぞれ約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液として *n* オクチルベンゼンのメタノール溶液 (1 : 500) 4 mL を正確に加えて溶かした後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のエピチオスタノール及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積比 A_T 及び A_S を求める。

エピチオスタノール ($C_{19}H_{30}OS$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したエピチオスタノール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に充てん剤としてオクタデシルシリル化した 10 μ m のシリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: メタノール/水混液 (20 : 3)

流量: 毎分 1 mL

カラムの選定: 標準溶液につき、上記の条件で操作し、エピチオスタノールと内標準物質の分離度を測定するとき、4 以上であり、それぞれのピークのテーリングファクターを求めるとき、2 以下のカラムを用いる。また、試料溶液につき、上記の条件で操作する試験を5回繰り返して、内標準物質のピーク面積に対するエピチオスタノールのピーク面積比の変動係数を求めるとき、2.0 % 以下のカラムを用いる。

貯法

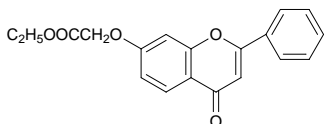
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003607

エフロキサート

Efloxate


 $C_{19}H_{16}O_5 : 324.33$

本品を乾燥したものは定量するとき、エフロキサート ($C_{19}H_{16}O_5$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は熱エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、アセトン又は酢酸エチルにやや溶けにくく、メタノール、無水エタノール、イソプロパノール又はエーテルに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水又はシクロヘキサンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール 4 mL を加え、穏やかに加温して溶かした後、マグネシウムの小片及び塩酸 1 滴を加えるとき、液は黄色～淡黄赤色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に硫酸 1 mL を加えて溶かすとき、液は強い紫色の蛍光を発する。

(3) 本品 0.02 g に無水エタノール 10 mL を加え、穏やかに加温して溶かし、冷後、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 302 ~ 307 nm に吸収の極大を、波長 262 ~ 266 nm に吸収の極小を示す。

融点 123 ~ 126 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 遊離アルカリ 本品 1.0 g をとり、熱エタノール 20 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は無色である。

(3) ハロゲン化合物 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色又は青色を呈しない。

(4) 類縁物質 本品 0.100 g を正確に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にカルベトキシメチルフラボンオキシアセテート 1.00 mg を正確に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 20 mL とし、標準溶液(1)とする。別に、7 ヒドロキシフラボン 1.00 g を正確に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液(2)とする。更にフラボン 7 オキシアセテート 3.00 g を正確に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液(3)とする。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液

(3)につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル/シクロヘキサン混液(3:1:1)を展開溶媒とし、約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、標準溶液(1)から得たスポットに対応する位置に生じる試料溶液のスポットは、標準溶液(1)のスポットの紫色より濃くない。また、紫外線(主波長約 365 nm)を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液(2)から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもその黄緑色より濃くなく、更に標準溶液(3)から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもその紫色より濃くない。

乾燥残量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水/イソプロパノール混液(1:1) 50 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加える。3 分間放置した後、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する(指示薬:フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

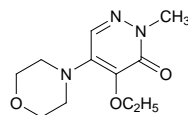
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 32.433 mg $C_{19}H_{16}O_5$

貯法 容器 気密容器。

108515

エモルファゾン

Emorfazone


 $C_{11}H_{17}N_3O_3 : 239.27$

本品を乾燥したものは定量するとき、エモルファゾン ($C_{11}H_{17}N_3O_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水、メタノール、エタノール又は無水酢酸に溶けやすく、エーテルにやや溶けにくい。

本品は光によって徐々に変化する。

本品の水溶液(1 20)の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を 1 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし、ライネツケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1 10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm 及び 310 ~ 314 nm に吸収の極大を示し、288 ~ 292 nm に肩を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1617 cm^{-1} 、1598 cm^{-1}

及び 1119 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (312 nm): 282 ~ 294 (乾燥後, 0.01 g, 水, 1000 mL)。

融点 89 ~ 92 $^{\circ}\text{C}$ (乾燥後)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には、0.01 mol/L 塩酸 0.5 mL を加える (0.018 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.5 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のエモルファゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液のエモルファゾンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：313 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水/メタノール混液 (11 : 10)

流量：エモルファゾンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.016 g 及び 2,4 ジニトロフェニルヒドラジン 0.015 g を移動相 50 mL に溶かす。この液 20 μL につき上記の条件で操作するとき、エモルファゾン、2,4 ジニトロフェニルヒドラジンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たエモルファゾンのピーク高さが 2 ~ 6 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からエモルファゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.927 mg $\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102091

エラスターゼ ES

Elastase ES

本品はブタのすい臓から製したもので、エラスチンを分解し、カゼイン、フィブリン及び変性コラーゲンなども分解する。通例、デキストランを加えたものである。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、1 mg 中 75 ~ 105 エラスターゼ単位を含む。

性状 本品は灰色～淡褐色の粉末で、特異なおいがある。

確認試験

(1) 本品 1.0 g を 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 25 mL に溶かし、硫酸銅溶液 (1 : 100) を少量ずつ加えるとき、液は、初め赤紫色を呈し、次いで紫色を経て青紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g を pH 8.8 の希バリッチュ緩衝液 100 mL に溶かし、エラスチン 0.1 g を加えて 45 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間振り混ぜるとき、エラスチンはほとんど溶ける。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g を磁製るつばにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 $^{\circ}\text{C}$ で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、薄めたギ酸 (1 : 25) を加えて pH 3.0 に調整し、必要ならば過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は硝酸 2 mL、硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 窒素含量 本品約 0.03 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N : 14.007) の量は、換算した乾燥物に対し 7.5 ~ 9.7 % である。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

強熱残分 1.0 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.04 g を精密に量り、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液 80 mL を加え、氷冷しながら振り混ぜて溶かし、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ウシ血清アルブミン試液 5 mL を正確に加え、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。

エラスターゼ基質液 2 mL ずつを正確に量り、3 個の 10 mL のメスフラスコに入れ、2 個は試料溶液用、1 個はウシ血清アルブミン加 pH 8.5 のトリス緩衝液用とし、 25 ± 0.1 $^{\circ}\text{C}$ の恒温槽に 5 分間浸す。別に試料溶液及びウシ血清アルブミン加 pH 8.5 のトリス緩衝液を 25 ± 0.1 $^{\circ}\text{C}$ に 5 分間浸し、その 0.5 mL ずつを正確に量り、それぞれを先のメスフラスコに加え、 25 ± 0.1 $^{\circ}\text{C}$ で正確に 10 分間放置した

後、氷酢酸 0.5 mL ずつを正確に加え、激しく振り混ぜ、次いで水を加えて正確に 10 mL とし、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により、波長 410 nm におけるそれぞれの吸光度 A_T 及び A_0 を測定し、 A_T の平均値 \bar{A}_T を求める。

別に p ニトロアニリン標準品約 0.06 g を精密に量り、メタノール 70 mL に溶かし、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 50 mL とする。更に、この液 5 mL を正確に量り、氷酢酸 2.5 mL を正確に加え、水を加えて正確に 50 mL とし、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により、波長 410 nm における吸光度 A_0 を測定する。

1 エラスターゼ STANA 単位は、上記の測定条件下で 1 分間に $1 \mu\text{mol}$ の p ニトロアニリンを生成するときの酵素活性に相当し、次式により、エラスチン法によるエラスターゼ単位を計算する。

本品の乾燥物 1 mg 当りのエラスターゼ単位

$$= \frac{p \text{ ニトロアニリン標準品の量 (mg)}}{\text{乾燥物に換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{\bar{A}_T - A_0}{A_0} \times 7.240 \times 7.03$$

7.03 : STANA 単位よりエラスチン法のエラスターゼ単位への換算係数

貯法 容器 気密容器。

001097

塩化アンモニウム

Ammonium Chloride

NH_4Cl : 53.49

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化アンモニウム (NH_4Cl) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末又は塊で、においはなく、味は塩辛く冷感がある。

本品は水又はグリセリンに溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品はやや吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 : 10) はアンモニウム塩及び塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 4.6 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 3.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.1 mL を加える (0.015 % 以下)。

(3) 重金属 本品 4.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (5 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、薄めた塩酸 (2 : 3) 3 mL を加えて 1 分間煮沸する。冷後、水を加えて 25 mL とし、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 鉄標準液 2.0 mL に薄めた塩酸 (2 : 3) 3 mL

及び水を加えて 25 mL とし、同様に操作する。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、強く振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬 : クロム酸カリウム試液 1 mL)。

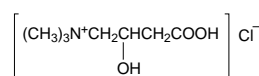
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.349 mg NH_4Cl

貯法 容器 気密容器。

003620

塩化カルニチン

Carnitine Hydrochloride



$\text{C}_7\text{H}_{16}\text{ClNO}_3$: 197.66

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化カルニチン ($\text{C}_7\text{H}_{16}\text{ClNO}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、氷酢酸に溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は潮解性である。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 2.3 ~ 2.6 である。

本品は旋光性がない。

融点 : 約 198 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 3 mL にライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1733 cm^{-1} , 1486 cm^{-1} , 1407 cm^{-1} , 1177 cm^{-1} 及び 1095 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.30 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 3.0 mL を用いる (0.01 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 1.0 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 15 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び

標準溶液 1 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカルニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のカルニチンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：リン酸 4.9 g 及び 1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 2.45 g を水 1000 mL に溶かす。この液に水酸化ナトリウム試液を加えて pH 2.6 に調整した後、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。

流量：カルニチンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.50 g 及び L 塩酸ヒスチジン 5 mg を移動相 25 mL に溶かす。この液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、カルニチン、ヒスチジンの順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 1 μL から得たカルニチンのピーク高さが 6 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルニチンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 5 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 20 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 140 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

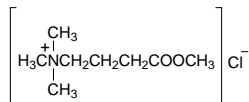
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.766 mg $\text{C}_7\text{H}_{16}\text{ClNO}_3$

貯法 容器 気密容器。

101262

塩化カルプロニウム

Carpronium Chloride



$\text{C}_8\text{H}_{18}\text{ClNO}_2$: 195.69

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化カルプロニウム（ $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{ClNO}_2$ ）97.5 % 以上、及び塩素（Cl : 35.45）17.8 ~ 18.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けやすい。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 : 10）5 mL に水酸化ナトリウム

2 g を加えて加温するとき、トリメチルアミン様のおいをおこし、そのガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

（2）本品の水溶液（1 : 100）1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液（1 : 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、希塩酸 2 mL 及び希塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

（3）本品の水溶液（1 : 10）は塩化物の定性反応（2）を呈する。

pH 本品の水溶液（1 : 10）の pH は 2.7 ~ 4.7 である。

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

（2）硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）。

（3）重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（4）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う（2 ppm 以下）。

（5）トリメチルアミン 本品 0.10 g に炭酸水素ナトリウム飽和水溶液 10 mL を加え、水浴上で 1 分間加温するとき、トリメチルアミンのおいをおこさない。

乾燥減量 3.0 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法

（1）塩化カルプロニウム 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 10 mL を加えて溶かした後、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 1 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.569 mg $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{ClNO}_2$

（2）塩素 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和した後、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する（指示薬：クロム酸カリウム試液 3 滴）。

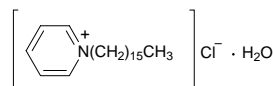
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 3.5453 mg Cl

貯法 容器 気密容器。

005602

塩化セチルピリジニウム

Cetylpyridinium Chloride



$\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 358.00

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩化セチルピリジニウム（ $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN}$: 339.99）99.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、ア

セトンにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.25 g を試験管にとり、融解して褐色を呈するまで加熱するとき、ピリジン臭を発する。
- (2) 本品 0.02 g に水 10 mL を加えて溶かし、フェリシアン化カリウム試液 3 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 2 mg に水 1 mL を加えて溶かし、チオシアン酸カリウム試液 1 mL を加えるとき、白色のゼラチン状の沈殿を生じる。
- (4) 本品の水溶液(1 25000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。
- (5) 本品の水溶液(1 10)は塩化物の定性反応を呈する。

融点 80 ~ 84 °C

純度試験

- (1) 酸 本品 0.50 g に水 50 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき、液の色は赤色である。
- (2) ピリジン 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム溶液(1 10) 10 mL を加えて溶かすとき、直ちにピリジン臭を発しない。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

水分 4.5 ~ 5.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、水 75 mL を加えて溶かし、クロロホルム 10 mL, プロムフェノールブルー試液 0.4 mL 及び新たに製した炭酸水素ナトリウム溶液(1 250) 5 mL を加えた後、振り混ぜながら 0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液でクロロホルム層の青色が消えるまで滴定する。なお、終点前の数滴は注意して滴加し、1 滴ごとに強く振り混ぜる。

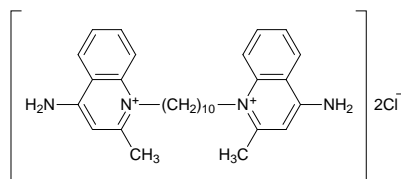
0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 1 mL
= 6.800 mg C₂₁H₃₈ClN

貯法 容器 気密容器。

003621

塩化デカリニウム

Dequalinium Chloride



C₃₀H₄₀Cl₂N₄ : 527.57

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化デカリニウム(C₃₀H₄₀Cl₂N₄) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で、においはな

く、味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水酢酸又は無水酢酸にほとんど溶けない。

融点 : 310 ~ 318 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に水 20 mL を加え、激しくかき混ぜた後、ろ過し、ろ液 3 mL に希硝酸 0.3 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液(1 125000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 240 nm 及び 325 ~ 327 nm に吸収の極大を、波長 335 ~ 340 nm に吸収の肩を示す。
- (3) 本品 1 g に水 30 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

- (1) 酸及びアルカリ 本品 0.30 g に新たに煮沸し冷却した水 300 mL を加え、10 分間振り混ぜて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 100 mL にプロムクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液 100 mL にプロムクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.20 mL を加えるとき、液の色は黄色である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (4) 4 アミノキナルジン 本品 1.0 g をとり、水 45 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜた後、希硝酸 5 mL を正確に加えて、10 分間振り混ぜ、ろ過する。ろ液 20 mL を正確に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、エーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、水 10 mL で洗った後、1 mol/L 塩酸試液 20 mL ずつで 2 回、5 mL で 1 回抽出する。塩酸抽出液を合わせ、1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、1 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 318 nm 及び 326 nm における吸光度 A₁ 及び A₂ を測定し、4 アミノキナルジンの量を次の式により求めるとき、その量は 1.0 % 以下である。ただし、A₁/A₂ は 1 以上である。

$$4 \text{ アミノキナルジンの量} (\%) \\ = (0.396 A_1 - 0.315 A_2) \times 1.25$$

乾燥減量 5.0 % 以下(1 g, 減圧, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液(7 : 3) 100 mL を加え、還流冷却器を付けて、穏やかに加熱して溶かす。冷後、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニン試液 0.2 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

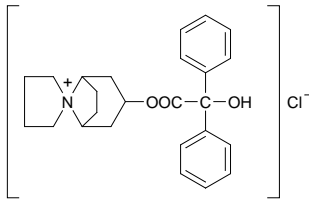
0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 5.276 mg C₃₀H₄₀Cl₂N₄

貯法 容器 気密容器。

107483

塩化トロスピウム

Trospium Chloride

 $C_{25}H_{30}ClNO_3$: 427.96

本品を乾燥したものは定量するとき、塩化トロスピウム ($C_{25}H_{30}ClNO_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、エーテル、アセトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に濃硫酸 0.2 mL を加えるとき、液はだいたい色を呈し、徐々に退色し、淡紅色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 10000) 5 mL をとり、ピクリン酸試液 1 滴及び 5 % アンモニア溶液 0.5 mL を加え、直ちにクロロホルム 5 mL を加え、激しく振り混ぜて静置するとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

(3) 本品約 1 g に水 3 mL を加えて溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム液 5 mL を加えて、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、希塩酸を滴加して pH を約 1 とし、生じた沈殿をろ取し、0.5 mol/L 塩酸 5 mL ずつで 2 回、更に水 5 mL ずつで 2 回洗う。これを 60 °C で 3 時間、減圧乾燥するとき、その融点は 148 ~ 152 °C である。

(4) 本品の水溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 253 nm 及び 257 ~ 259 nm に吸収の極大を、また波長 247 ~ 250 nm 及び 254 ~ 256 nm に吸収の極小を示す。

(5) 本品の水溶液 (1 : 10) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (258 nm): 10.25 ~ 10.90 (乾燥後, 0.1 g, 水, 200 mL, 10 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.5 g に中和エタノール 20 mL, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20

ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩化トロスピウム標準品を乾燥し、それぞれ約 0.1 g を精密に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩化トロスピウム ($C_{25}H_{30}ClNO_3$) の量 (mg)

$$= \text{標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。

103935

塩化マグネシウム

Magnesium Chloride

 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$: 203.30

本品は定量するとき、塩化マグネシウム ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は塊で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすい。

本品は潮解性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 : 20) はマグネシウム塩及び塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g をとり、水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 5.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.005 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 4.0 g に水を加えて溶かし、25 mL とし、薄めた塩酸 (2 : 3) 3 mL, 過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 鉄標準液 2.0 mL をとり、水を加えて 25 mL とし、同様に操作する。

(5) バリウム 本品 3.0 g に水を加えて溶かし、30 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL に希硫酸 2 mL を加え、2 時間放置するとき、液は変化しない。

(6) カルシウム 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とし、試料溶液とする。別に本品 1.0 g をとり、カルシウム標準液 1.0 mL, 希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液の吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は $A_S - A_T$ より小さい。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン又は水素

支燃性ガス 空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

(7) ヒ素 本品 0.67 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (3 ppm 以下)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、水 25 mL を加えて溶かし、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 10.165 mg MgCl₂ · 6H₂O

貯法 容器 気密容器。

003625

塩化リゾチム

Lysozyme Hydrochloride

塩化リゾチム

本品はニワトリの卵白から得られる塩基性ポリペプチドで、ムコ多糖分解作用を有する。

本品を定量するとき、換算した乾燥物に対し、その 1 mg 中リゾチム 0.8 mg (力価) 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性、若しくは無晶性の粉末で、においはなく、味は甘い。

本品は水又は生理食塩液に溶け、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (3 200) の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に pH 5.4 の酢酸塩緩衝液 100 mL を加えて溶かし、その 5 mL にニンヒドリン試液* 1 mL を加え、10 分間加熱するとき液は青紫色を呈する。

(2) 本品を pH 5.4 の酢酸塩緩衝液に溶かした液 (1 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品の水溶液 (3 200) 5 mL に必要な希塩酸を加えて pH 3 に調整するとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 窒素 本品につき、窒素定量法によって試験を行うとき、窒素 (N : 14.007) の量は換算した乾燥物に対し 16.5 ~ 19.0 % である。

乾燥減量 8.0 % 以下 (0.1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 2.0 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びリゾチム標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) のそれぞれ約 50 mg

(力価) に対応する量を精密に量り、それぞれに pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL ずつを正確に量り、pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、この液 2 mL ずつを正確に量り、pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。塩化リゾチム用基質液 3 mL ずつを正確に量り、3 本の試験管に入れ、35 °C で 3 分間加温する。別に標準溶液、試料溶液及び pH 6.2 のリン酸塩緩衝液を 35 °C で 3 分間加温し、その 3 mL ずつを正確に量り、それぞれを先の試験管に加え、35 °C で 10 ± 0.1 分間放置した後、これらの液につき、直ちに水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 640 nm におけるそれぞれの吸光度 A_S、A_T 及び A_O を測定する。試験を 3 回繰り返す、その平均値について次の式により計算する。

本品の乾燥物に換算した 1 mg 中のリゾチム量

[mg (力価)]

$$= \frac{\text{乾燥物に換算したリゾチム標準品の量 [mg (力価)]}{\text{乾燥物に換算した試料の採取量 (mg)}}$$

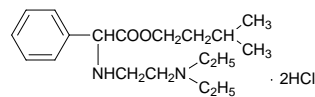
$$\times \frac{A_0 - A_T}{A_0 - A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

109066

塩酸アカミロフェニン

Acamyllophenine Hydrochloride



C₁₉H₃₂N₂O₂ · 2HCl : 393.39

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸アカミロフェニン (C₁₉H₃₂N₂O₂ · 2HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 0.1 mL を加え、エーテル 10 mL を加えて振り混ぜる。エーテル層を分取し、水 10 mL で洗った後、水浴上で蒸発乾固し、残留物にフェノール 5 mg を加え、これに硫酸 3 滴を加えるとき、濃青色を呈する。これに注意して水 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈し、これに水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えるとき、液は青色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1 100) 1 mL に塩化白金酸試液 1 滴を加えるとき、淡黄褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 1.6 ~ 2.3 である。

融点 168 ~ 172 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/水/氷酢酸混液 (20 : 5 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 100 $^{\circ}$ C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

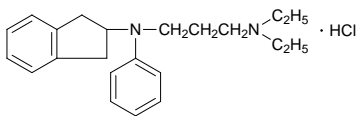
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 19.670 \text{ mg } C_{19}H_{32}N_2O_2 \cdot 2HCl$$

貯法 容器 気密容器。

108991

塩酸アプリンジン

Aprindine Hydrochloride



$C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$: 358.95

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸アプリンジン ($C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は氷酢酸に極めて溶けやすく、無水エタノールに溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 500) 5 mL に希塩酸 0.2 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。
- (2) 本品の塩酸・エタノール試液*溶液 (1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 267 nm 及び 271 ~ 274 nm に吸収の極大を示し、波長 268 ~ 271 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1599 cm^{-1} , 1506 cm^{-1} , 1356 cm^{-1} , 1185 cm^{-1} 及び 687 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL に希硝酸 1 mL を加えた液は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 6.4 ~ 7.0 である。

融点 127 ~ 131 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

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

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/氷酢酸混液 (49 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 35.895 \text{ mg } C_{22}H_{30}N_2 \cdot HCl$$

貯法

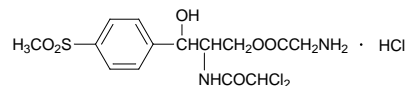
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

107251

塩酸アミノ酢酸チアンフェニコール

Thiamphenicol Glycinate Hydrochloride



$C_{14}H_{16}Cl_2N_2O_6S \cdot HCl$: 449.73

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸アミノ酢酸チアンフェニコール ($C_{14}H_{16}Cl_2N_2O_6S \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロ

口ホルムにほとんど溶けない。

融点：約 185 ℃（分解）。

確認試験

(1) 本品の水溶液（3 500）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。
 (2) 本品の水溶液（1 1000）10 mL に 1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、沸騰水浴上で 30 分間加熱する。冷後、リン酸二水素カリウム溶液（1 5）3 mL を加え、pH を約 7 とする。これにジクロルエタン 5 mL 及び過ヨウ素酸ナトリウム溶液（1 200）3 mL を加え、10 分間振り混ぜ、この液を遠心分離した後、ジクロルエタン層を減圧で蒸発乾固し、残留物にエタノール 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL にフクシン亜硫酸試液 1 mL を加えるとき、直ちに赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液（1 100）に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び酢酸エチル 50 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、上層を分取する。下層に酢酸エチル 30 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜる。静置して二層に分離した後、上層を分取し、先の上層に合わせる。これに希水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて 1 分間振り混ぜ、静置して二層に分離した後、下層をすてる。この操作を更に一回繰り返し、酢酸エチル層を合わせ、減圧下で 10 mL になるまで濃縮し、検液とする。検液につき、炎色反応（2）を行うとき、緑色を呈する。

(4) 本品 0.2 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えて混ぜ、磁製のつばに入れ、初め弱く加熱し、徐々に強熱して融解する。冷後、水 10 mL を加えて溶かす。必要ならば過する。得られた液は、硫酸塩の定性反応を呈する。

(5) 本品の水溶液（1 5000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 267 nm 及び 272 ~ 274 nm に吸収の極大を示す。

(6) 本品の水溶液（1 10）は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度〔α_D²⁰〕：+10.6 ~ +12.6°（乾燥物に換算したものの、1 g、水、20 mL、100 mm）。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(4) 遊離チアンフェニコール 本品 0.5 g に水を加えて溶かし、100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 5 mL を強酸性陽イオン交換樹脂（水素型）カラム（10 × 60 mm）に吸着させ、水で溶出し、流出液 25 mL を正確に集める。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 266 nm における吸光度 A を測定するとき、遊離チアンフェニコールの量は 2.0 % 以下である。

チアンフェニコール（C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S：356.22）の量（mg）

$$= \frac{A}{27.3} \times 5000$$

乾燥減量 2.0 % 以下（1 g、105 ℃、2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.9 g を精密に量り、非水滴定用酢酸第二水銀試液 10 mL を加え、振り混ぜて溶かしたのち、非水滴定用氷酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

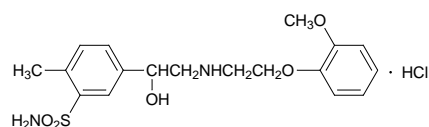
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.97 mg C₁₄H₁₈Cl₂N₂O₅S · HCl

貯法 容器 気密容器。

109414

塩酸アモスラロール

Amosulalol Hydrochloride



C₁₈H₂₄N₂O₅S · HCl：416.92

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸アモスラロール（C₁₈H₂₄N₂O₅S · HCl）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、水又は無水エタノールにやや溶けにくく、氷酢酸に溶けにくく、アセトニトリル又は無水酢酸に極めて溶けにくく、無水エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品のメタノール溶液（1 100）は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液（1 20000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm に吸収の極大を示し、波長 275 ~ 281 nm に吸収の肩を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm⁻¹、3160 cm⁻¹、1329 cm⁻¹、1257 cm⁻¹、1166 cm⁻¹ 及び 750 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液（1 100）は塩化物の定性反応を呈する。

融点 158 ~ 162 ℃

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をるつばにとり、硫酸 1.5 mL を加え、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 ℃ で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は硫酸 1.5 mL 及び硝酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアモスラロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のアモスラロールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：272 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 5.7 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (67 : 33)

流量：アモスラロールの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び塩酸 5 [1 ヒドロキシ 2 [[2 (O ヒドロキシフェノキシ)エチル]アミノ]エチル]2 メチルベンゼンスルホンアミド 0.01 g ずつを移動相 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、5 [1 ヒドロキシ 2 [[2 (O ヒドロキシフェノキシ)エチル]アミノ]エチル]2 メチルベンゼンスルホンアミド、アモスラロールの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たアモスラロールのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアモスラロールの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 4.0 % 以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、氷酢酸/無水酢酸混液 (3 : 2) 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で 5 分以内に滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

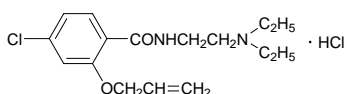
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.69 mg $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

100390

塩酸アロクラミド

Alloclamide Hydrochloride



$C_{18}H_{23}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 347.28

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸アロクラミド

($C_{18}H_{23}ClN_2O_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又は氷酢酸に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、エーテル又は石油エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は約 5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に臭素試液 3 滴を加えるとき、淡黄色の沈殿を生じ、振り混ぜるとき、沈殿は溶け、試液の黄褐色は直ちに消える。

(3) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 248 nm 及び 290 ~ 295 nm に吸収の極大を、また、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に、水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

乾燥減量 0.50 % 以下 (1 g、105 $^{\circ}$ C、3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 15 mL を加えて溶かし、無水酢酸 35 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

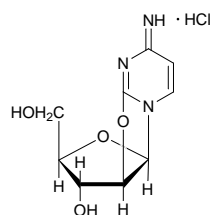
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.728 mg $C_{18}H_{24}N_2O_5S \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

109067

塩酸アンシタピン

Ancitabine Hydrochloride



$C_9H_{11}N_5O_4 \cdot HCl$: 261.67

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸アンシタピン ($C_9H_{11}N_5O_4 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、

味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に水 2 mL を加えて溶かし、臭素試液 1 滴を加え、10 分間放置した後、空気を吹き込んで過剰の臭素を除き、0.05 % アスコルビン酸溶液 1 mL 及びニンヒドリン試液* 1 mL を加えて振り混ぜ、水浴中で 30 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水 1 mL を加えて溶かし、この液にオルシン試液 2 mL を加えて水浴中で 30 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき波長 230 ~ 233 nm 及び 262 ~ 265 nm に吸収の極大を、また、波長 242 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 100) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g をとり、水を加えて溶かし、50 mL とした液の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

融点 252 ~ 258 °C (分解)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -20.0 ~ -23.0° (乾燥後 1 g, 水 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

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

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 無機リン酸 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かし、この液に 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 0.5 mL 及びモリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、検液の色は比較液の色より濃くない。比較液には、リン酸標準液 4 mL を加える (0.1 % 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.050 g に水 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用セルロース (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/イソブタノール/第三ブタノール混液 (242 : 215 : 43) 及び *n* ブタノール/5 mol/L 酢酸混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、それぞれの展開溶媒において単一のスポットを認める。

(6) リボース及びアラビノース 本品 0.050 g を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μ L をろ紙上にスポットする。*n* ブタノール/水混液 (43 : 7) を展開溶媒として約 30 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、シチジン及びシトシニアラビノシドの混在を試験した後、オルシン試液を噴霧し、約 80 °C で 10 分間加熱するとき、いかなるスポットも認めな

い。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸アンシタピン標準品約 0.1 g を精密に量り、同様に操作して標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 263 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸アンシタピン ($C_9H_{11}N_3O_4 \cdot HCl$) の量 (mg)

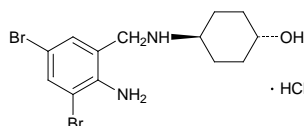
$$= \text{塩酸アンシタピン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

108508

塩酸アンブロキソール

Ambroxol Hydrochloride



$C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$: 414.56

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸アンブロキソール ($C_{13}H_{18}Br_2N_2O \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、わずかに特異な味がある。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又は無水エタノールにやや溶けにくく、氷酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 235 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 100) 5 mL に *p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 40000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm 及び 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1632 cm^{-1} , 1459 cm^{-1} , 1285 cm^{-1} , 1065 cm^{-1} 及び 868 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 100) は塩化物の定性反応を呈する。

(5) 本品の水溶液 (1 100) 10 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、エーテル 20 mL ずつで 3 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、エーテルを留去する。残留物を白金るつぽに移し、無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよく混ぜた後、加熱し灰化する。

冷後、熱湯 5 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱した後、ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて中和した液は臭化物の定性反応を呈する。

pH 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。またこの液につき層長 1 cm のセルを用い、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm 及び 450 nm における透過率を測定するとき、それぞれ 80 % 以上及び 90 % 以上である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (3 : 20) を用いる (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に、ヘキサン/無水エタノール/強アンモニア水混液 (70 : 30 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。展開溶媒はまず無水エタノールと強アンモニア水を混合し、次にこれにヘキサンを加えて振り混ぜて均一な溶液とする。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 40 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、ジオキサン 40 mL 及び硝酸ピスマス試液 2.5 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.46 mg $C_{16}H_{19}N_3S \cdot HCl$

貯法

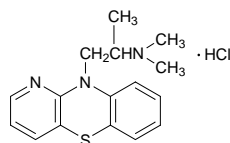
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

103140

塩酸イソチペンジル

Isothipendyl Hydrochloride



$C_{16}H_{19}N_3S \cdot HCl$: 321.87

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸イソチペンジル ($C_{16}H_{19}N_3S \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点 : 210 ~ 214 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 10000) 1 mL に過硫酸アンモニウム溶液 (1 : 1000) 1 mL を加えるとき、液は淡紅色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水 2 mL を加えて溶かし、炭酸カリウム 2 g を加えた後、エーテル 10 mL ずつで 2 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、蒸発乾固する。残留物にメタノール 2 mL を加え、加温して溶かし、これをあらかじめ 50 $^{\circ}$ C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL に加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 30 分間放置する。結晶をろ取り、メタノールで洗い、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、その融点は 163 ~ 167 $^{\circ}$ C である。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸溶液 (1 : 150000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する。ろ液 5 mL をとり、希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明でその色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 0.01 mol/L ヨウ素液 5.0 mL に水を加えて 250 mL とする。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、

次の条件で液体クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液から得た主ピーク以外のピーク面積は、標準溶液から得たピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 mm，長さ 30 cm のステンレス管に充てん剤としてシアノプロピルシリル化した 10 μm のシリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：メタノール/pH 3.0 のリン酸二アンモニウム緩衝液混液（4：1）

流量：塩酸イソチベンジルの保持時間が約 5 分となるように調整する。

カラムの選定：安息香酸 0.02 g 及びフェノール 0.02 g を量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 μL につき、次の条件で操作し、分離度を求め、2.0 以上のものを用いる。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

移動相：メタノール/水混液（7：3）

流量：毎分 1 mL

乾燥減量 0.30 % 以下（1 g，110 ℃，4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：メチルレッド試液 5 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.187 mg C₁₆H₁₉N₃S · HCl

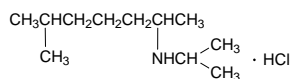
貯法 容器 密閉容器。

111563

塩酸イプロヘプチン

Iproheptine Hydrochloride

塩酸イソプロピルアミノメチルヘプタン



C₁₁H₂₅N · HCl : 207.78

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸イプロヘプチン（C₁₁H₂₅N · HCl）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

（1）本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、ニトロプルシドナトリウム試液 0.5 mL 及びアセトアルデヒド 2 mL を加えるとき、液は紫色～青紫

色を呈する。

（2）本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 2 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.5 mL を加え、エーテル 10 mL を加えて振り混ぜる。エーテル層を分取し、水 10 mL で洗った後、水浴上で蒸発乾固し、残留物にフェノール 1 mg を加え、硫酸 3 滴を滴加するとき、濃緑色を呈する。これに注意して水 1 mL を加えるとき、液は紅色を呈する。

（3）本品の水溶液（1 : 50）は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

融点 160 ~ 164 ℃

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

（2）酸 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 2 滴を加え、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定するとき、その消費量は 0.20 mL 以下である。

（3）重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

（4）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（5）類縁物質 本品 0.40 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/ジクロロメタン/氷酢酸混液（50：50：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g，減圧，五酸化リン，105 ℃，2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液（7：3）50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

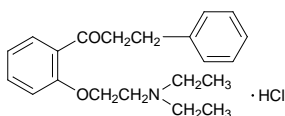
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.778 mg C₁₁H₂₅N · HCl

貯法 容器 気密容器。

003631

塩酸エタフェノン

Etafenone Hydrochloride

 $C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$: 361.91

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸エタフェノン ($C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味は苦く、舌を麻ひする。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、エーテルにはほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 50) 5 mL にヨウ素試液を 2 ~ 3 滴加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液 (1 50) 5 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加え、しばらく放置するとき黄色の沈殿を生じる。
- (3) 本品の水溶液 (1 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 251 nm 及び、波長 301 ~ 303 nm に吸収の極大を示す。
- (4) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 129 ~ 131 °C

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (5 : 4 : 1) の上層部を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、認めないか、又は認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

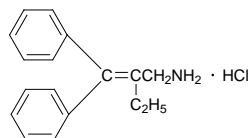
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL 及び非水滴定用酢酸第二水銀試液 10 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 ~ 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.191 mg $C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$
貯法 容器 密閉容器。

102285

塩酸エチフェルミン

Etifelmine Hydrochloride

 $C_{17}H_{19}N \cdot HCl$: 273.80

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸エチフェルミン ($C_{17}H_{19}N \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。本品はメタノール又はエタノールにやや溶けやすく、水、氷酢酸又はクロロホルムに溶けにくく、アセトン、ジオキサン又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 500) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、加熱するとき、黄色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 500) 5 mL をとり、臭素試液 3 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (3) 本品の水溶液 (1 500) 5 mL をとり、硝酸銀試液 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

融点 229 ~ 232 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 100 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ過 3.5 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.048 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 類縁化合物 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 4 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/ギ酸混液 (20 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 2 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.380 mg $C_{17}H_{19}N \cdot HCl$

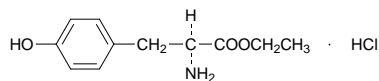
貯法 容器 密閉容器。

531004

塩酸 L エチルチロシン

L Ethyltyrosine Hydrochloride

L チロシンエチルエステル塩酸塩

 $C_{11}H_{15}NO_3 \cdot HCl$: 245.70

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸 L エチルチロシン ($C_{11}H_{15}NO_3 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けやすい。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3340 cm^{-1} 、 1738 cm^{-1} 、 1614 cm^{-1} 及び 1516 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +27.0 ~ +29.0 (乾燥後, 5.0 g, エタノール (95), 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) L チロジン 本品 0.50 g をとり、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に L チロジン標準品 0.10 g をとり、0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の L チロジンのピーク面積は、標準溶液の L チロジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: pH 3.2 の 0.2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (17 : 3)

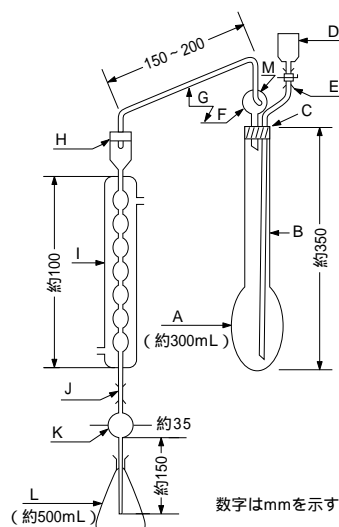
流量: L チロジンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定: L チロジン 0.10 g をとり、0.2 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 mL とした液 2 mL 及び塩酸 L エチルチロシン溶液 (1 : 200) 2 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、L チロジン、L エチルチロシンの順に溶出し、その分離度が 25 以上のものを用いる。検出感度: 標準溶液 20 μL から得た L チロジンのピーク高さが 60 ~ 80 mm になるように調整する。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 3 時間)。
強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(i) 装置 図に示すものを用いる。



- 数字はmmを示す
- A: ケルダールフラスコ
 - B: 水酸化ナトリウム溶液注入管
 - C: ゴム柱
 - D: 水酸化ナトリウム溶液注入口
 - E: ゴム管 (B と D とを連結し、途中でピンチコックをつける)
 - F: しぶき止め
 - G: 留出管
 - H: ゴム管
 - I: 冷却管
 - J: ゴム管
 - K: 逆流止め
 - L: 受器 (約 500 mL)
 - M: 小孔

(ii) 操作法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、ケルダールフラスコ (A) に入れ、硫酸カリウム 5 g, 硫酸銅 (II) 五水和物 0.5 g, 硫酸 20 mL 及び二酸化セレン 0.2 g を加え、フラスコを約 45° に傾け、泡立ちがほとんどやむまで静かに加熱し、更に加熱を強めて沸騰させ、5 時間分解する。冷後、水 150 mL を徐々に加えた後再び冷却し、沸騰石数粒を加え、装置を組み立てる。一方受器 (L) に 0.05 mol/L 硫酸を正確に 25 mL 及び水約 50 mL を入れ、逆流止め (K) の下端をこの液中に浸す。次いで注入口 (D) から水酸化ナトリウム溶液 (30 %) 70 ~ 80 mL を徐々に加えて分解フラスコ (A) の内容をアルカリ性とし、ゴム管 (E) のピンチコックを閉じ、分解フラスコを軽く揺動して内容を混合した後、加熱し内容物が突沸を始めるまで蒸留する。ゴム柱 (H) を冷却器からはなし、逆流止め (K) の下端を受器 (L) の液面からはなし、少量の水で冷却管内を洗い、受器 (L) の液中の過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: メチルレッド試液*)

約 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は、液の淡赤色が淡黄赤色を経て淡黄色に変わるときとする。別に同様の方法で空試験を行い、補正する。

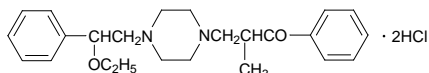
0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 24.570 mg $C_{11}H_{15}NO_3 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

102179

塩酸エブラジノン

Eprazinone Hydrochloride



$C_{24}H_{32}N_2O_2 \cdot 2HCl$: 453.44

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸エブラジノン ($C_{24}H_{32}N_2O_2 \cdot 2HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦く、舌をわずかに麻ひする。

本品は熱湯にやや溶けやすく、水又は氷酢酸にやや溶けにくく、メタノール、無水酢酸又はエタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 197 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 100) 2 mL にライネック塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 248 ~ 252 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.034 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。
- (5) 硫酸呈色物 本品 0.10 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 B より濃くない。
- (6) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/n ブタノール/氷酢酸混液 (5 : 4 : 1) の上層液を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 10 分間乾燥する。冷後、これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、

試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 100 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 1 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

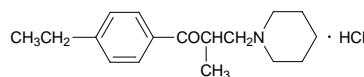
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.672 mg $C_{24}H_{32}N_2O_2 \cdot 2HCl$

貯法 容器 気密容器。

108453

塩酸エペリゾン

Eperisone Hydrochloride



$C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$: 295.85

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は氷酢酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 : 100) は旋光性がない。

融点：約 167 °C (分解, ただし乾燥後)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、紅白色の沈殿を生じる。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} , 1675 cm^{-1} , 1607 cm^{-1} , 1232 cm^{-1} , 及び 850 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 50) は、塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 塩酸ピペリジン 本品 1.0 g をとり、水 20 mL を加えて溶かし、薄めた塩酸 (1 : 2) 2.0 mL, 硫酸銅溶液 (1 : 20) 2.0 mL 及び強アンモニア水 1.5 mL を加え、試

料溶液とする。別に塩酸ピペリジン溶液(1 1000) 2.0 mL をとり、水 18 mL を加え、薄めた塩酸(1 2) 2.0 mL、硫酸銅溶液(1 20) 2.0 mL 及び強アンモニア水 1.5 mL を加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液にイソプロピルエーテル/二硫化炭素混液(3:1) 10 mL ずつを加え、30 秒間振り混ぜて 2 分間放置した後、両管の上層の色を比較するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない(0.2% 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液(19:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20% 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 0.20% 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、氷酢酸 20 mL に溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

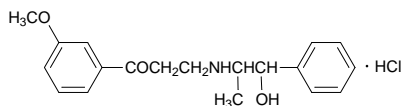
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.585 mg $C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

104942

塩酸オキシフェドリン

Oxyfedrine Hydrochloride



$C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl$: 349.85

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸オキシフェドリン($C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール又は氷酢酸に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテル、クロロホルム又は無水酢酸にほとんど溶けない。

融点: 約 189 $^{\circ}C$ (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1 50) 1 mL にエタノール 1 mL, *m* ジニトロベンゼンのエタノール溶液(1 50) 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液(1 7) 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(1 100) 2 mL に硫酸銅試液 0.1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。この液にエーテル 2 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、エーテル層は紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1 50) は塩化物の定性反応(2)を呈する。

旋光度 [α]_D: -14.0 ~ -18.0 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.5 g, メタノール, 20 mL, 200 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にメタノール 25 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g にメタノール 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする(0.017% 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う(5 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液(95:4:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム溶液(1 200)を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポットは、黄色を呈し、これと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 0.5% 以下(1 g, 105 $^{\circ}C$, 2 時間)。

強熱残分 0.5% 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 20 mL を加え、加温して溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

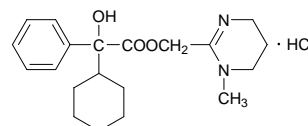
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.985 mg $C_{19}H_{23}NO_3 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003634

塩酸オキシフェンサイクリミン

Oxyphencyclimine Hydrochloride



$C_{20}H_{26}N_2O_3 \cdot HCl$: 380.91

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸オキシフェンサイクリミン($C_{20}H_{26}N_2O_3 \cdot HCl$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は、メタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく

く、氷酢酸又はエタノールに溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、アセトン、エーテル又はイソオクタンにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 100)の pH は 5.0 ~ 6.5 である。
融点: 約 234 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g にクエン酸の無水酢酸溶液(1 100) 2 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤色~赤紫色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、テトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1 mL 及びアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液 1 mL を加え、水浴上で 1 ~ 2 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。
- (3) 本品の水溶液(1 100)は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(30 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。この液 25 mL を正確に量り、水 10 mL、硫酸セリウム試液 2 mL 及び正確にイソオクタン 20 mL を加えて 15 分間振り混ぜる。イソオクタン層をガラス繊維を用いてろ過し、ろ液につき、試料溶液 25 mL に水 10 mL 及び薄めた硫酸(3 100) 2 mL を加えて同様に操作して得たイソオクタン層を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm における吸光度を測定するとき、0.30 以下である。

乾燥減量 1.5 % 以下(1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(7:3) 120 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

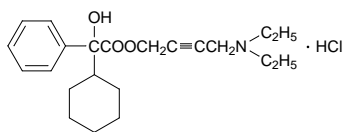
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.091 mg $C_{20}H_{28}N_2O_3 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

109420

塩酸オキシブチニン

Oxybutynin Hydrochloride



$C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$: 393.95

本品を乾燥したものは、定量するとき塩酸オキシブチニン

($C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、水、エタノール又は氷酢酸に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 50)は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 40) 2 mL に、塩化コバルト溶液(1 100) 0.1 mL を加え、更にフェロシアン化カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、緑色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液(1 500) 1 mL に硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 3320 cm^{-1} , 2569 cm^{-1} , 2480 cm^{-1} , 1745 cm^{-1} , 1209 cm^{-1} 及び 1143 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品の水溶液(1 20)の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

融点 124 ~ 129 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.016 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(15 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.18 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 3 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 3 mL とする。更にこの液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液(1)とする。別に薄層クロマトグラフ用 4 ジエチルアミノ 2 ブチニル酢酸 0.50 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 1000 mL とし、標準溶液(2)とする。これらの液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にそれぞれスポットする。次にクロロホルム/メタノール/酢酸混液(7:1:1)を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を 3 ~ 5 分風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。またこの薄層板に塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液を薄く均等に噴霧し、標準溶液のスポットが青~赤紫色を呈するまで放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下(0.5 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1.0 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液(7:3) 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.395 mg $C_{22}H_{31}NO_3 \cdot HCl$

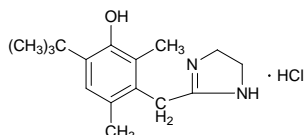
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

104944

塩酸オキシメタゾリン

Oxymetazoline Hydrochloride

C₁₆H₂₄N₂O · HCl : 296.84

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸オキシメタゾリン (C₁₆H₂₄N₂O · HCl) 98.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.0 ~ 6.5 である。

確認試験

(1) 本品 0.3 g に水 25 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ蒸発乾固する。残留物を 80 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は約 179 ~ 183 °C である。

(2) (1) の残留物 0.02 g に希塩酸 2 ~ 3 滴及び水 5 mL を加えて溶かし、ライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき、赤紫色の結晶性の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 : 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとり、水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は色の比較液 A より濃くない。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 6 mL を加えて溶かし、非水滴定用氷酢酸 20 mL 及び無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

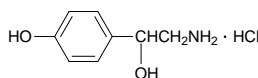
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.684 mg C₁₆H₂₄N₂O · HCl

貯法 容器 気密容器。

104788

塩酸オクトパミン

Octopamine Hydrochloride

C₈H₁₁NO₂ · HCl : 189.64

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸オクトパミン (C₈H₁₁NO₂ · HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、氷酢酸に溶けにくく、無水酢酸、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点: 約 160 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 0.1 mL を加え、次に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。この液にエーテル 1 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、エーテル層は紫色を呈しない。

(3) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とした後、過マンガン酸カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(4) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 221 ~ 225 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (273 nm): 68 ~ 76 (乾燥後, 0.010 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 250 mL)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) ニッケル化合物 本品 5.0 g に水を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、この液 10 mL にジメチルグリオキシム試液 1.0 mL 及びアンモニア試液 1.0 mL を加えて煮沸するとき、直ちに赤色の沈殿を生じない。

(3) *p*-ヒドロキシアミノアセトフェノン 本品約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、波長 310 nm における吸光度を測定するとき、 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ は 0.2 以下である。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (1 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (4:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、メタノール 3 mL を加えて溶かし、更に非水滴定用氷酢酸 20 mL 及び無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.964 mg $C_{23}H_{29}NO_2 \cdot HCl$

貯法

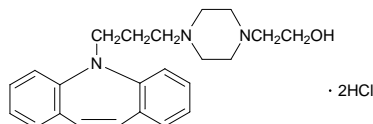
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104853

塩酸オピプラモール

Opipramol Hydrochloride



$C_{23}H_{29}N_3O \cdot 2HCl$: 436.42

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸オピプラモール ($C_{23}H_{29}N_3O \cdot 2HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は緑黄色～だいたい黄色の粉末で、においはなく、味は塩辛く、わずかに舌を麻ひする。

本品は水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は約 3 である。

融点 : 205 ~ 225 $^{\circ}C$ (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硝酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.03 g を小試験管にとり、水酸化ナトリウム 0.2 g と混合した後、注意して穏やかに加熱するとき、発生するガスは 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド紙を赤紫色に変える。

(3) 本品 0.1 g にエタノール 3 mL を加え、加熱して溶かし、希硝酸 1 mL 及び硝酸銀試液 0.2 mL を加えるとき、

沈殿を生じる。これに過量のアンモニア試液を加えるとき、沈殿は溶ける。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長約 216 nm 及び 256 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (342 ~ 347 nm) : 21.9 ~ 23.5 (10 mg, エタノール, 50 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は黄色～褐色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

乾燥減量 0.50 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}C$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL 及び非水滴定用アセトン 40 mL の混液に溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 10 mL を加えて、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.821 mg $C_{23}H_{29}N_3O \cdot 2HCl$

貯法

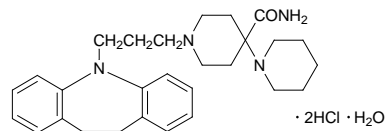
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101259

塩酸カルピラミン

Carpipramine Hydrochloride



$C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 537.56

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸カルピラミン ($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2HCl$: 519.55) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、イソプロピルアミンにやや溶けにくく、水又はエタノールに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、無水酢酸、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点 : 約 260 $^{\circ}C$ (分解)。

確認試験

(1) 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、加熱して溶かす。冷後、この液 5 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 2500) 5 mL に硝酸 1 mL を加えるとき、液の色は初め青色を呈し、徐々に濃くなり、更に緑色～黄緑色に変わる。

(3) 本品 0.5 g にアンモニア試液 5 mL を加え、酢酸エチル 40 mL で抽出し、酢酸エチル抽出液を蒸発乾固する。

残留物を酢酸エチルから再結晶し、105 ℃ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 159 ~ 164 ℃ である。

(4) (1) の水溶液 10 mL にアンモニア試液 2 mL を加えた後、ろ過する。ろ液 5 mL に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.5 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g の強熱残分に、塩酸 2 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に希酢酸 2 mL 及び水 15 mL を加え、5 分間加温した後、ろ過し、水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、これに希酢酸 2 mL 及び水を加え、5 分間加温した後、水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (99 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (99 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/クロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (100 : 70 : 40 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 4.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 105 ℃, 恒量)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 3.0 mL を加えて溶かし、無水酢酸 120 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.977 mg C₂₀H₂₇N₃O · 2HCl

貯法

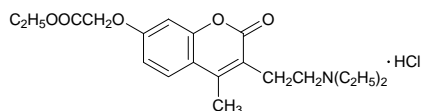
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101230

塩酸カルボクロメン

Carbocromen Hydrochloride



C₂₀H₂₇N₃O · HCl : 397.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸カルボクロメン (C₂₀H₂₇N₃O · HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水、メタノール、エタノール、アセトン又はクロロホルムに溶けやすく、エーテル又は石油エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 3.5 ~ 6.5 である。

融点 : 157 ~ 163 ℃

確認試験

(1) 本品 1.0 g をとり、水 50 mL を加えて溶かし、この液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL に硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) (1) の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) (1) の試料溶液 2 mL に塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール溶液 (1 : 30) 0.2 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 0.2 mL を加えて 5 分間放置し、次に希塩酸を滴加してわずかに酸性とした後、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(4) (1) の試料溶液に紫外線を照射するとき、淡青色の蛍光を発する。

(5) 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 318 ~ 324 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アセトン不溶物 本品 5.0 g にアセトン 150 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間煮沸し、冷後、ガラスろ過器 (G 4) でろ過し、ろ過器上の残留物をアセトン少量で洗い、105 ℃ で恒量になるまで乾燥するとき、その量は 10 mg 以下である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 1 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 80 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.790 mg C₂₀H₂₇N₃O · HCl

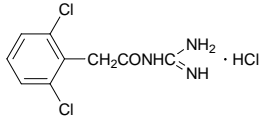
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

109283

塩酸 Guanfacine

Guanfacine Hydrochloride

 $C_9H_9Cl_2N_3O \cdot HCl$: 282.55

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸 Guanfacine ($C_9H_9Cl_2N_3O \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡灰白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水、無水エタノール、氷酢酸にやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品 2 mg に水 2 mL を加えて溶かし、塩酸 Guanfacine 用ニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液 3 滴を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。
- (2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm 及び 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示し、波長 250 ~ 254 nm 及び 274 ~ 278 nm に吸収の極小を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} 、 1728 cm^{-1} 、 1690 cm^{-1} 、 1600 cm^{-1} 、 1574 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 100) は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (271 nm) : 9.6 ~ 10.2 (0.05 g, 0.1 mol/L 塩酸, 100 mL)。

pH 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ~ 4.8 である。

融点 214 ~ 218 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.50 g を薄めたメタノール (1 : 3) 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 2,6-ジクロロフェニル酢酸 本品 0.40 g を量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に 2,6-ジクロロフェニル酢酸 0.020 g を量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットす

る。次に、クロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (18 : 4 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を温風でよく乾かす。薄層板にジフェニルアミン・塩化亜鉛試液を均等に噴霧した後、200 °C で 20 分間加熱してから、薄層板を室温に戻す。再びジフェニルアミン・塩化亜鉛試液を噴霧し、200 °C で 20 分間加熱するとき、標準溶液から得た白色のスポットに対応する位置の試料溶液のスポットは、標準溶液のスポットより白くない。

(5) 塩酸 Guanfacine 本品 0.40 g を量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸 Guanfacine 0.012 g を量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸アンモニウム/メタノール溶液 (3 : 50) 混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を温風でよく乾燥する。ニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得た赤褐色のスポットに対応する位置の試料溶液のスポットは標準溶液のスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 30 mL を加えて溶かした後、無水酢酸 70 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

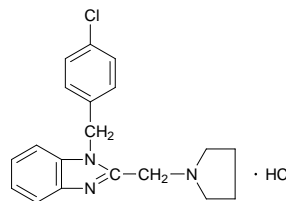
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.255 mg $C_9H_9Cl_2N_3O \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

101491

塩酸 Clemizole

Clemizole Hydrochloride

 $C_{19}H_{20}ClN_3 \cdot HCl$: 362.30

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸 Clemizole ($C_{19}H_{20}ClN_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、アセトンに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 245 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.05 g に水 10 mL を加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム試液 5 mL を加え、振り混ぜ、エーテル 10 mL で 2 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 3 g で乾燥し、エーテル層を水浴上で蒸発乾固した後、残留物をデシケーター（減圧、五酸化リン）で 3 時間乾燥するとき、その融点は 104 ~ 108 °C である。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2532 cm^{-1} 、2441 cm^{-1} 、1612 cm^{-1} 、1408 cm^{-1} 及び 743 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品 0.05 g に水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 0.5 mL を加えて 5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に希硝酸 1 mL を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.40 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、メタノール 25 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL、メタノール 25 mL 及び水を加えて 50 mL とする(20 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ジエチルアミン混液(29:1)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、氷酢酸 2 mL を加えて溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: プリリアントグリーン試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が淡黄褐色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.115 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$

貯法

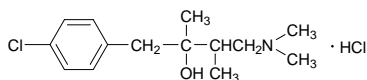
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101498

塩酸クロブチノール

Clobutinol Hydrochloride



$\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$: 292.24

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロブチノール($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は極めて苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸又はアセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 : 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.07 g に塩酸 0.95 mL 及びメタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 258.5 ~ 262.5 nm, 265.5 ~ 269.5 nm 及び 270.0 ~ 277.0 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水で洗い、残留物につき、炎色反応(2)を行うとき、緑色を呈する。
- (4) 本品の水溶液(1 : 10) は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (267.5 nm): 9.2 ~ 9.8 (乾燥後, 0.070 g, 0.1 mol/L 塩酸・メタノール試液, 100 mL)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点 171 ~ 174 °C (乾燥後)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.019 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液(200:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.5 % 以下(0.5 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 6 mL を加えて溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.224 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{ClNO} \cdot \text{HCl}$

貯法

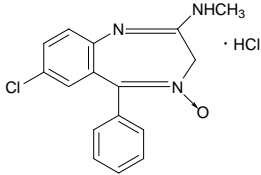
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003636

塩酸クロルジアゼポキシド

Chlordiazepoxide Hydrochloride


 $C_{16}H_{14}ClN_3O \cdot HCl : 336.22$

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロルジアゼポキシド ($C_{16}H_{14}ClN_3O \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水にやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 20) の pH は 2 ~ 3 である。

本品は光によって徐々に変化する。

融点: 212 ~ 218 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を希塩酸 15 mL に溶かし、還流冷却器を付け、5 分間煮沸し、冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 248 nm 及び 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示し、また、288 ~ 292 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.05 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア試液 1 mL を加えた後、ろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をエタノール 50 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.20 g をとり、メタノール/アンモニア試液混液 (97 : 3) 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/アンモニア試液混液 (97 : 3) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に薄層クロマトグラフ用 2 アミノ 5 クロルベンゾフェノン 0.010 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 25 μ L 並びに標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。直ちに酢酸エチル/無水エタノール

ル混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。また、この薄層板に亜硝酸ナトリウムの 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 100) を均等に噴霧し、1 分間放置後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 30 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 4 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 5 g をおいた漏斗でろ過する。洗液にクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム層を先の漏斗でろ過する。更に容器及び無水硫酸ナトリウムを少量のクロロホルムで洗い、先のクロロホルム抽出液に合わせ、水浴上でクロロホルムを留去する。残留物を氷酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は上澄液の紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.622 mg $C_{16}H_{14}ClN_3O \cdot HCl$

貯法

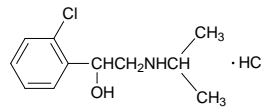
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003637

塩酸クロルプレナリン

Clorprenaline Hydrochloride


 $C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl : 250.16$

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロルプレナリン ($C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、アセトン、エーテル又は *n* ヘキサンには極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 20) は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (3 100) 1 mL に硫酸銅試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 5) 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。この液にエーテル 1 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、エーテル層は赤紫色、水層は青色となる。

(2) 本品の水溶液(1 20) 1 mL に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とした後、過マンガン酸カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えて加熱するとき、ベンズアルデヒドのにおいを発する。また発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品の水溶液(1 100) に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びエーテル 20 mL を加えて振り混ぜて抽出する。更にエーテル 20 mL で 2 回抽出し、全エーテル抽出液を合わせ、水 10 mL で 3 回洗う。エーテル層をとり、エーテルを蒸発乾固し、残留物につき、炎色反応(2)を行うとき、緑色を呈する。

(4) 本品の水溶液(1 2000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 263 nm 及び波長 265 ~ 267 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品の水溶液(1 10) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 164 ~ 167 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとりメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、氷酢酸 5 mL を加えて加熱して溶かし、これに無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

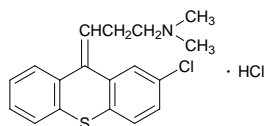
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.016 mg C₁₁H₁₆ClNO · HCl

貯法 容器 気密容器。

101404

塩酸クロルプロチキセン

Chlorprothixene Hydrochloride



C₁₈H₁₆ClNS · HCl : 352.32

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸クロルプロチキセン(C₁₈H₁₆ClNS · HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、ジオキサソに溶けにくい。

本品の水溶液(1 60)の pH は 4.1 ~ 4.7 である。

融点: 219 ~ 222 °C

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 1000) 2 mL に硝酸 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈した後、速やかに退色し、徐々に白色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 15 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、水 15 mL で洗った後、ろ過し、ろ液を水浴上で加熱してクロロホルムを留去し、残留物を 50 ~ 60 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 95 ~ 98 °C である。

(3) 本品の水溶液(1 200000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm 及び 264 ~ 268 nm において吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する。ろ液に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 30 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.038 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、強熱残分試験法を準用して強熱し、残留物に塩酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 15 mL を加え、2 ~ 3 分間加熱した後、ろ過し、水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は鉛標準液 2.0 mL に塩酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 15 mL を加えて 2 ~ 3 分間加熱した後、ろ過し、水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g に硝酸カリウム 0.5 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.3 g を加えてよく混ぜ、赤熱したるつぼ中に少量ずつ入れ、反応の終わるまで強熱する。冷後、残留物に希硫酸 10 mL を加え、5 分間煮沸した後ろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、白煙が発生するまで加熱し、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 A を用いる方法により、試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 25 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 5 mL 及びジオキサソ 20 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.232 mg C₁₈H₁₆ClNS · HCl

貯法

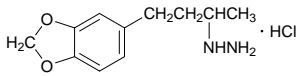
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

106072

塩酸サフラジン

Safrazine Hydrochloride

 $C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$: 244.72

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸サフラジン ($C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異なにおいがある。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にフェーリング試液 5 mL を加えて加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.3 g に水 10 mL を加えて溶かし、希塩酸 0.5 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 2 mL を加えるとき、あわだつて無色のガスを発生する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm 及び 287 ~ 291 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 118 ~ 121 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) ヒドラジン 本品 0.10 g にエタノール 5 mL を加えて溶かし、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒド・エタノール溶液 (1 : 40) 0.1 mL を加えて 5 分間放置するとき、液はだいたい色を呈しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム 1 g を加え、次に 0.05 mol/L ヨウ素液 50 mL を正確に加え、90 分間放置した後、希塩酸 20 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンブン試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 6.118 mg $C_{11}H_{16}N_2O_2 \cdot HCl$

貯法

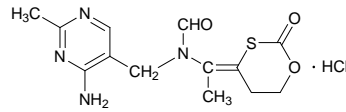
保存条件 空気を「窒素」で置換して保存する。

容器 気密容器。

101631

塩酸シコチアミン

Cyclothiamine Hydrochloride

 $C_{13}H_{16}N_4O_3S \cdot HCl$: 344.82

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸シコチアミン ($C_{13}H_{16}N_4O_3S \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 165 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かし、ピクリン酸試液 20 mL を加え、時々振り混ぜながら 20 分間放置する。生じた沈殿をろ取り、少量の水で洗った後、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は約 209 °C (分解) である。

(2) 本品 5 mg に酢酸鉛試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 1 mL の混液を加えて加温するとき、液は褐色を呈し、放置するとき黒褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 5 mg に新たに煮沸し冷却した水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えて溶かし、水酸化バリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じ、更に希塩酸を加えるとき沈殿は溶ける。

(4) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品の水溶液 (1 : 500) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.2 ~ 4.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かした液は、無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離チアミン 本品 0.10 g をとり、水を加えて溶かし、5 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 5 mg をとり、水を加えて溶かし、50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/塩酸混液 (200 : 200 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧

するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもそのだいたい色より濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 17 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL 及び非水滴定用酢酸 5 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: シュウ酸マラカイトグリーン溶液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.482 mg $C_{19}H_{35}N_4O_6S \cdot HCl$

貯法

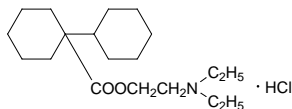
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003643

塩酸ジサイクロミン

Dicyclomine Hydrochloride



$C_{19}H_{35}NO_2 \cdot HCl$: 345.95

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジサイクロミン ($C_{19}H_{35}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール、氷酢酸、無水エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.0 ~ 5.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 2 mL をあらかじめラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 : 1000) 3 mL, クロロホルム 5 mL 及びメチレンブルー溶液 (1 : 4000) 1 滴を加えて振り混ぜた液に加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層の青色は水層に移行する。

(2) 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、 2920 cm^{-1} , 2840 cm^{-1} , 2440 cm^{-1} , 1710 cm^{-1} , 1440 cm^{-1} , 1190 cm^{-1} , 1010 cm^{-1} 及び 840 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 170 ~ 175 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 D より濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 10 mL を加えて溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.595 mg $C_{19}H_{35}NO_2 \cdot HCl$

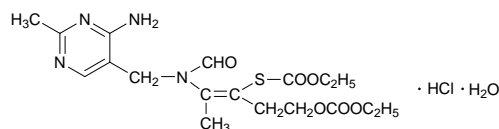
貯法 容器 密閉容器。

101791

塩酸ジセチアミン

Dicethiamine Hydrochloride

塩酸セトチアミン



$C_{18}H_{28}N_4O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$: 480.96

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ジセチアミン ($C_{18}H_{28}N_4O_6S \cdot HCl$: 462.95) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水、メタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、イソブタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 121 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、60 °C の水浴中で 2 分間加温し、冷後、1 mol/L 塩酸試液 1.5 mL を加えた液に水酸化ナトリウム試液 3 mL, 水 2.5 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加え、次にイソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 30000) につき吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 0.10 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 3.4 ~ 4.4 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とするとき、液は澄明で、その色は次の比乾液より濃くない。

比較液: 0.1 mol/L 重クロム酸カリウム液 1.5 mL に水を加えて正確に 1000 mL とする。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20

ppm 以下)。

(3) チオクロム反応陽性物質 本品約 0.1 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし, 水を加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品〔あらかじめ, 水分 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定) を測定しておく〕約 0.1 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り, 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T, T, S 及び S に正確に量り, 酸性塩化カリウム試液 3 mL ずつを加え, 以下定量法と同様に操作し, 各イソブタノール層の蛍光の強さ F_T , F_T , F_S 及び F_S を測定する。次式により得た数値及び水分で得た数値により, 対応する脱水物に対するパーセント (%) に換算するとき, チオクロム反応陽性物質の量は 0.5 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{チオクロム反応陽性物質の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times \frac{1}{200} \end{aligned}$$

水分 5.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.14 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて溶かし, 水を加えて正確に 200 mL とし, この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を 50 mL のメスフラスコに正確に量り, 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え, 直ちに 30 ± 2 °C で 5 分間放置した後, 2 mol/L 塩酸試液 3 mL を加え, 0.05 g/dL チオ尿素試液を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品〔あらかじめ, 水分 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定) を測定しておく〕約 0.1 g を精密に量り, 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし, 正確に 200 mL とする。その 5 mL を正確に量り, 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。その 2 mL を正確に量り, 0.05 g/dL チオ尿素試液を加えて正確に 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T 及び T に正確に量り, T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後, 水酸化ナトリウム溶液 (3/10) 2 mL を速やかに加えて振り混ぜ, イソブタノール 15 mL を正確に加え, 密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液 (3/10) 2 mL を加えて振り混ぜ, チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ, イソブタノール 15 mL を正確に加え, 密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に標準溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 S 及び S に正確に量り, 試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後, 各イソブタノール層を別の試験管にとり, 必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を少量ずつ加え, 穏やかに振り混ぜた後, 放置し, 澄明なイソブタノール液をとる。これらの液につき, 蛍光光度計を用い, 波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び 440 nm 付近における蛍光の極大波長で, 蛍光の強さ F_T , F_T , F_S 及び F_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ジセチアミン (C}_{18}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2\text{S} \cdot \text{HCl}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times 1.373 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

101857

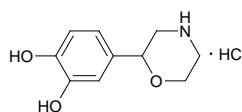
塩酸 2(3,4-ジヒドロキシフェニル)テトラヒドロ 1,4-オキサジン

2(3,4-Dihydroxyphenyl)tetrahydro

1,4-oxazine Hydrochloride

2(3,4-ジヒドロキシフェニル)テトラヒドロ

1,4-オキサジン塩酸塩



$\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$: 231.68

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 塩酸 2(3,4-ジヒドロキシフェニル)テトラヒドロ 1,4-オキサジン ($\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

本品は水に溶けやすく, メタノールにやや溶けにくく, 無水エタノールに溶けにくく, 無水エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点: 約 221 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1/100) 5 mL に希塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき, 液は緑色を呈し, これにアンモニア試液 1 mL を加えるとき, 液は暗赤色を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1/20000) の吸収スペクトルを測定するとき, 波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3350 cm^{-1} , 2953 cm^{-1} , 1598 cm^{-1} , 1512 cm^{-1} 及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1/50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.2 ~ 5.2 である。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.010 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 鉄 本品 2.0 g に希塩酸 2 mL 及び水 25 mL を加え, 振り混ぜて溶かし, 過硫酸アンモニウム溶液 (3/100) 1 mL 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜるとき, 液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 鉄標準液 1.0 mL に希塩酸 2 mL 及び水 25

mL を加え、同様に操作する。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にギ酸 *n* ブチル/アセトン/水/ギ酸混液 (5:3:1:1) を展開溶媒として約 14 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに *p* ニトロベンゼンジアゾニウムフルオルボレートのメタノール溶液 (1 : 2000) を均等に噴霧した後、炭酸ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸 2 mL を加えて溶かし、無水エタノール 60 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、第 1 変曲点と第 2 変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量より求める。

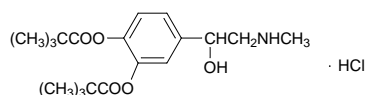
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 23.168 \text{ mg } C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$$

貯法 容器 密閉容器。

109543

塩酸ジピペフリン

Dipivefrin Hydrochloride



$C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$: 387.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジピペフリン ($C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、無水酢酸に溶けにくい。

本品は吸湿性である。

本品の水溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

確認試験

(1) 本品の塩酸を水で薄めて、pH 3.0 に調整した液に溶かした溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 264 nm に吸収の極大を示し、波長 265 ~ 270 nm に吸収の肩を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3300 cm^{-1} 、2790 cm^{-1} 、1754 cm^{-1} 及び 1254 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈す

る。

融点 159 ~ 165 $^{\circ}$ C (乾燥後、浴温 149 $^{\circ}$ C で試料を入れ、155 $^{\circ}$ C から 1 分間に 1 $^{\circ}$ C ずつ上昇させる)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L をとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液中のジピペフリンのピーク面積及び類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定するとき、類縁物質のピークの合計面積は、ジピペフリンのピーク面積と類縁物質のピーク面積を加えた総ピーク面積の 1.0 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：263 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.4 g をアセトニトリル/水/酢酸 (100) 混液 (30 : 19 : 1) 1000 mL に溶かす。

流量：ジピペフリンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からジピペフリンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 酸化リン (V), 6 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

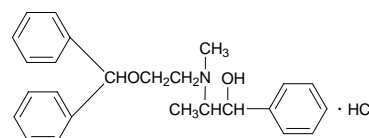
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 38.790 \text{ mg } C_{19}H_{29}NO_5 \cdot HCl$$

貯法 容器 密閉容器。

108157

塩酸ジフェテロール

Difeterol Hydrochloride



$C_{25}H_{29}NO_2 \cdot HCl$: 411.96

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジフェテロール ($C_{25}H_{29}NO_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦く、舌を麻ひする。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、氷酢酸又はエタノールにやや溶けにくく、水又は無氷酢酸に溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品の飽和水溶液 5 mL にライネツケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.3 g に水 30 mL を加え、加熱して溶かし、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は白濁し、無色の油状物を生じる。これを放置するとき、結晶に変わる。結晶をろ取し、水 50 mL で洗い、60 ℃ で 5 時間乾燥するとき、その融点は 68 ~ 73 ℃ である。
- (3) 本品の飽和水溶液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、析出した結晶をろ過するとき、ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

融点 185 ~ 189 ℃

純度試験

- (1) 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に新たに煮沸し冷却した水 40 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にメチルレッド試液 2 滴を加え、試料溶液とする。
 - (i) 試料溶液 10 mL に 0.01 mol/L 硫酸 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤色である。
 - (ii) 試料溶液 10 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は黄色である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にエタノール 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.038 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸 *n* ブチル/氷酢酸/水/イソプロパノール混液 (10 : 5 : 3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無氷酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.598 mg C₂₁H₂₇NO₃ · HCl

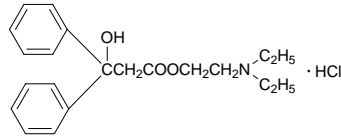
貯法 容器 気密容器。

109068

塩酸ジフェニルヒドロキシプロピオン酸ジエチルアミノエチル

3,3-Diphenyl 3-hydroxypropionic Acid

Diethylaminoethylester Hydrochloride



C₂₁H₂₇NO₃ · HCl : 377.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジフェニルヒドロキシプロピオン酸ジエチルアミノエチル (C₂₁H₂₇NO₃ · HCl) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は苦く、舌を麻痺する。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、無氷酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は約 5 である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 20) 2 mL ずつに、ヨウ素試液 1 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿又は混濁を生じ、ピクリン酸試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿又は混濁を生じる。
- (2) 本品 0.5 g に水 25 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、5 分間煮沸する。冷後、エーテル 30 mL を加えて振り混ぜ、水層をとり、希塩酸 5 mL を加え、析出した結晶をろ取し、水 100 mL で洗い、メタノールから再結晶し、105 ℃ で 30 分間乾燥するとき、その融点は 214 ~ 216 ℃ である。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 151 ~ 153 ℃

純度試験

- (1) 酸 本品 1.0 g に水 25 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 2 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL を加えるとき、液は赤色を呈しない。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展

開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、100℃で15分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.20%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液(7:3)50mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

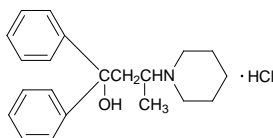
0.1mol/L過塩素酸 1mL = 37.790mg C₂₁H₂₇NO₃·HCl

貯法 容器 気密容器。

100037

塩酸ジフェニルピペリジノブタノール

Diphenylpiperidinobutanol Hydrochloride



C₂₁H₂₇NO·HCl : 345.91

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジフェニルピペリジノブタノール(C₂₁H₂₇NO·HCl)98.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水、氷酢酸又はエタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

融点: 232 ~ 235℃(分解)。

確認試験

(1) 本品0.01gに硫酸2mLを加えて溶かすとき、液はだいたい黄色を呈し、これに注意して水2mLを加えるとき、液の色は消える。

(2) 本品の水溶液(1/200)5mLずつに、ヨウ素試液5滴を加えるとき黄褐色、塩化金酸試液5滴を加えるとき淡黄色、ピクリン酸試液5滴を加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる。

(3) 本品の水溶液(1/120)10mLにアンモニア試液1mLを加えるとき、液は白濁し、放置するとき、沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水10mLずつで2回洗った後、デシケーター(減圧、五酸化リン)で2時間乾燥するとき、その融点は84 ~ 86℃(分解)である。

(4) 本品の水溶液(1/120)は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品1.0gに水を加えて溶かし、120mLとした液のpHは4.5 ~ 5.5である。

純度試験

(1) 溶状 本品0.5gに水60mLを加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品0.40gをとり、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.35mLを加える(0.042%以下)。

(3) 重金属 本品2.0gをとり、第2法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

(4) ヒ素 本品1.0gをとり、第3法により検液を調製し、装置Bを用いる方法により試験を行う(2ppm以下)。

(5) 類縁物質 本品0.40gをとり、メタノールを加えて溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20mLとし、この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に10mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液5μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/1,2-ジクロロエタン/氷酢酸混液(20:5:1)を展開溶媒として約8cm展開した後、風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下(1g, 減圧, 五酸化リン, 105℃, 3時間)。

強熱残分 0.20%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液(7:3)50mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

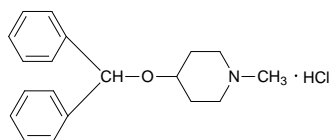
0.1mol/L過塩素酸 1mL = 34.591mg C₂₁H₂₇NO·HCl

貯法 容器 気密容器。

003644

塩酸ジフェニルピラリン

Diphenylpyraline Hydrochloride



C₁₉H₂₃NO·HCl : 317.85

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジフェニルピラリン(C₁₉H₂₃NO·HCl)98.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は、メタノール又は氷酢酸に極めて溶けやすく、水、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1/20)のpHは約4.7である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1/100)10mLにライネック塩試液1mLを加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1/10000)につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長256 ~ 260nmに吸収の極大を、波長242 ~ 246nmに吸収の極小を示す。

(3) 本品の水溶液(1/50)は塩化物の定性反応を呈する。

融点 204 ~ 207 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g に水 20 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 1 mL を加えた後、クロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 10 g を加えて脱水した後、ろ過し、クロロホルムを留去する。残留物に内部標準物質としてジベンジル試液 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。溶媒、塩酸ジフェニルピラリン及び内標準物質以外のピークの合計面積 A 及び内標準物質のピーク面積 A_s を自動積分法により求めるとき、 A は A_s より小さい。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 4 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用 50 % フェニル-フェニルメチルシリコンを酸処理及びシラン化した約 160 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 2 % の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度：165 °C 付近の一定温度。ただし、内部標準物質の 3 倍の保持時間より 240 °C に昇温し、ジフェニルピラリンを溶出する。

キャリアーガス：窒素ガス

流量：ジベンジルの保持時間が約 7 分になるように調整する。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 10 mL 及び無水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 1 mL

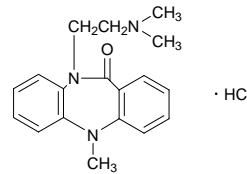
= 31.785 mg $C_{18}H_{21}NO \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

101777

塩酸ジベンゼピン

Dibenzepin Hydrochloride



$C_{18}H_{21}N_3O \cdot HCl$: 331.84

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジベンゼピン ($C_{18}H_{21}N_3O \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は極めて苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、クロロホルムに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、無水酢酸又はエタノールに溶けにくく、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：234 ~ 240 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.3 g をとり、分液漏斗に入れ、水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 5 mL を加え、クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、水 5 mL を加えて洗った後、クロロホルム抽出液を 100 mL の共栓フラスコに分取し、無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて密栓し、しばしば振り混ぜながら、10 分間放置する。この液をろ過し、ろ液を減圧で、液量が 2 ~ 3 mL になるまで濃縮した後、沈降管に移し、クロロホルムを減圧で留去し、更にクロロホルム臭がなくなるまで加温するとき、油状物を生じる。この油状物にアセトン 6 滴を加え、加温して、混和し、流水で冷却しながら、ガラス棒で内壁をこすり結晶を析出させる。結晶をろ取し、80 °C で 4 時間減圧乾燥するとき、その融点は 112 ~ 116 °C である。
- (3) 本品 0.01 g に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とする。この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 202 ~ 206 nm 及び 220 ~ 224 nm に吸収の極大を、波長 275 ~ 285 nm に吸収の肩を示す。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 10) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、15 mL とした液の pH は 3.5 ~ 5.0 である。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正

確に量り、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/酢酸(100)混液(5:2:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.3 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 1 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 6 mL を加えて溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.184 mg $C_{15}H_{23}N_3O \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

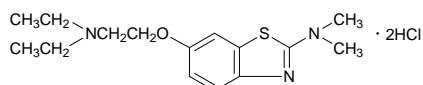
101872

塩酸ジマゾール

Dimazole Dihydrochloride

2 ジメチルアミノ 6 (ジエチルアミノエトキシ)

ベンゾチアゾール二塩酸塩



$C_{15}H_{23}N_3OS \cdot 2HCl$: 366.35

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジマゾール ($C_{15}H_{23}N_3OS \cdot 2HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、メタノール又は水酢酸に溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、アセトン、エーテル又は無水酢酸にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品の水溶液(1 10)の pH は 1.5 ~ 2.5 である。

本品は吸湿性である。

融点: 約 260 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし、水浴中で 3 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(1 60000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 272 nm に吸収の極大を、波長 241 ~ 246 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品の水溶液(1 50)は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトリエチルアミン*を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加えて溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

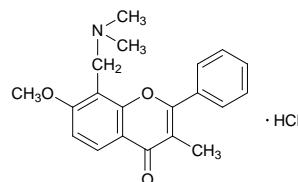
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.317 mg $C_{15}H_{23}N_3OS \cdot 2HCl$

貯法 容器 気密容器。

101875

塩酸ジメフリン

Dimeflin Hydrochloride



$C_{20}H_{21}NO_3 \cdot HCl$: 359.85

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ジメフリン ($C_{20}H_{21}NO_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、水酢酸又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 219 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に無水酢酸 5 mL を加えて溶かし、水浴上で 5 分間加熱し、冷後、硫酸 2 滴を加えるとき、液は緑黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.02 g に水 10 mL を加えて溶かし、ピクリン酸試液 0.16 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿を吸引ろ取し、水 10 mL ずつで 2 回洗い、105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 204 ~ 206 $^{\circ}$ C である。

(3) 本品の水溶液(1 50)は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 10 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

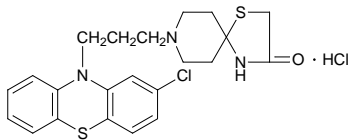
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.985 mg $C_{22}H_{24}ClN_3OS_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003645

塩酸スピクロマジン

Spiclomazine Hydrochloride



$C_{22}H_{24}ClN_3OS_2 \cdot HCl$: 482.49

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸スピクロマジン ($C_{22}H_{24}ClN_3OS_2 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯褐色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、無水酢酸又はクロロホルムに溶けにくく、水又はアセトンにほとんど溶けない。

本品は光により徐々に分解する。

融点: 約 264 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に硫酸 10 mL を加えて溶かすとき、液は赤色を呈し、放置するとき、徐々に濃赤色となる。これに重クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、液は帯褐色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に塩酸 10 mL を加え、還流冷却器を付けて 20 分間煮沸した後、室温まで冷却し、水 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL をとり、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 1 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。別に試料溶液 1 mL をとり、水酸化ナトリウム試液で中和し、更に 1 滴を加えた後、塩化コバルト試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。また試料溶液 2 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 0.1 g にメタノール 250 mL を加え、加温して溶かす。この液 25 mL をとり、0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法によ

り吸収スペクトルを測定するとき、波長 303 ~ 309 nm に吸収の極大を示す。またこの液 20 mL に 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液は、波長 254 ~ 256 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.5 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL 及びエーテル 30 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、水層を分取し、希硝酸を加えて中和し、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にメタノール 100 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、5 分間振り混ぜ、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。

本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 25 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール/強アンモニア水混液 (95:5:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液 (2:1) 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 48.25 mg $C_{17}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

貯法

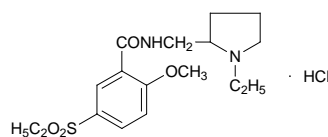
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109545

塩酸スルトプリド

Sultopride Hydrochloride



$C_{17}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$: 390.93

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸スルトプリド ($C_{17}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色又は帯微黄白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、メタノール又は酢酸（100）にやや溶けやすく、エタノール（95）に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくい。

本品の水溶液（1 10）は旋光性を示さない。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 100）10 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

（2）本品の水溶液（1 10000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 286 ~ 290 nm に吸収の極大を、波長 265 ~ 269 nm に吸収の極小を示す。

（3）本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1657 cm^{-1} 、1545 cm^{-1} 、1294 cm^{-1} 及び 1007 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

（4）本品の水溶液（1 50）は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 3.5 ~ 5.5 である。

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

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

（3）類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/エタノール（99.5）/水/アンモニア水（28）混液（13：5：1：1）の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板を 80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥し、噴霧用硫酸酸性ドラージェンドルフ試液及び薄めた硫酸（1 12）を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸（100）混液（7：3）90 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

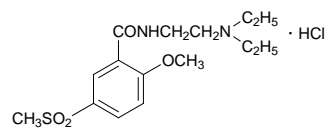
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.093 mg $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$

貯法 容器 密閉容器。

109146

塩酸チアプリド

Tiapride Hydrochloride



$\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$: 364.89

本品は定量するとき、塩酸チアプリド（ $\text{C}_{15}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4\text{S} \cdot \text{HCl}$ ）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか又はわずかににおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液（1 100）5 mL にドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

（2）本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3320 cm^{-1} 、1645 cm^{-1} 、1520 cm^{-1} 及び 1300 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

（3）本品の水溶液（1 20）は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g を水に溶かし、10 mL とするとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 450 nm における吸光度を測定するとき、0.030 以下である。

（2）重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（3）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、操作法における薄めた塩酸（1 2）の添加量を 15 mL とする（2 ppm 以下）。

（4）類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板に窒素を送風しながらスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ジオキサン/強アンモニア水混液（45：7：5：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7:3) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

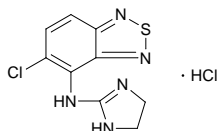
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.489 mg $C_{15}H_{24}N_2O_4S \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

109412

塩酸チザニジン

Tizanidine Hydrochloride



$C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$: 290.17

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸チザニジン ($C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、無水酢酸、氷酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L アンモニア試液溶液 (1/125000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm, 307 ~ 311 nm 及び 317 ~ 321 nm に吸収の極大を示し、波長 270 ~ 274 nm 及び 313 ~ 317 nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3250 cm^{-1} , 3080 cm^{-1} , 1646 cm^{-1} 及び 1534 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1/50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.060 g をとり、水/アセトニトリル混液 (17:3) に溶かし、10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (17:3) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のチザニジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のチザニジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 試料注入後約 3 分間は 230 nm で測定し、それ以降は 318 nm で測定する。)

カラム: 内径約 5 mm, 長さ約 13 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 水 1000 mL にギ酸 5 mL 及び強アンモニア水 10 mL を加えて pH 8.5 に調整したものを移動相 A とし、アセトニトリル/移動相 A 混液 (4:1) を移動相 B とする。移動相 A に対する移動相 B の混合比を次に示す時間プログラムにより段階的に変化させる。

時間プログラム

試料注入後からの時間 (分)	移動相 B 混合割合 (%)
0	19
10 ~ 13	32
26	90
26 ~ 28	90
31	19

流量: チザニジンのピークの保持時間が約 7 分になるよう調整する。

カラムの選定: 本品及び *p*-トルエンスルホン酸 2 mg ずつを水/アセトニトリル混液 (17:3) 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、*p*-トルエンスルホン酸、チザニジンの順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μL から得たチザニジンのピーク高さがフルスケールの約 40 % になるよう調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からチザニジンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7:3) 60 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

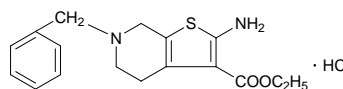
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.017 mg $C_9H_8ClN_5S \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

107288

塩酸チノリジン

Tinoridine Hydrochloride



$C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$: 352.88

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸チノリジン ($C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は帯黄白色~黄色の粉末で、においはないか、又はわずかに不快なにおいがあり、味は苦い。

本品はギ酸に溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、氷酢酸に極めて溶けにくく、水、無水酢酸、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 220 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1/1000) 1 mL に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加え、氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜ、2 分間放置し、次にスルファミン酸ア

ンモニウム試液 1.5 mL を加えてよく振り混ぜた後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン試液 2 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、振り混ぜながら加温した後、ろ過する。ろ液 2 mL にライネック塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、薄めた水酸化ナトリウム試液 (1/10) 10 mL 及び過酸化水素試液 1.0 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液に希塩酸を加えて酸性とし、塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品の水溶液 (1/100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 228 nm 及び 301 ~ 303 nm に吸収の極大を示す。

(5) (2) のろ液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 25 mL を加えて溶かした後、水 30 mL を加えて振り混ぜるとき、液は淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 10.0 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.288 mg $C_{17}H_{20}N_2O_2S \cdot HCl$

貯法

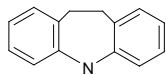
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101732

塩酸デシプラミン

Desipramine Hydrochloride



$CH_2CH_2CH_2NHCH_3 \cdot HCl$

$C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$: 302.84

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸デシプラミン ($C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、アセトンに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硝酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は

濃青色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水 3 mL を加えて溶かし、キンヒドロンのメタノール溶液 (1/40) 1 滴を加えるとき、液は徐々に赤色を呈する。

(3) 本品 2 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法によって測定するとき、波数 2750 cm^{-1} , 2500 cm^{-1} , 2440 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 760 cm^{-1} 及び 740 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1/50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 3.7 ~ 5.8 である。

融点 212 ~ 216 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色 ~ 微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) イミノジベンジル 本品 0.025 g をとり、25 mL の褐色メスフラスコに入れ、塩酸/エタノール混液 (1:1) 10 mL を加えて溶かし、氷水中で冷却しながら、フルフルールのエタノール溶液 (1/250) 5 mL 及び塩酸 5 mL を加え、25 °C で 3 時間放置する。次に塩酸/エタノール混液 (1:1) を加えて 25 mL とし、波長 565 nm における吸光度を測定するとき、0.16 以下である。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (4:1:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに重クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: メタニルイエロー試液 10 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.284 mg $C_{18}H_{22}N_2 \cdot HCl$

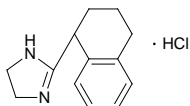
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

107213

塩酸テトラヒドロゾリン

Tetrahydrozoline Hydrochloride

 $C_{13}H_{16}N_2 \cdot HCl$: 236.74

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸テトラヒドロゾリン ($C_{13}H_{16}N_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、無水酢酸、アセトン、酢酸エチル又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

融点: 約 256 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、ライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 4000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 263 ~ 266 nm 及び 270 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (40 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を乾燥する。これに塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水

酢酸/非水滴定用水酢酸混液 (7 : 3) 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

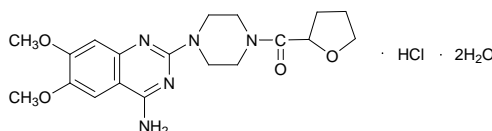
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.674 mg $C_{13}H_{16}N_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

109274

塩酸テラゾシン

Terazosin Hydrochloride

 $C_{19}H_{26}N_5O_4 \cdot HCl \cdot 2H_2O$: 459.92

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸テラゾシン ($C_{19}H_{26}N_5O_4 \cdot HCl$: 423.89) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水にやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) に溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

融点: 約 260 °C (分解)。

本品の水溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 247 nm に吸収の極大を、328 ~ 333 nm に幅広い吸収の極大を、290 ~ 296 nm に吸収の極小を示す。
- (2) 本品及び塩酸テラゾシン標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと塩酸テラゾシン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 100) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.10 g を水/メタノール混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1.0 mL, 0.5 mL, 0.25 mL 及び 0.1 mL を正確に量り、それぞれに水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液に対し、1.0 % , 0.5 % , 0.25 % 及び 0.1 % の標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/ヘキサン/アンモニア試液混液 (10 : 2 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を

照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットと標準溶液から得られるスポットの濃さを比較するとき、いずれのスポットも 1.0 % 以下であり、その総和は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 7.0 ~ 9.0 % (0.5 g, 減圧, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸テラゾシン標準品(別途「塩酸テラゾシン」と同様の条件で乾燥減量を測定しておく)約 0.024 g ずつを精密に量り、それぞれを薄めたメタノール(1 : 2)に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、薄めたメタノール(1 : 2)を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するテラゾシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸テラゾシン (C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4 \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ &= \text{乾燥物に換算した塩酸テラゾシン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの薄めたメタノール(1 : 2)溶液(1 : 2500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 µm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル/エタノール(99.5)混液(20 : 4 : 3)

流量：テラゾシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 µL につき、上記の条件で操作するとき、テラゾシン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

貯法

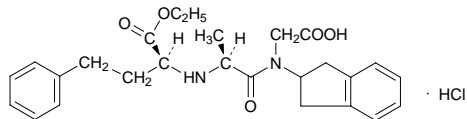
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109549

塩酸デラプリル

Delapril Hydrochloride



C₂₆H₃₂N₂O₅ · HCl : 489.00

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸デラプリル(C₂₆H₃₂N₂O₅ · HCl) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくい。

融点：約 169 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のエタノール(99.5)溶液(3 : 100)2 滴をとり、塩酸ヒドロキシアンモニウムの飽和エタノール(99.5)溶液 2 滴及び水酸化ナトリウムの飽和エタノール(99.5)溶液 2 滴を加え、水浴上で 2 分間加熱する。冷後、0.5 mol/L 塩酸を加えて酸性とし、塩化鉄(III)試液 2 滴及びエタノール(99.5)1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 5 mg に水 10 mL を加えて溶かし、ドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1 : 5000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm, 264 ~ 268 nm 及び 270 ~ 274 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3300 ~ 2150 cm⁻¹, 1741 cm⁻¹, 1645 cm⁻¹, 1211 cm⁻¹ 及び 743 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(5) 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて溶かし、硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は白濁する。

旋光度 [α]_D²⁰ : +17.6 ~ +19.2°(乾燥後, 0.1 g, エタノール(99.5), 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.3 ~ 3.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。標準色の調製にはヒ素標準液 1.0 mL を加える(1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品約 0.075 g をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(11 : 9)に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(11 : 9)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液(1)とする。別に、本品 0.010 g をとり、水 10 mL を加えて溶かし、水浴中で 2 時間加熱する。冷後、この液 1 mL をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(11 : 9)を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液(2)とする。試料溶液並びに標準溶液(1)及び(2)10 µL につき、次の操作条件 1 及び 2 で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の各ピーク面積を自動積分法により測定する。条件 1 で得たクロマトグラムにつき、試料溶液のデラプリル以外のピークのうち、標準溶液(2)の主ピーク(類縁物質 1, 保持時間約 26 分)より小さい保持時間を有するピークの合計面積(A_{T1})及び標準溶液(2)の主ピークと同じ保持時間を有するピーク的面積(A_{T2})並びに標準溶液(1)のデラプリルのピーク面積(A_{S1})を求める。条件 2 で得たクロマトグラムにつき、試料溶液のピークのうち、標準溶液(2)の主ピーク(保持時間約 8.5 分)より大きい保持時間を有するピークの合計面積(A_{T3})及び標準溶液(1)のデラプリルのピーク面積

(A_{S2}) を求める。次の式により類縁物質の含量を算出するとき、その量は 1.3 % 以下である。

類縁物質の含量 (%)

$$= \left[\frac{A_{T1}}{A_{S1}} + \frac{A_{T2}}{A_{S1}} \times 0.86 + \frac{A_{T3}}{A_{S2}} \right] \times 3$$

0.86 : 塩酸デラプリルに対する類縁物質 I の相対感度の補正係数

3 : 濃度補正係数 (標準溶液 (1) の濃度は試料溶液の濃度の 3 %)

操作条件 1

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 (1) 10 μ L から得られたデラプリルのピーク高さが 10 ~ 40 mm になるように調整する。

面積測定範囲：デラプリルの保持時間の約 4 倍の範囲

操作条件 2

移動相：アセトニトリル/リン酸二水素カリウム溶液 (1 250) 混液 (13 : 7)

流量：デラプリルの保持時間が約 4.5 分になるように調整する。

面積測定範囲：デラプリルの保持時間の約 5 倍の範囲

その他の条件：操作条件 1 を準用する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸デラプリル標準品を乾燥し、その約 0.075 g ずつを精密に量り、それぞれを pH 6.8 のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2) 30 mL に溶かし、次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、pH 6.8 のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2) を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質 (保持時間約 12 分) のピーク面積に対するデラプリルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸デラプリル ($C_{26}H_{32}N_2O_5 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸デラプリル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 p ヒドロキシ安息香酸 sec ブチルのアセトニトリル溶液 (3 5000)

操作条件

検出器：紫外分光光度計 (測定波長 : 272 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル混液 (11 : 9)

流量：デラプリルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

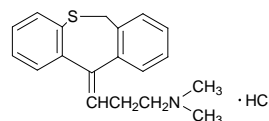
カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、デラプリル、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

109410

塩酸ドスレピン

Dosulepin Hydrochloride



$C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$: 331.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ドスレピン ($C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微褐色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、アセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 100000) につき、吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 229 ~ 233 nm に吸収の極大を示し、220 ~ 224 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 500) 1 mL に希硝酸 0.5 mL を加えて酸性とした液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

(4) 本品 0.02 g をとり、薄めた強過酸化水素水 (1 15) 15 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作して得た液は、硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品の水溶液 (1 20) の pH は 4.3 ~ 5.3 である。

融点 222 ~ 226 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色～微褐色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 3.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.1 mL を加える (0.015 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1,2 ジクロロエタン/イソプロパノール/強アンモニア水混液 (90 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.10 g を、クロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 個のピーク面積 A_1 , A_2 を半値幅法により求めるとき、 $[A_1/(A_1 + A_2)] \times 100$ は 0.5 ~ 5.0 である。ただし、近接する 2 個のピークのうち、保持時間の小さい方 (シス体) の面積を A_1 、保持時間の大きい方 (トランス体) の面積を A_2 とする。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1 m のガラス管にガスクロマトグラフ用シアノプロピルメチルフェニルメチルポリマーを 125 ~ 150 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：205 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：塩酸ドストレピンのうち保持時間の小さい方 (シス体) が約 10 分になるように調整する。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (2 : 1) 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.190 mg $C_{19}H_{21}NS \cdot HCl$

貯法

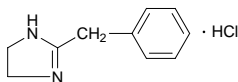
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003646

塩酸トラゾリン

Tolazoline Hydrochloride



$C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$: 196.68

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トラゾリン ($C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 帯黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又は氷酢酸に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にメタノール 2 mL を加えて溶かし、ニトロプルシドナトリウム試液 0.2 mL 及び希水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、ライネツケ塩試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 2500) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 257 nm 及び 261 ~ 263 nm に吸収の極大を

示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点 172 ~ 176 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色 ~ 微黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.034 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/アセトン/ジエチルアミン混液 (9 : 5 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.668 mg $C_{10}H_{12}N_2 \cdot HCl$

貯法

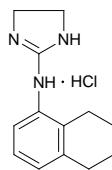
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107417

塩酸トラマゾリン

Tramazoline Hydrochloride



$C_{13}H_{17}N_3 \cdot HCl$: 251.76

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トラマゾリン ($C_{13}H_{17}N_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 類白色の結晶又は結晶性の粉末で、にお

いはなく、味は苦い。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、水、氷酢酸、無水エタノール、*n* ブタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、無水エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1/10)の pH は 4.0 ~ 6.5 である。

本品は吸湿性である。

融点：171 ~ 176 °C (乾燥後)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に薄めたメタノール(1/2) 0.5 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 0.5 mL を加える。これにアンモニア試液を加えてアルカリ性とし、クロロホルム/二硫化炭素混液(3:1) 5 mL を加えてよく振り混ぜるとき、有機溶媒層は褐色を呈する。
- (2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液(1/10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 263 ~ 267 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2900 cm⁻¹、1660 cm⁻¹ 及び 1610 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液(1/10)は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(4 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/氷酢酸/水混液(4:2:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(7:3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.176 mg C₁₆H₁₇N₃ · HCl

貯法

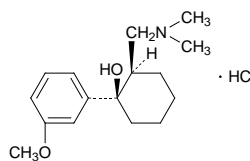
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107416

塩酸トラマドール

Tramadol Hydrochloride



C₁₆H₂₅NO₂ · HCl : 299.84

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トラマドール(C₁₆H₂₅NO₂ · HCl) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、メタノール、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g にクエン酸の無水酢酸溶液(1/100)を加えて溶かし、沸騰水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品のエタノール溶液(1/10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm 及び 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3295 cm⁻¹、2930 cm⁻¹、1607 cm⁻¹、1245 cm⁻¹ 及び 1133 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液(1/50)は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

融点 181 ~ 184 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液(5:4:1)の上層を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7:3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い、補正する.

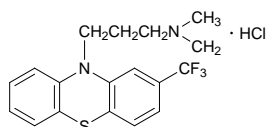
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.984 mg $C_{18}H_{25}NO_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器.

107455

塩酸トリフルプロマジン

Triflupromazine Hydrochloride



$C_{18}H_{19}F_3N_2S \cdot HCl$: 388.88

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トリフルプロマジン ($C_{18}H_{19}F_3N_2S \cdot HCl$) 97.0 ~ 103.0 % を含み、また、フッ素 (F: 19.00) 13.9 ~ 15.4 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄褐色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品は水、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 177 ℃ (分解).

確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液はだいたい色を呈する。この液を直火で加熱するとき、液は暗赤色を経て褐色となる。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.0 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液は、フッ化物の定性反応を呈する。

(3) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア試液 2 mL を加えてろ過する。ろ液 5 mL に希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 0.5 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~淡黄褐色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/ジエチルアミン混液

(8:1:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 100 ℃, 2 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法

(1) 塩酸トリフルプロマジン 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7:3) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.888 mg $C_{18}H_{19}F_3N_2S \cdot HCl$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.0 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

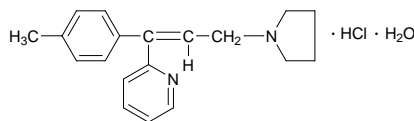
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003647

塩酸トリプロリジン

Tripolidine Hydrochloride



$C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl \cdot H_2O$: 332.87

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸トリプロリジン ($C_{19}H_{22}N_2 \cdot HCl$: 314.85) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に極めて溶けやすく、水、エタノール、クロロホルム又は *n* ブタノールに溶けやすく、エーテル又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は光によって、徐々に着色する。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 5 mL を加えて溶かし、ライネツケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に氷酢酸 5 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 0.5 mL を加えるとき、試液の紅色は消える。

(3) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 229 ~ 233 nm 及び 276 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2600 cm^{-1} , 1630 cm^{-1} , 1580 cm^{-1} , 845 cm^{-1} 及び 773 cm^{-1} に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 118 ~ 121 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明であり、濁りを認めても次の濁度比較液より濃くない。

濁度比較液：0.1 mol/L 塩酸 14.1 mL に水を加えて正確に 50 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 0.50 mL に水を加えて 20 mL とし、これに希硝酸 3 mL、デキストリン溶液 (1/50) 0.20 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えて 15 分間放置する。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/薄めた強アンモニア水 (1/20)/エタノール混液 (6:3:2) を展開溶媒として約 12 cm 遮光して展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 4.5 ~ 6.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.485 mg $C_{16}H_{22}N_2 \cdot HCl$

貯法

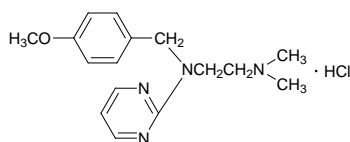
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107268

塩酸トンジルアミン

Thonzylamine Hydrochloride



$C_{16}H_{22}N_4O \cdot HCl$: 322.83

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸トンジルアミン ($C_{16}H_{22}N_4O \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶け

にくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.025 g に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は赤色を呈する。この液に水 20 mL を注意して加えるとき、液の色は直ちに消えて混濁し、更に 2 ~ 3 分間放置するとき、白色~淡黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1/100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1/50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

融点 173 ~ 176 $^{\circ}C$

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.30 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液 (200:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽の中に入れるとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}C$, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7:3) 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.142 mg $C_{16}H_{22}N_4O \cdot HCl$

貯法

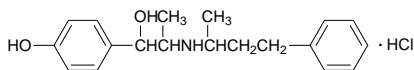
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

110783

塩酸ナイリドリン

Nylidrin Hydrochloride

 $C_{19}H_{25}NO_2 \cdot HCl$: 335.87

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ナイリドリン ($C_{19}H_{25}NO_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール又はギ酸にやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、氷酢酸、無水酢酸、アセトン、酢酸エチル、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL を加えて溶かし、 α -ニトロソ ナフトールのエタノール溶液 (1 : 100) 0.5 mL を加え、沸騰するまで加熱し、硝酸 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に水 100 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する。抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 10 g を加え、振り混ぜて 10 分間放置した後、ろ過し、クロロホルムを減圧で留去する。残留物を希エタノールから再結晶し、デシケーター (減圧、五酸化リン) で 1 時間乾燥するとき、その融点は 109 ~ 114 °C である。

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

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アセトン/水/氷酢酸混液 (5 : 2 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 5 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

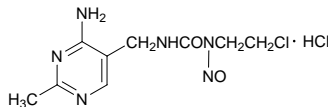
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.587 $C_{19}H_{25}NO_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

104571

塩酸ニムスチン

Nimustine Hydrochloride

 $C_9H_{13}ClN_6O_2 \cdot HCl$: 309.15

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ニムスチン ($C_9H_{13}ClN_6O_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、においはない。

本品は水又はメタノールにやや溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、無水エタノールに溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 0.025 g を水 50 mL に溶かし、その 1 mL をとり、水を加えて 20 mL とする。この液 1 mL にグリース試液 3 mL 及び薄めた塩酸 (27 : 100) 1 mL を加えて密栓し、30 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の薄めた塩酸 (1 : 2500) 溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm に吸収の極大を示し、211 ~ 215 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3430 cm^{-1} , 3290 cm^{-1} , 3100 cm^{-1} , 1712 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1478 cm^{-1} , 1160 cm^{-1} , 1087 cm^{-1} 及び 795 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (245 nm): 480 ~ 510 [0.05 g, 薄めた塩酸 (1 : 2500), 5000 mL]。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g を分解フラスコに入れ、硝酸 5 mL 及び硫酸 3 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL ずつを数回加えて加熱し、液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 10 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液 2.0 mL を加え，以下検液の試験と同様に操作する（2 ppm 以下）。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。これらの液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液（3：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.0 % 以下（0.5 g，容量滴定法，直接滴定）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り，無水酢酸/氷酢酸混液（7：3）80 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.915 mg $C_8H_{11}ClN_2O_2 \cdot HCl$

貯法

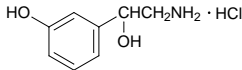
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003651

dl 塩酸ノルフェネフリン

dl Norfenefrine Hydrochloride



$C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$: 189.64

本品を乾燥したものは定量するとき，dl 塩酸ノルフェネフリン（ $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$ ）98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノールにやや溶けやすく，エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液（1 : 100）の pH は 4.8 ~ 5.8 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液（1 : 100）1 mL に硫酸銅試液 1 滴を加え，更に水酸化ナトリウム溶液（1 : 5）1 mL を加えるとき，液は青色を呈する。次にエーテル 1 mL を加えて振り混ぜるとき，エーテル層は青色を呈しない。

(2) 本品の水溶液（1 : 100）1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき，液は持続する紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液（1 : 100）は塩化物の定性反応（2）を呈する。

融点 157 ~ 160 $^{\circ}C$

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に，水 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う。比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 1 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(4) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり，試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える（0.048 % 以下）。

(5) ケトン 本品 0.20 g に水 1 mL を加えて溶かし，ニトロプルシドナトリウム試液 1 mL を加え，氷酢酸 0.6 mL を加えるとき，液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：本品を用いないで，同様に操作する。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり，メタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とし試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 20 mL とし，この液 2 mL を正確に量り，メタノールを加えて正確に 10 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/氷酢酸混液（20：2：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 : 50）を均等に噴霧した後 100 $^{\circ}C$ で 20 分間加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g，減圧，シリカゲル，3 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，ヨウ素ビンに入れ，水 40 mL を加えて溶かし，正確に 0.05 mol/L 臭素液 50 mL を加える。更に塩酸 5 mL を加えて直ちに密栓し，振り混ぜた後，15 分間放置する。これにヨウ化カリウム試液 10 mL を注意して加え，よく振り混ぜた後，5 分間放置し，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 3.1607 mg $C_8H_{11}NO_2 \cdot HCl$

貯法

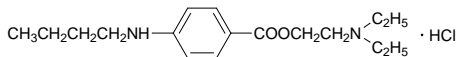
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105022

塩酸パラブチルアミノ安息香酸 ジエチルアミノエチル

p Butylaminobenzoyldiethylaminoethanol Hydrochloride

 $\text{C}_{17}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl} : 328.88$

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸パラブチルアミノ安息香酸ジエチルアミノエチル ($\text{C}_{17}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、メタノール、氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、無水エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：101 ~ 106 °C

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 40 mL で抽出する。エーテル抽出液は、水 10 mL ずつで 3 回洗い、無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を冷所に放置し、結晶を析出させるとき、その融点は、30 ~ 36 °C である (第 2 法)。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 223 ~ 227 nm 及び 308 ~ 312 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 4.3 ~ 5.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム/強アンモニア水混液 (50 : 50 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.888 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$

貯法

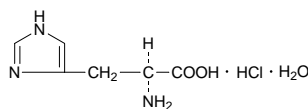
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003678

L 塩酸ヒスチジン

L Histidine Monohydrochloride

 $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O} : 209.63$

本品を乾燥したものは定量するとき、L 塩酸ヒスチジン ($\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は初め酸味があり、後にわずかに苦い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3410 cm^{-1} , 2010 cm^{-1} , 1607 cm^{-1} 及び 1499 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +8.5 \sim +10.0^\circ$ (乾燥後, 5.5 g, 6 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(3) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

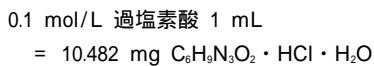
(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のアミノ酸 本品 0.20 g をとり、水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/強アンモニア水混液 (67 : 33) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、氷酢酸 45 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

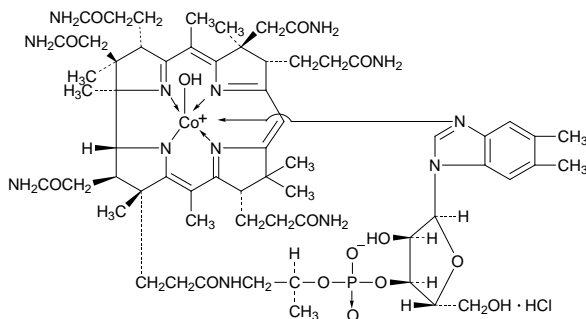


貯法 容器 気密容器。

102981

塩酸ヒドロキシコバラミン

Hydroxocobalamin Hydrochloride



$\text{C}_{62}\text{H}_{89}\text{CoN}_{13}\text{O}_{15} \cdot \text{HCl} : 1382.82$

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸ヒドロキシコバラミン ($\text{C}_{62}\text{H}_{89}\text{CoN}_{13}\text{O}_{15} \cdot \text{HCl}$) 95.0 % 以上を含む。
性状 本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすい。

本品は乾燥すると、徐々に分解する。

確認試験

(1) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を加えて混ぜ、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で碎き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し、酢酸ナトリウム 0.5 g、希酢酸 0.5 mL 及び 1 ニトロソ 2 ナフトール 3 β ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1 : 500) 0.5 mL を加えるとき、液は直ちに赤色~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5 mL を追加し、1 分間煮沸しても液の赤色は消えない。

(2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 275 nm, 350 ~ 352 nm 及び 522 ~ 530 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は約 0.8, A_3/A_2 は約 0.3 である。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 他のコバラミン類 ジエチルアミノエチルセルロースに 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えてかき混ぜ、かゆ状にした後、水を加えて薄め、放置して沈殿させ、液は傾斜して捨てる。更に水を加えてかき混ぜ、吸引ろ過し、ろ液は捨てる。更に洗液がリトマス紙に対し中性となるまで、水で繰り返し洗って得たジエチルアミノエチルセルロースの一部に、水を加えてかき混ぜ、薄いかゆ状にしてから、下部にガラス綿を詰めた長さ 220 mm、内径 12 mm のカラムクロマト管に流し込み、高さ約 190 mm になるまで沈殿させて詰める。つづいて流出液が澄明で、pH が一定になるまで水で洗った後、高さ約 145 mm までガラス棒でつき、詰める。別にカルボキシメチルセルロースに 0.5 mol/L 塩酸試液を加えてかき混ぜ、かゆ状にした後、水を加えて薄め、放置して沈殿させ、液は傾斜して捨てる。更に水を加えてかき混ぜ、吸引ろ過し、ろ液は捨てる。洗液がリトマス紙に対し中性となるまで、水で繰り返し洗って得たカルボキシメチルセルロースの一部を、長さ 220 mm、内径 12 mm のカラムクロマト管に入れ、高さ約 100 mm までガラス棒でつき、詰める。つづいて流出液が澄明で、pH が一定になるまで水で洗う。それぞれのカラムの上にガラス綿の栓を詰め、カラムの上にごく少量の水が残る程度まで水を流出させた後、ジエチルアミノエチルセルロースカラムの流出液がカルボキシメチルセルロースカラムに入るようにカラムクロマト管を固定する。

本品約 0.050 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、1 mol/L 塩酸試液を滴加して pH 4.0 以下に調整した液を、ジエチルアミノエチルセルロースカラムの上方より入れ、両方のカラムを通過させ、最初に流出する無色の流出液は捨てる。更に水を加えて溶出し、カルボキシメチルセルロースカラムから流出する有色溶出液を褐色のメスフラスコ中に集め、50 mL とする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 361 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定し、次式により他のコバラミン類の量を算出するとき、3.0 % 以下である。

他のコバラミン類の量 (%)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A}{207} \times 50000$$

(2) 酸性不純物 (1) の試験に用いたジエチルアミノエチルセルロースカラムに塩化ナトリウム溶液 (1 : 100) を加えて溶出し、流出液を褐色のメスフラスコ中に集め、50 mL とする。この液につき、塩化ナトリウム溶液 (1 : 100) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 351 ~ 361 nm の間の吸収の極大波長で吸光度 A を測定し、次式により酸性不純物の量を算出するとき、3.0 % 以下である。

酸性不純物の量 (%)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A}{190} \times 50000$$

乾燥減量 8.0 ~ 12.0 % (0.1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 100 °C, 4 時間)。

定量法 本品約 0.1 g を吸湿しないように注意して精密に量り, 褐色のメスフラスコに入れ, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし, 100 mL とする。この液 2 mL を褐色のメスフラスコに正確に量り, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 100 mL とする。この液につき, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし, 波長 351 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

塩酸ヒドロキシコパラミン

$$(\text{C}_{62}\text{H}_{88}\text{CoN}_{15}\text{O}_{15}\text{P} \cdot \text{HCl}) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{190} \times 50000$$

貯法

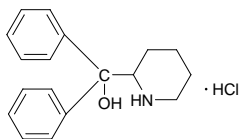
保存条件 遮光して, 冷所に保存する。

容器 気密容器。

105224

塩酸ピプラドロール

Pipradorol Hydrochloride



$\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{HCl}$: 303.83

本品を乾燥したものは定量するとき, 塩酸ピプラドロール ($\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{HCl}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

本品はメタノールに溶けやすく, 水又はエタノールにやや溶けにくく, 氷酢酸に溶けにくく, 無氷酢酸に極めて溶けにくく, クロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点: 約 295 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg をとり, ホルマリン・硫酸試液 3 滴を加えるとき, 液は黄色を呈し, 次にだいたい色となり, 更に赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (3 : 10000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 244 ~ 246 nm に吸収の極小を, 257 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加え, 加温して溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10

ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.5 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり, メタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (4 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき, 黄赤色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, 氷酢酸 30 mL 及び無氷酢酸 30 mL を加えて溶かし, 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.191 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO} \cdot \text{HCl}$

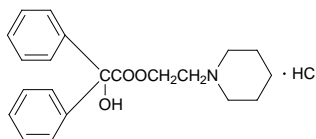
貯法 容器 気密容器。

003653

塩酸ピペタナート

Pipethanate Hydrochloride

塩酸ピペサネート



$\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$: 375.89

本品を乾燥したものは定量するとき, 塩酸ピペタナート ($\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{NO}_3 \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく, 水, 氷酢酸又はジクロロメタンにやや溶けにくく, 無氷酢酸, エタノール又はアセトンに溶けにくく, n ブタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 0.5 mL を加えて溶かすとき, 液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき, 淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 2500) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 249 ~ 253 nm, 256 ~ 260 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 175 ~ 178 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にジクロロメタン 25 mL を加えて溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 酸又はアルカリ 本品 0.5 g に新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 2 滴を加え、試料溶液とする。

(i) 試料溶液 20 mL に 0.01 mol/L 硫酸 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(ii) 試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/n ブタノール/氷酢酸混液 (2:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、青紫色の単一スポットを認めるか、又は他のスポットを認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に入れるとき、黄色~黄褐色の単一スポットを認めるか、又は他のスポットを認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7:3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

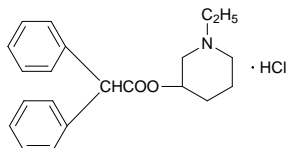
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.589 mg $C_{21}H_{25}NO_3 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

003654

塩酸ピペリドレート

Piperidolate Hydrochloride



$C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$: 359.89

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ピペリドレート ($C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水 50 mL を加えて溶かし、かき混ぜながらピクリン酸試液 4 mL を滴加する。沈殿が生じて液が澄明になるまで放置する。沈殿をろ取りし、水 50 mL で洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 141 ~ 144 $^{\circ}$ C である。

(2) 本品 0.05 g に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 252 ~ 255 nm 及び 257 ~ 260 nm に吸収の極大を示す。

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

pH 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点 194 ~ 198 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (5:1) 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

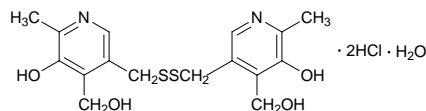
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.989 mg $C_{21}H_{25}NO_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003655

塩酸ピリチオキシン

Pyriothioxin Hydrochloride



$C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 459.41

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ピリチオキシン ($C_{16}H_{20}N_2O_4S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は類白色の結晶性の粉末で、においはなく、苦味及び酸味がある。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、氷酢酸に極めて溶けにくく、無水酢酸、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。本品の水溶液 (1 : 10) の pH は約 2.5 である。

融点: 約 135 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 1000) 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい褐色を呈し、塩酸 1 mL を追加するとき、黄色に変わる。
- (2) 本品の水溶液(1 1000) 1 mL に 2 β ジプロムキノクロルイミドのエタノール溶液(1 4000) 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。また、本品の水溶液(1 1000) 1 mL にホウ酸飽和溶液 1 mL を加えた後、同様の操作を行うとき、液は青色を呈しない。
- (3) 本品 10 mg に酢酸鉛試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液(1 10) 5 mL の混液を加えて溶かし、加温するとき、液は黄色から褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。
- (4) 本品の希硫酸溶液(1 1000) 10 mL にヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加え、更にカドミウム末 2 g を加えて激しく振り混ぜるとき、液の色は徐々に脱色する。
- (5) 本品の水溶液(1 10) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(5 ppm 以下)。
- (3) 遊離イオウ 本品 0.50 g に水 50 mL を加えて溶かし、ベンゼン 20 mL を加えて激しく振り混ぜる。ベンゼン層を分取し、その 10 mL をとり、100 mL の共栓フラスコに入れ、金属ナトリウムの新しい切片 0.05 g を加えて 1 分間静かに振り混ぜた後、エタノール 10 mL を加え、金属ナトリウムの小片が消失するまで放置する。更に酢酸亜鉛試液 10 mL 及び水 60 mL を加えて穏やかに振り混ぜた後、*N,N* ジメチル *p* フェニレンジアミン試液 10 mL を層積し、直ちに硫酸アンモニウム鉄(III) 試液* 2 mL を加え、激しく振り混ぜて放置するとき、水層の色は淡緑青色~青色を呈しない。

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 減圧, 硫酸, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸 20 mL 及び無水酢酸 120 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 22.970 \text{ mg } C_{19}H_{21}N_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$$

貯法

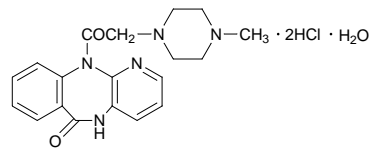
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108267

塩酸ピレンゼピン

Pirenzepine Hydrochloride


 $C_{19}H_{21}N_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O : 442.34$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ピレンゼピン($C_{19}H_{21}N_3O_2 \cdot 2HCl : 424.33$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、無水エタノールに極めて溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 100) は酸性である。

融点: 約 245 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液(1 40000) につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1710 cm^{-1} , 1668 cm^{-1} , 1596 cm^{-1} 及び 756 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液(1 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 F 1.2 mL に薄めた塩酸(1 40) 8.8 mL を加える。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、アンモニア・メタノール試液 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/酢酸 *n* ブチル/アセトン/アンモニア試液混液(4:4:2:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 3.5 ~ 5.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.144 mg $C_{19}H_{21}N_5O_2 \cdot 2HCl$

貯法

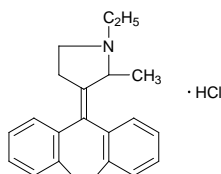
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105229

塩酸ピロヘプチン

Piroheptine Hydrochloride



$C_{22}H_{25}N \cdot HCl$: 339.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ピロヘプチン ($C_{22}H_{25}N \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、水にやや溶けにくく、アセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光により徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 3 mL を加えて溶かすとき、液は淡褐色を呈する。この液に重クロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき、液の色は暗褐色に変わる。

(2) 本品 0.075 g にメタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 2 mL にメタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 243 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL に硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白濁する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に、クロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。また、この液につき、波長 400 nm における吸光度を測定するとき、0.1 以下である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料

溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (7 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。冷後、ヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置した後、観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、クロロホルム 20 mL を加えて溶かした後、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 100) 10 mL を加えて振り混ぜ、抽出する。更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し、それぞれのクロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム約 5 g をおいた漏斗でろ過し、ろ液はフラスコに入れる。漏斗はクロロホルム 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液は先のフラスコに入れる。この液に非水滴定用氷酢酸 20 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.990 mg $C_{22}H_{25}N \cdot HCl$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

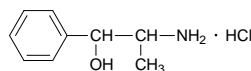
容器 気密容器。

105162

塩酸フェニルプロパノールアミン

Phenylpropanolamine Hydrochloride

dl 塩酸ノルエフェドリン



$C_9H_{13}NO \cdot HCl$: 187.67

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フェニルプロパノールアミン ($C_9H_{13}NO \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はエタノールに溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、アセトニトリル又はエーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL に硫酸銅試液 0.1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。この液にエーテル 1 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、エーテル層は紫色、水層は青色となる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm, 254 ~ 258 nm 及び 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3340 cm^{-1} , 3010 cm^{-1} , 2480 cm^{-1} , 1585 cm^{-1} , 1242 cm^{-1} , 1031 cm^{-1} ,

996 cm^{-1} , 747 cm^{-1} 及び 704 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
(4) 本品の水溶液(1 50)は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 3.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

融点 194 ~ 197 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.8 g をとり、試験を行う。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.030 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(4) フェノン類 本品 1.0 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 283 nm における吸光度は 0.025 以下である。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のフェニルプロパノールアミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のフェニルプロパノールアミンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：1 デカンスルホン酸ナトリウムの薄めた氷酢酸(1 100)溶液(3 1250) / アセトニトリル混液(3:2)

流量：フェニルプロパノールアミンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.03 g を移動相に溶かし、*p* アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(3 2000) 1 mL を加え、移動相を加えて 10 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、フェニルプロパノールアミン、*p* アミノ安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たフェニルプロパノールアミンのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：フェニルプロパノールアミンの保持時間の約 3.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

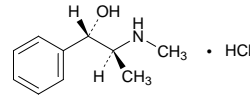
定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL を加え、超音波処理して溶かした後、無水酢酸 70 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.767 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{NO} \cdot \text{HCl}$
貯法 容器 密閉容器。

531005

塩酸プソイドエフェドリン

Pseudoephedrine Hydrochloride



$\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{NO} \cdot \text{HCl}$: 201.69

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸プソイドエフェドリン($\text{C}_{10}\text{H}_{15}\text{NO} \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすく、無水酢酸にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3270 cm^{-1} , 3010 cm^{-1} , 2477 cm^{-1} , 1590 cm^{-1} , 1455 cm^{-1} 及び 1375 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液(1 15)は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰: +61.0 ~ 62.5°(乾燥後, 1 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

融点 182 ~ 186 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

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

(3) 類縁物質 本品 0.075 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプソイドエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液のプソイドエフェドリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：257 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用フェニル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：45 °C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 10.9 g を水 940 mL に溶かし、酢酸(100)を加え、pH 4.0 に調整後、メタノール

ル 60 mL を加えて混和する。

流量：プソイドエフェドリンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からプソイドエフェドリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L から得たプソイドエフェドリンのピーク面積が、標準溶液のプソイドエフェドリンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：本品 10 mg 及び塩酸エフェドリン 10 mg を移動相 100 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エフェドリン、プソイドエフェドリンの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プソイドエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 15 mL を加え、加温して溶かす。冷後、無水酢酸 35 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

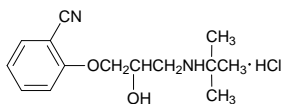
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.169 mg $C_{10}H_{15}NO \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

108439

塩酸ブニトロロール

Bunitrolol Hydrochloride



$C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$: 284.78

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブニトロロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はエタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 5 mg を水 1 mL に溶かし、リンタングステン酸試液 1 mL を加えるとき、淡黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 40000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 230 ~ 234 nm 及び 291 ~ 295 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} 、2230

cm^{-1} 、1602 cm^{-1} 、1264 cm^{-1} 及び 754 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.6 である。

融点 161 ~ 165 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/n ヘキサン/強アンモニア水混液 (60 : 20 : 20 : 3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。冷後、ヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

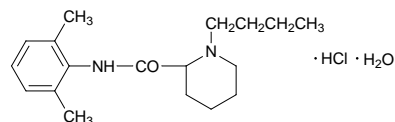
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.478 mg $C_{14}H_{20}N_2O_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003659

塩酸プビバカイン

Bupivacaine Hydrochloride



$C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O$: 342.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸プビバカイン ($C_{18}H_{28}N_2O \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、無水酢酸、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点：約 250 $^{\circ}$ C (分解、乾燥後)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 1 mL にライネッケ塩試液

5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 264 nm 及び 270 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水に溶かし 100 mL とした液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g に、水 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 20 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

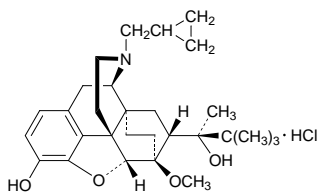
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.489 mg $C_{28}H_{41}N_2O \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

108510

塩酸ブプレノルフィン

Buprenorphine Hydrochloride



$C_{28}H_{41}NO_4 \cdot HCl$; 504.10

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブプレノルフィン ($C_{28}H_{41}NO_4 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 268 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg にホルマリン・硫酸試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈し、次に濃紫色に変わる。

(2) 本品 0.01 g に α -ニトロソ ナフトールのエタノール溶液 (3 1000) 0.2 mL 及び薄めた硝酸 (1 3) 0.2 mL を加えて水浴上で加熱するとき、液は赤紫色を呈す

る。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 288 nm に吸収の極大を、256 ~ 260 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 3150 cm^{-1} , 2970 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1505 cm^{-1} 及び 1473 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1 100) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D: -92 ~ -98° (乾燥後, 0.4 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は無色 ~ 微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相に溶かして正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の主ピーク以外の各々のピーク面積は、標準溶液のブプレノルフィンの面積の 1/4 より大きくなく、また、それらのピーク面積の合計は、標準溶液のブプレノルフィンの面積の 13/20 より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 288 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: メタノール/酢酸アンモニウム溶液 (1 100) / 氷酢酸混液 (6000 : 1000 : 1)

流量: ブプレノルフィンの保持時間が約 17 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品 0.020 g 及び *p* ヒドロキシ安息香酸 *n* ノニール 5 mg を移動相 100 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*p* ヒドロキシ安息香酸 *n* ノニール、ブプレノルフィンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブプレノルフィンのピーク高さが 30 ~ 60 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 試料注入後からブプレノルフィンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 5 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

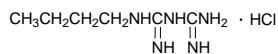
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.41 mg $C_{23}H_{41}NO_4 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

003660

塩酸ブホルミン

Buformine Hydrochloride



$C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$: 193.68

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ブホルミン ($C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 2000) 5 mL にニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 25) 5 mL にアンモニア銅試液 2 滴を加えるとき、淡赤紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 : 125000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 232 ~ 234 nm に吸収の極大を、213 ~ 216 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 175 ~ 180 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

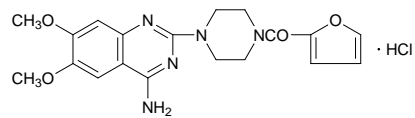
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.684 mg $C_6H_{15}N_5 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

108288

塩酸プラゾシン

Prazosin Hydrochloride



$C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$: 419.86

本品を定量するとき、塩酸プラゾシン ($C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状

本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水、クロロホルム又はエーテルにほとんど溶けない。融点: 約 274 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg にクエン酸の無水酢酸溶液 (1 : 100) 2 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の塩酸メタノール試液溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 245 ~ 249 nm, 328 ~ 332 nm 及び 341 ~ 345 nm に吸収の極大を示し、292 ~ 296 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3130 cm^{-1} , 1647 cm^{-1} , 1595 cm^{-1} , 1281 cm^{-1} , 1109 cm^{-1} 及び 1015 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品 0.1 g に水 5 mL を加え、アンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に氷酢酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (25 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.060 g をメタノール/クロロホルム/ジエチルアミン混液 (10 : 10 : 1) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム/ジエチルアミン混液 (10 : 10 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 20 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホ

ルム抽出液は、毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウムをおいた漏斗でろ過する。クロロホルム 20 mL で無水硫酸ナトリウムを洗った後、全クロロホルム抽出液及び洗液を合わせ、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.99 mg $C_{19}H_{21}N_5O_4 \cdot HCl$

貯法

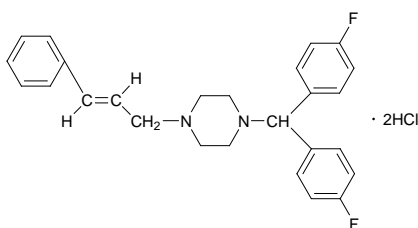
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109278

塩酸フルナリジン

Flunarizine Hydrochloride



$C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$: 477.42

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フルナリジン ($C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$) 98.5 % 以上を含み、またフッ素 (F : 19.00) 7.2 ~ 8.8 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

本品はエタノールにやや溶けやすく、メタノール、クロロホルム又は氷酢酸にやや溶けにくく、水又は無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 209 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 3 mg をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かし、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 252 ~ 256 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 0.015 g をとり、水 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は、フッ化物の定性反応を呈する。
- (4) 本品 0.01 g を水 10 mL に溶かし、希硝酸 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準溶液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料

溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板 (蛍光剤入り) にスポットする。次にテトラヒドロフラン/水/メタノール/強アンモニア水混液 (40 : 30 : 30 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法

(1) 塩酸フルナリジン 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、氷酢酸 20 mL 及び無水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.871 mg $C_{26}H_{26}F_2N_2 \cdot 2HCl$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 4 mg を精密に量り、水 15 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

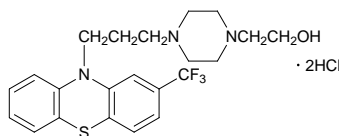
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102379

塩酸フルフェナジン

Fluphenazine Hydrochloride



$C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$: 510.44

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フルフェナジン ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又は氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、アセトン又は無水酢酸に極めて溶けにくく、エーテル、クロロホルム又はシクロヘキサンにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 1.3 ~ 2.3 である。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

- (1) 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液はだいだい色を呈する。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを

吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品の水溶液(1 50)は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(30 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール溶液を加えて正確に 10 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液を加え、正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/シクロヘキサン/強アンモニア水混液(16:6:1)を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}$ C, 1 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液(7:3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ &= 25.522 \text{ mg } \text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{F}_3\text{N}_2\text{OS} \cdot 2\text{HCl} \end{aligned}$$

貯法

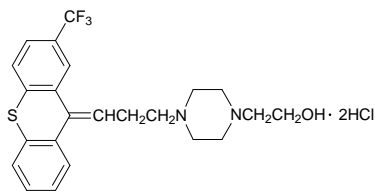
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102376

塩酸フルペンチキソール

Flupentixol Dihydrochloride



$\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{F}_3\text{N}_2\text{OS} \cdot 2\text{HCl}$: 507.44

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フルペンチキソール($\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{F}_3\text{N}_2\text{OS} \cdot 2\text{HCl}$) 98.0 % 以上を含み、また、フッ素(F: 18.998) 10.1 ~ 12.4 % を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の粉末で、においはなく、味は収れん性である。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、ジオキサン又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に硫酸 2 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。この液に水 5 ~ 10 mL を注意して加えるとき、液の色は消える。

(2) 本品の水溶液(1 10) 2 mL に臭素試液 1 mL を加え、振り混ぜるとき、臭素の色は消える。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 232 nm 及び 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 7 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(5) 本品の水溶液(1 10)は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 2.0 ~ 3.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g を白金のつぼにとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g を白金のつぼにとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/シクロヘキサン/ジエチルアミン混液(7:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) α 体・ 体含有比 本品約 0.025 g をとり、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法によって、波数 1000 ~ 800 cm^{-1} における赤外吸収スペクトルを測定する。得られたスペクトルから 882 cm^{-1} 、911.5 cm^{-1} 及び 897.5 cm^{-1} における透過率 T_{882} 、 $T_{911.5}$ 及び $T_{897.5}$ を読み取り、次式により吸光度比 f を求める。

$$f = \frac{A_{911.5\text{cm}^{-1}}}{A_{897.5\text{cm}^{-1}}} = \frac{\log \frac{T_{882}}{T_{911.5}}}{\log \frac{T_{882}}{T_{897.5}}}$$

ここで得た f 値を用い、次式によって、 α 体・ 体含有比を求めるとき、その値は 0.67 ~ 1.50 である。

α 体・ 体含有比

$$= \frac{10.34 + 40.14 \times f - 9.642 \times f^2 + 0.8798 \times f^3}{89.66 - 40.14 \times f - 9.642 \times f^2 - 0.8798 \times f^3}$$

乾燥減量 2.0 % 以下(1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g, 白金のつぼ)。

定量法

(1) 塩酸フルベンチキソール 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 10 mL を加えて溶かした後、希水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、クロロホルム 40 mL ずつで 3 回抽出する。各クロロホルム抽出液は、漏斗上に無水硫酸ナトリウム 10 g を層積した脱脂綿を通してろ過する。ろ液を合わせ、ジオキサン 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て、青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 25.372 \text{ mg } C_{23}H_{25}F_3N_2OS \cdot 2HCl$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 7 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。ただし、試験液及び補正液は 2 mL ずつを正確に量り、呈色を行う。

フッ素(F)の量(mg) = 標準液5mL中のフッ素の量(mg)

$$\times \frac{A_T - A_C}{A_S} \times 25$$

貯法

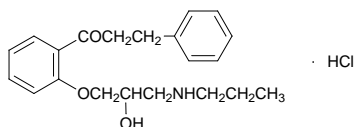
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109551

塩酸プロパフェノン

Propafenone Hydrochloride


 $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl : 377.90$

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸プロパフェノン ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく、水、酢酸(100)又はクロロホルムに溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくい。

本品のメタノール溶液(1 : 100)は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 20 mL に加温して溶かし、冷後、これを試料溶液とする。試料溶液 3 mL に水を加えて 500 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm 及び 302 ~ 306 nm に吸収の極大を示し、272 ~ 276 nm に吸収の極小を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 2.30 ~ 2.55 である。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2970 cm^{-1} 、 2780 cm^{-1} 、

1662 cm^{-1} 、 1595 cm^{-1} 、 1486 cm^{-1} 、 1451 cm^{-1} 、 1240 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) (1)の試料溶液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、生じる沈殿をろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 0.5 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 5.2 ~ 6.2 である。

融点 $172 \sim 175 \text{ }^\circ\text{C}$

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を操作条件 1 の移動相 1 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相 1 を加えて正確に 50 mL とする。この液 2.5 mL を正確に量り、指標物質としてフタル酸ジフェニル*のメタノール溶液(1 : 2000) 2.5 mL を加え、移動相 1 を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の二条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、次の式により類縁物質の総量を計算するとき、その量は 0.5 % 以下である。

類縁物質の総量 [塩酸プロパフェノン ($C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$) とし

$$= \left(\frac{A_{T1}}{A_{S1}} + \frac{A_{T2}}{A_{S2}} \right) \times 0.1$$

A_{T1} : 操作条件 1 で得た試料溶液のピークのうち指標物質より前に溶出されるプロパフェノン以外のピークの合計面積

A_{T2} : 操作条件 2 で得た試料溶液のピークのうち指標物質より後に溶出されるピークの合計面積

A_{S1} : 操作条件 1 で得た標準溶液のプロパフェノンのピーク面積

A_{S2} : 操作条件 2 で得た標準溶液のプロパフェノンのピーク面積

操作条件 1

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

移動相 1: 1 ノナンスルホン酸ナトリウムを 0.02 mol/L 含む 0.02 mol/L リン酸/アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量: 指標物質の保持時間が約 39 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品 0.012 g 及び安息香酸イソプロピル 0.05 g をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロパフェノン、安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μL から得たプロパフェノンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：指標物質の保持時間の範囲。ただし、溶媒ピークが検出される場合にはその後から指標物質の保持時間の範囲。

操作条件 2

検出器，カラム，カラム温度及びカラムの選定は操作条件 1 を準用する。

移動相 2 : 1 デカンスルホン酸ナトリウムを 0.03 mol/L 含む 0.02 mol/L リン酸/アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：指標物質の保持時間が約 11 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たプロパフェノンのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する。

面積測定範囲：指標物質のピークの後から指標物質の保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.3 g を精密に量り，クロロホルム 40 mL 及び酢酸 (100) 40 mL を加えて溶かし，硝酸ピスマス試液 3.5 mL を加え，0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.5 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.895 mg $C_{21}H_{27}NO_3 \cdot HCl$

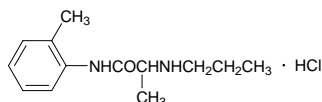
貯法 容器 密閉容器。

105605

塩酸プロピトカイン

Propitocaine Hydrochloride

塩酸プロピロカイン



$C_{13}H_{20}N_2O \cdot HCl$: 256.77

本品を乾燥したものは定量するとき，塩酸プロピトカイン ($C_{13}H_{20}N_2O \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはない。

本品は水，メタノール，氷酢酸又はエタノールに溶けやすく，無水酢酸，アセトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.25 g に水 10 mL を加えて溶かし，水酸化ナトリウム溶液 (1 5) 1 mL を加えて振り混ぜた後，静置する。分離した油状物質をとり，エタノール 1 mL を加えて溶かし，塩化コバルト溶液 (1 10) 0.5 mL を加えて 2 分間振り混ぜるとき，青緑色の沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法のペースト法によって測定するとき，波数 3200 cm^{-1} ， $2800 \sim 2700\text{ cm}^{-1}$ ， $2550 \sim 2300\text{ cm}^{-1}$ ， 1710 cm^{-1} ， 1540 cm^{-1} 及び 760 cm^{-1} に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 20) は塩化物の定性反応 (2)

を呈する。

融点 $167 \sim 171\text{ }^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 5.0 g に，水を加えて溶かし，正確に 50 mL とした液の濁りは，次の比較液より濃くない。また，この液をろ過し，ろ液につき層長 5 cm で波長 405 nm 及び 436 nm における吸光度を測定するとき，その値はそれぞれ 0.020 以下及び 0.015 以下である。

比較液：塩化バリウム 4.45 g をとり，100 mL のメスフラスコに入れ，水を加えて溶かし，100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り，100 mL のメスフラスコに入れ，水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り，希硫酸 1 mL を加えてよく混和し，5 分間放置した後，水 60 mL を加える。

(2) 酸又はアルカリ 本品 0.20 g に，新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かし，0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えた液の pH は 4.6 以上である。また，これに 0.005 mol/L 硫酸 1 mL を正確に加えた液の pH は 4.6 以下である。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり，試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり，第 1 法により操作し，試験を行う。比較液には，鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) 鉄 本品 6.0 g をとり，50 mL のメスフラスコに入れ，薄めた塩酸 (1 100) を加えて溶かし，50 mL とし，試料溶液とする。別に鉄標準液 4.2 mL をとり，100 mL のメスフラスコに入れ，薄めた塩酸 (1 100) を加えて 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

波長：248.3 nm

(6) 銅 銅標準液* 2.0 mL をとり，100 mL のメスフラスコに入れ，薄めた塩酸 (1 100) を加えて 100 mL とする。この液 2.0 mL をとり，100 mL のメスフラスコに入れ，薄めた塩酸 (1 100) を加えて 100 mL とする。この液 15.0 mL をとり，25 mL のメスフラスコに入れ，薄めた塩酸 (1 100) を加えて 25 mL とし，標準溶液とする。(5) の試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：銅中空陰極ランプ

波長：324.7 nm

(7) 類縁物質 本品 1.0 g をとり，水 0.2 mL 及びエタノールを加えて溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，エタノールを加えて正確に 200 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 20 μ L，標準溶液 4 μ L 及び 8 μ L をそれぞれ薄層クロマト

グラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸エチル/強アンモニア水混液(80:25:3)の上層を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射して観察した後、ヨウ素蒸気を満たしたガラス槽中に2時間放置し、再び観察する。いずれの観察法によっても、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、それぞれが標準溶液8μLから得たスポットより濃くなく(0.2%以下)、また、それらの総量は0.5%以下である。

乾燥減量 0.30%以下(1g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.4gを精密に量り、氷酢酸20mLを加えて溶かし、無水酢酸40mLを加え、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(指示薬:塩化メチルロザニリン試薬2滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

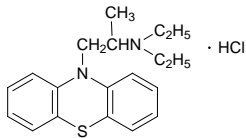
0.1mol/L過塩素酸1mL = 25.677mg C₁₃H₂₀N₂O·HCl

貯法 容器 気密容器。

111572

塩酸プロフェナミン

Profenamine Hydrochloride



C₁₉H₂₄N₂S·HCl : 348.93

本品を乾燥したものを定量するとき、塩酸プロフェナミン(C₁₉H₂₄N₂S·HCl)98.5%以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、氷酢酸又はエタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、酢酸エチル、エーテル又は無水酢酸にはほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点:約222℃(分解)。

確認試験

(1) 本品5mgに硫酸5mLを加えて溶かすとき、液は紅色を呈し、放置するとき、徐々に濃赤色となる。この液を2分し、一部を直火で加熱するとき、液は褐色を経て赤紫色となる。他の一部に重クロム酸カリウム試液1滴を加えるとき、液は帯褐赤色を呈する。

(2) 本品0.2gに炭酸カリウム溶液(1:5)20mLを加えて激しく振り混ぜた後、エーテル10mLずつで2回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、蒸発乾固する。残留物にメタノール2mLを加え、加温して溶かし、これをあらかじめ50℃に加温したピクリン酸のメタノール溶液(1:25)10mLに加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから30分間放置する。結晶をろ取し、メタノールで洗い、デシケーター(減圧、シリカゲ

ル)で2時間乾燥するとき、その融点は139～143℃(分解)である。

(3) 本品のエタノール溶液(1:20000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長300～305nmに吸収の極大を、波長274～278nmに吸収の極小を示す。また、この液5mLをとり、エタノールを加えて25mLとした液は波長251～254nmに吸収の極大を示す。

(4) 本品0.2gに水20mL及び強アンモニア水2mLを加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液15mLをとり、希硝酸を加えて酸性にした液は塩化物の定性反応(2)を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品2.0gをとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(10ppm以下)。

(2) ヒ素 本品1.0gをとり、第3法により検液を調製し、装置Aを用いる方法により試験を行う(2ppm以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品0.10gをとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に10mLとし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に200mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にnブタノール/薄めたアンモニア試液(9:50)混液(5:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 105℃, 2時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(7:3)80mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL = 34.893mg C₁₉H₂₄N₂S·HCl

貯法

保存条件 遮光して保存する。

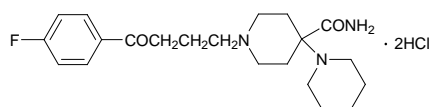
容器 密閉容器。

105205

塩酸フロロピパミド

Floropipamide Hydrochloride

塩酸ピバンペロン



C₂₁H₃₀FN₃O₂·2HCl : 448.40

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸フロロピパミド

($C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、苦味及び酸味がある。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、アセトン、酢酸エチル又は氷酢酸に極めて溶けにくく、無水酢酸にはほとんど溶けない。
融点：約 255 ℃ (分解)。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は約 3 である。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 10 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 20 mL 及びクロロホルム 50 mL を加え、振り混ぜて放置する。クロロホルム層を分取し、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 50 mL ずつで洗う。次にクロロホルム層に無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜた後、ろ過する。クロロホルムを水浴上で蒸発し、残留物をエタノールから 3 回再結晶し、デシケーター (シリカゲル) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 123 ~ 128 ℃ である。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 249 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

(4) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水/強アンモニア水混液 (130 : 50 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、赤だいたい色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g, 白金るつば)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 10 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 22.420 \text{ mg } C_{21}H_{30}FN_3O_2 \cdot 2HCl$$

貯法

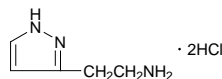
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100864

塩酸ベタゾール

Betazole Hydrochloride



$C_9H_9N_3 \cdot 2HCl$: 184.07

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ベタゾール ($C_9H_9N_3 \cdot 2HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水にやや溶けやすく、クロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は約 1.5 である。

融点：約 220 ℃ で一部軟化し、235 ~ 240 ℃ で融解する (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、ライネツケ塩溶液 (1 : 25) 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(3) 本品及び塩酸ベタゾール標準品を乾燥し、それぞれ赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルと標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに、同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれを水に溶かした後、水を蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

(4) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩素 本品を乾燥し、その約 0.20 g を精密に量り、水 5 mL を加えて溶かし、氷酢酸 5 mL 及びメタノール 50 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬：エオシン Y 試液 1 滴)。塩素含量は 37.8 ~ 38.9 % である。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 3.5453 \text{ mg Cl}$$

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) アミン 本品 0.10 g に、水 5 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え、注意して煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水 17 mL を加えて溶かし、塩酸 3 mL を加える。この液を沸騰するまで加熱し、かき混ぜながらリントングステン酸試液

15 mL を加える。更に絶えずかき混ぜながら 3 分間煮沸した後、室温まで放冷し、質量既知のガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。残留物を、ろ液に塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とした液で洗った後、100 °C で 2 時間乾燥し、質量を量り、ベタゾールリントングステン酸 [(C₅H₁₁N₃)₂ (PW₁₂O₄₀)₂: 6093.54] の量とする。

塩酸ベタゾール (C₅H₁₁N₃ · 2HCl) の量 (mg)

= ベタゾールリントングステン酸

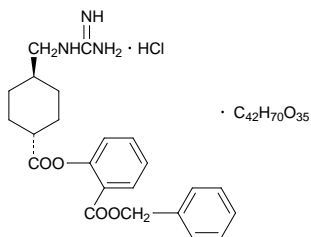
[(C₅H₁₁N₃)₂ (PW₁₂O₄₀)₂] の量 (mg) × 0.09062

貯法 容器 密閉容器。

531001

塩酸ベネキサート ベータデクス

Benexate Hydrochloride Betadex



C₂₃H₂₇N₃O₄ · HCl · C₄₂H₇₀O₃₅: 1580.92

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ベネキサート ベータデクス (C₂₃H₂₇N₃O₄ · HCl · C₄₂H₇₀O₃₅) 97.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水にやや溶けやすく、メタノール又はエタノールに極めて溶けにくく、アセトニトリル又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 221 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 500) 4 mL に α ナフトールのエタノール溶液 (1 → 50) 0.5 mL、ジアセチル試液 1 mL 及び水 5 mL を加えた後、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、30 分間放置するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.2 g をとり、メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、不溶物をろ取り、メタノール 2 mL ずつで 3 回洗う。この残留物をいったん 105 °C で 1 時間乾燥した後、水 5 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、ヨウ素試液 2 mL を加え、生じた沈殿を水浴中で加熱していったん溶かした後、室温に放置するとき、黄褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm⁻¹、1725 cm⁻¹、1664 cm⁻¹、1153 cm⁻¹、1077 cm⁻¹ 及び 1026 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰: +107 ~ +114° (脱水物に換算したもの 0.5 g、水、50 mL、100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 非包接塩酸ベネキサート 本品約 0.5 g を精密に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、アセトニトリル 30 mL を加えて時々振り混ぜながら 5 分間放置し、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にアセトニトリルを加えて 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ベネキサート標準品約 0.1 g を精密に量り、アセトニトリルに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にアセトニトリルを加えて 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のベネキサート及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するベネキサートのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、非包接塩酸ベネキサート (C₂₃H₂₇N₃O₄ · HCl: 445.94) の量は 1.0 % 以下である。

非包接塩酸ベネキサート (C₂₃H₂₇N₃O₄ · HCl) の量 (%)

$$= \frac{\text{脱水物に換算した塩酸ベネキサート標準品の量 (mg)}}{\text{脱水物に換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 10$$

内標準溶液 安息香酸フェニルのアセトニトリル溶液 (1 → 1000)

(4) サリチル酸ベンジル 定量法で得た試料溶液を試料溶液とする。別にサリチル酸ベンジル標準品約 0.04 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のサリチル酸ベンジル及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸ベンジルのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、サリチル酸ベンジル (C₁₄H₁₂O₃: 228.24) の量は 0.2 % 以下である。

サリチル酸ベンジル (C₁₄H₁₂O₃) の量 (%)

$$= \frac{\text{サリチル酸ベンジル標準品の量 (mg)}}{\text{脱水物に換算した試料の採取量 (mg)}} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 安息香酸フェニルの水/アセトニトリル混液 (1:1) 溶液 (1 → 400)

(5) その他の類縁物質 本品 0.20 g に水/アセトニトリル混液 (3:1) 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別に塩酸トランス 4 グアニジノメチルシクロヘキサノールボン酸標準品 4.0 mg に水/アセトニトリル混液 (3:1) を

加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/氷酢酸混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 8 オキシキノリンのアセトン溶液 (1 : 1000) を均等に噴霧し、風乾した後、更に臭素・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 5.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 30 mL を加えて溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ベネキサート標準品約 0.09 g (脱水物に換算したものを) を精密に量り、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて溶かし、内標準溶液 20 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のベネキサート及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するベネキサートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸ベネキサート ベータデクス

($C_{23}H_{27}N_3O_4 \cdot HCl \cdot C_{42}H_{70}O_{35}$) の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸ベネキサート標準品の量 (mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2} \times 3.545$$

内標準溶液 安息香酸フェニルの水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 溶液 (1 : 400)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：290 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/pH 4.3 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液 (11 : 9)

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する。

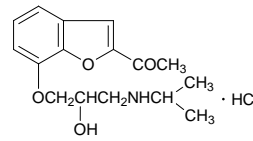
カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベネキサート、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

108436

塩酸ベフノロール

Befunolol Hydrochloride



$C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$: 327.80

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ベフノロール ($C_{18}H_{21}NO_4 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、無水酢酸、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし、アセトアルデヒド溶液 (1 : 20) 0.5 mL, ニトロプルシドナトリウム試液 0.2 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 0.5 mL を加え、しばらく放置するとき、液は青色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm 及び 293 ~ 297 nm に吸収の極大を示し、252 ~ 256 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 25) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

融点 164 ~ 168 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は微黄色～淡黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.034 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g を、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (15 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (4 : 1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

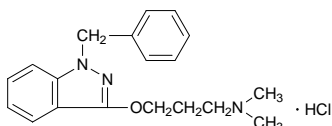
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.780 mg $C_{16}H_{21}NO_3 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

003665

塩酸ベンジダミン

Benzydamine Hydrochloride



$C_{19}H_{23}N_3O \cdot HCl$: 345.87

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ベンジダミン ($C_{19}H_{23}N_3O \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦く、舌を麻痺する。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 305 ~ 309 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) は塩化物の定性反応 (1) を呈する。

融点 158 ~ 161 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、液は変化しない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 6 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

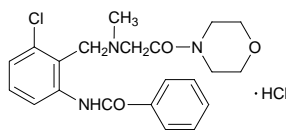
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.587 mg $C_{19}H_{23}N_3O \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

108456

塩酸ホミノベン

Fominoben Hydrochloride



$C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$: 438.35

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ホミノベン ($C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 213 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を水 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 3 mg を水酸化カリウム・メタノール試液 200 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1652 cm^{-1} , 1116 cm^{-1} , 854 cm^{-1} , 796 cm^{-1} 及び 712 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 1000) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.15 g を水 5 mL に溶かし、アンモニア試液 2.5 mL 及びクロロホルム 10 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、遠心分離する。クロロホルム層 5 mL を正確に量り、メタノール/氷酢酸混液 (1 : 1) 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (2 : 1 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (2 : 1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/無水エタノール/氷酢酸混液 (10 : 1 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過

塩素酸で滴定する（電位差滴定法）. 同様の方法で空試験を行い、補正する.

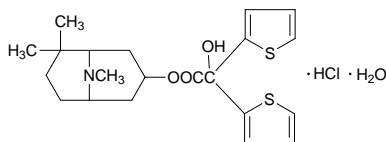
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 43.83 mg $C_{21}H_{24}ClN_3O_3 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器.

104026

塩酸マザチコール

Mazaticol Hydrochloride



$C_{21}H_{27}NO_3S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$: 460.05

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸マザチコール ($C_{21}H_{27}NO_3S_2 \cdot HCl$: 442.03) 98.0 ~ 101.5 % を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い.

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水又は無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない.

融点: 約 195 °C (分解) (乾燥後、試料を 105 °C 乾燥器中で毛細管に挿入する).

確認試験

(1) 本品 0.05 g に、塩酸ヒドロキシルアミンの無水エタノール溶液 (7 200) 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 4) 0.2 mL を加えて加熱沸騰させる. 冷後、1 mol/L 塩酸試液 2 mL を徐々に加えて振り混ぜ、無水エタノール 2 mL を加え、次に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する.

(2) 本品 5 mg に、氷酢酸 3 mL を加えて溶かし、ニンヒドリン・硫酸試液 1 mL を加え、振り混ぜて 1 ~ 2 分間放置するとき、液は暗緑色を呈する.

(3) 本品の水溶液 (3 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm に吸収の極大を示す.

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3150 cm^{-1} , 3100 cm^{-1} 及び 1722 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

(5) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する.

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとり、水 50 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である.

(2) 液性 (1) の溶液の pH は 4.5 ~ 5.5 である.

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、水を加えて加温して溶かし、40 mL とする. これに希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし、試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下).

(5) テニル酸 本品 0.010 g をとり、クロロホルム 1.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする. 別にテニル酸ナトリウム標準品 0.011 g を正確に量り (テニル酸として 0.010 g), メタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (4:2:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液からは暗灰色の単一のスポットを認める. もし異なる位置にスポットを認めてもその濃さは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 3.0 ~ 5.0 % (1 g, 105 °C, 4 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 10 mL を加えて溶かし、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い、補正する.

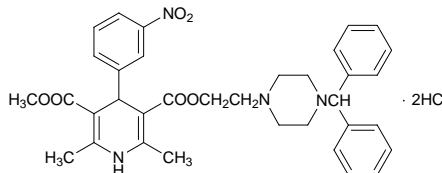
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.20 mg $C_{21}H_{27}NO_3S_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器.

109554

塩酸マニジピン

Manidipine Hydrochloride



$C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$: 683.62

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸マニジピン ($C_{35}H_{38}N_4O_6 \cdot 2HCl$) 98.5 % 以上を含む.

性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない.

本品のジメチルスルホキシド溶液 (1 100) は旋光性を示さない.

融点: 約 207 °C (分解).

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 1000) 2 mL に希塩酸 3 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する. ろ液につき、芳香族第一アミンの定性反応を行うとき、液は赤紫色を呈する.

(2) 本品の水/メタノール混液 (1:1) 溶液 (1 1000) 5 mL にドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、だいたい色の沈殿を生じる.

(3) 本品のメタノール溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 231 nm 及び 350 ~ 354 nm に吸収の極大を示

す。

(4) 本品 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法のベースト法により測定するとき、波数 3340 cm^{-1} 、 2360 cm^{-1} 、 1720 cm^{-1} 、 1651 cm^{-1} 、 1349 cm^{-1} 、 1219 cm^{-1} 及び 706 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、激しく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 3 mL にアンモニア試液 1 滴を加え、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に希硝酸 0.5 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、この一部に希硝酸を加えても溶けない。また、他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき、溶ける。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (228 nm): 460 ~ 490 (乾燥後, 1 mg, メタノール, 100 mL)。

純度試験

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

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。標準色の調製にはヒ素標準液 1.0 mL を加える (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品を乾燥し、その 0.10 g を水/アセトニトリル混液 (1:1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸マニジピン標準品を乾燥し、その 0.10 g を水/アセトニトリル混液 (1:1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のマニジピン以外のピーク面積及び標準溶液のマニジピンのピーク面積を自動積分法により測定し、総類縁物質を算出するとき、その量は 0.7 % 以下である。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及びカラムの選定は、定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液から得たマニジピンのピーク高さが 1.5 ~ 3 cm になるように調整する。

面積測定範囲: マニジピンの保持時間の約 3.5 倍の範囲

乾燥減量 1.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

定量法 本品及び塩酸マニジピン標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液 (1:1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するマニジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸マニジピン ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O} \cdot 2\text{HCl}$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸マニジピン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (7

5000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 228 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/pH 4.6 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液混液 (51:49)

流量: マニジピンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

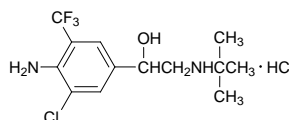
カラムの選定: 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、マニジピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

108953

塩酸マブテロール

Mabuterol Hydrochloride



$\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$: 347.20

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸マブテロール ($\text{C}_{13}\text{H}_{18}\text{ClF}_3\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$) 98.0 % 以上を含み、また、フッ素 (F: 19.00) 15.0 ~ 17.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく、水、アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 1.0 mg を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水/メタノール混液 (1:1) の溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm 及び 304 ~ 308 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3315 cm^{-1} 、 2785 cm^{-1} 、 1635 cm^{-1} 、 1590 cm^{-1} 及び 1495 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (245 nm): 366 ~ 376 [乾燥後, 0.01 g, 水/メタノール混液 (1:1), 500 mL]。

$E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (306 nm): 105 ~ 116 [乾燥後, 0.01 g, 水/メタノール混液 (1:1), 500 mL]。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は

無色～微黄色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(3) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 20) 10.0 mL に溶かした液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1:1:1) 10 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 2.5 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液の混液 (1:1:1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 20) 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.030 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をネスラー管にとり、水 20 mL を加え、加温して溶かす。冷後、エーテル 15 mL を加え、振り混ぜながら水酸化ナトリウム試液 5.8 mL を徐々に滴加し、更にエーテルを加えて 50 mL とする。16 時間放置後、液界面を乱さないようにエーテル層 5 mL を残し、エーテル層を吸引除去する。次にエーテル 25 mL を静かに層積し、エーテル層 2 mL を残し、エーテル層を吸引除去する。ネスラー管に窒素ガスを導入し、水浴中で加温しながらエーテルを留去する。冷後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が無色となるまで希酢酸を滴加し、更に希酢酸を滴加して液の pH を 3 ~ 3.5 に調整した後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はネスラー管に水 20 mL をとり、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.010 g をとり、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。直ちにクロロホルム/エタノール/氷酢酸混液 (8:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 1 mol/L 塩酸試液を噴霧し、-15 $^{\circ}$ C 付近で 10 分間冷却した後、直ちに亜硝酸ナトリウム溶液 (1 20) を噴霧する。次にスルファミン酸アンモニウム試液を噴霧し、更にシュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N'* ジエチルエチレンジアミン試液を噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 塩酸マブテロール 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 34.720 \text{ mg } C_{18}H_{20}N_2 \cdot HCl$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

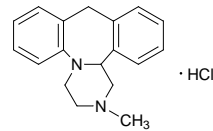
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108476

塩酸ミアンセリン

Mianserin Hydrochloride



$C_{18}H_{20}N_2 \cdot HCl$: 300.83

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸ミアンセリン ($C_{18}H_{20}N_2 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又は無水エタノールにやや溶けにくく、アセトン、氷酢酸又は無水酢酸に溶けにくく、トルエンにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 20) は旋光性を示さない。

融点: 約 265 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL に塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品のメタノール溶液 (7 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2840 cm^{-1} , 1495 cm^{-1} , 1135 cm^{-1} , 785 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (279 nm): 61 ~ 67 (0.07 g, メタノール, 1000 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.2 g に水 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノールに溶かし, 正確に 5 mL とし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/メタノール混液 (4:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 主スポット以外の他のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 65 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 無水酢酸/氷酢酸混液 (7:3) 50 mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.083 mg $C_{12}H_{18}N_2 \cdot HCl$

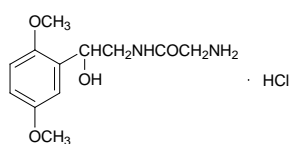
貯法 容器 気密容器。

109555

塩酸ミドドリン

Midodrine Hydrochloride

Midodrine



$C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$: 290.74

本品を乾燥したものは定量するとき, 塩酸ミドドリン ($C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はギ酸に溶けやすく, 水にやや溶けやすく, エタノール (95) に溶けにくく, アセトニトリルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1:25) は旋光性を示さない。

融点: 約 200 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3340 cm^{-1} , 1653 cm^{-1} , 1570 cm^{-1} , 1501 cm^{-1} , 1215 cm^{-1} , 905 cm^{-1} , 812 cm^{-1} 及び 706 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1:50) は塩化物の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (290 nm): 113 ~ 123 (乾燥後, 3 mg, 0.01 mol/L 塩酸試液, 100 mL)。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 4 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g を精密に量り, 水/アセトニトリル混液 (3:2) 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 水/アセトニトリル混液 (3:2) を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 次の計算式により各類縁物質の量を求めるとき, いずれも 0.20 % 以下である。また, 試料溶液から得た類縁物質の総量は 0.7 % 以下である。なお, 0.01 % 未満のピーク及び溶媒由来のピークは除く。

$$\text{個々の類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2}$$

A_T : 各類縁物質のピーク面積

A_S : 標準溶液のピーク面積

本品中の類縁物質の総量 (%)

= 個々の類縁物質の量 (%) の総和

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 290 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: ラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1:100) / アセトニトリル/リン酸混液 (600:400:1)

流量: ミドドリンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品 0.05 g に希水酸化ナトリウム溶液 50 mL を加えて溶かした液をアンプル内に充てんし, 熔封する。このアンプルを 100 $^{\circ}$ C の油浴中で 1 時間加熱する。冷後, この液 1 mL をとり, 水/アセトニトリル混液 (3:2) を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ミドドリン, 2 アミノ 1 (2,5 ジメトキシフェニル) エタノール (加水分解物) の順に溶出し, ミドドリンの保持時間に対する加水分解物の保持時間の比は, 約 1.2 であり, ミドドリンと加水分解物の分離度が 4.7 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μ L から得たミドドリンのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲: ミドドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, ギ酸 3 mL に溶かし, 酢酸 (100) 10 mL を加え, 更に, 無水酢酸 5 mL を正確に加え, 直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし, 無水酢酸添加後, 5 分以内に滴定を終了する。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

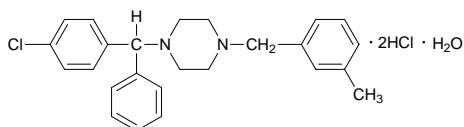
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.074 mg $C_{12}H_{18}N_2O_4 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

003667

塩酸メクリジン

Meclizine Hydrochloride


 $C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O : 481.89$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸メクリジン ($C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2HCl$: 463.87) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンに溶けやすく、ジクロルメタンにやや溶けにくく、氷酢酸又はエタノールに溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希硫酸 5 mL を加え、加温して溶かし、ドラージェンドルフ試液 2～3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 230～234 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品 0.05 g に水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に希硝酸 3 mL を加えた液は、塩化物の定性反応 (2) を呈する。

融点 217～224 ℃ (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にピリジン 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

水分 5.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7:3) 120 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

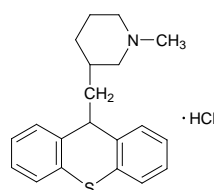
 $0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL}$
 $= 23.194 \text{ mg } C_{25}H_{27}ClN_2 \cdot 2 HCl$

貯法 容器 気密容器。

003669

塩酸メチキセン

Methixene Hydrochloride


 $C_{20}H_{23}NS \cdot HCl : 345.93$

本品を定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸メチキセン ($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノールに溶けやすく、水又は氷酢酸にやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 50) は弱酸性である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に温エタノール 10 mL を加えて溶かし、冷後、冷却したピクリン酸のエタノール飽和溶液 (温エタノールに溶かした後、冷却したもの、約 6 %) 5 mL を 1 滴ずつ加えて結晶を析出させる。更に沸騰水浴中で 5 分間加熱して、結晶を溶かし、徐々に冷却して結晶を析出させる。

この結晶をろ取り、アセトン 3 mL を加え、加温して溶かした後、ろ過し、ろ液が白濁するまでエーテルを加え、析出した結晶をろ別する。結晶を減圧デシケーター (無水リン酸) 中で乾燥し、融点を測定するとき、その融点は 160～162 ℃ である。

(2) 本品の水溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267～269 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

融点 214～218 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g に温湯 30 mL を加えて溶かし、冷後、これに希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.096 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に温湯 30 mL を加えて溶かし、冷後、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 10) を用い、灰化後の残留物は希塩酸 10 mL を用いて溶かす (2 ppm 以下)。

水分 6.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用酢酸第二水銀試液 6 mL 及び非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する。(指示薬: プロムクレゾールグリーン・塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、

滴定の終点は液の緑色が青紫色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

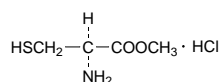
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 34.593 mg $C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003670

塩酸 L メチルシステイン

L Methylcysteine Hydrochloride



$C_4H_9NO_2S \cdot HCl$: 171.65

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸 L メチルシステイン ($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の光沢ある結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおい及び味がある。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 2.9 ~ 3.8 である。

本品はやや吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 200) 2 mL にピリジン 1 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2640 cm^{-1} , 1744 cm^{-1} , 1516 cm^{-1} 及び 1246 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に硫酸銅試液 2 ~ 3 滴加えるとき淡黄色を呈し、更に試液を追加するとき、赤紫色を呈する。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 100) は塩化物の定性反応 (1) を呈する。

融点 $138 \sim 141 \text{ }^\circ\text{C}$

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-2.3 \sim -3.5$ (乾燥後, 2.0 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。
- (3) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、塩酸 L アルギニン (日局) の純度試験 (3) を準用する (0.02 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、これにスルホサリチル酸ナトリウム溶液 (1 : 40) 50 mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 2 g を加えて、1/60

mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

1/60 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL

= 17.165 mg $C_4H_9NO_2S \cdot HCl$

貯法

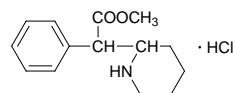
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104205

塩酸メチルフェニデート

Methylphenidate Hydrochloride



$C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$: 269.77

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メチルフェニデート ($C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、ジクロルメタンにやや溶けにくく、無水酢酸又はアセトンに溶けにくく、酢酸エチルに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は 3.5 ~ 5.0 である。

融点: 約 $205 \text{ }^\circ\text{C}$ (分解)。

本品の水溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 300) 15 mL にピクリン酸試液 20 mL を加え、30 分間放置する。沈殿をろ取り、水で洗い、メタノールから再結晶し、 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ で 1 時間乾燥するとき、その融点は $194 \sim 197 \text{ }^\circ\text{C}$ である。
- (2) 本品を $105 \text{ }^\circ\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 2935 cm^{-1} , 2720 cm^{-1} , 2500 cm^{-1} , 1735 cm^{-1} 及び 735 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) エリスロ体 本品 0.50 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 0.6 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (190 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主ス

ポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) 塩酸 α フェニル 2 ピペリジン酢酸 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用塩酸 α フェニル 2 ピペリジン酢酸 5.0 mg をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/氷酢酸/酢酸エチル/水混液 (3 : 3 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに次亜塩素酸試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 1 ~ 2 分間乾燥した後、噴霧用ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

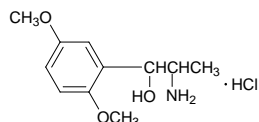
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.977 mg $C_{14}H_{19}NO_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

104146

塩酸メトキサミン

Methoxamine Hydrochloride



$C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$: 247.72

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メトキサミン ($C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色、若しくは白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は光により徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 1 mg にホルマリン・硫酸試液 3 滴を加えるとき、液は直ちに紫色を呈し、次に褐色となり、更に緑色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 40000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 224 ~ 227 nm 及び 288 ~ 292 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.42 ~ 0.47 である。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈す

る。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (290 nm): 131 ~ 145 (乾燥後, 3 mg, 水, 100 mL)。

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

融点 214 ~ 219 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール/強アンモニア水混液 (80 : 20 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにホルマリン・硫酸試液を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で約 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 40 mL に加温して溶かし、冷後、無水酢酸 40 mL を加え、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.772 mg $C_{11}H_{17}NO_3 \cdot HCl$

貯法

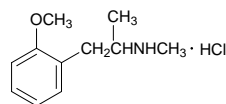
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

003671

塩酸メトキシフェナミン

Methoxyphenamine Hydrochloride



$C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$: 215.72

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メトキシフェナミン ($C_{11}H_{17}NO \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸、メタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、酢酸エチル又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を小型の蒸留フラスコにとり、ヨウ化水

素酸 5 mL を加え、弱く加熱して蒸留する。受器は氷水中に浸し、冷却器の先端は受器の底部まで達するようにして蒸留するとき、留液の底部に油滴を生じる。

(2) (1) の蒸留フラスコの残留物に水 5 mL を加え、10 °C に冷却し、塩化 *p*-ニトロベンゼンジアゾニウム試液 0.3 mL を加え、次に炭酸ナトリウム試液を加えてアルカリ性にするとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271 ~ 273 nm 及び 278 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 4.0 g に水 20 mL を加えて溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.5 である。

融点 129 ~ 132 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 30 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール/強アンモニア水混液 (50 : 30 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、無水酢酸 30 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

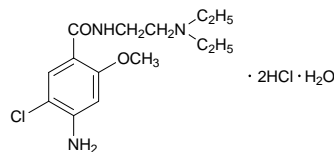
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.572 mg $C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003672

塩酸メトクロプラミド

Metoclopramide Hydrochloride



$C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 390.73

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl$: 372.72) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかにアミン臭があり、味は極めて苦い。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、アセトンに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は約 1 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 20) 5 mL に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 20) 5 mL にピクリン酸試液を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出し、クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発し、残留物を 105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 146 ~ 149 °C である。

(4) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 212 ~ 214 nm, 271 ~ 273 nm 及び 307 ~ 309 nm に吸収の極大を示し、波長 250 ~ 252 nm 及び 289 ~ 291 nm に吸収の極小を示す。

(5) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g に水 30 mL を加えて溶かし、アンモニア試液を加えて中性とし、わずかに酸性となるまで酢酸を滴加した後、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL に、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.50 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(4) フェノール類 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、50 mL とし、硝酸第二鉄溶液 (1 : 10) 5 滴を加えて、30 秒

間放置するとき、液は紫色を呈しない。

水分 3.5 ~ 5.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 80 mL を加え、わずかに加温して溶かす。冷後、非水滴定用酢酸第二水銀試液 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 37.272 \text{ mg } \text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{ClN}_5\text{O}_2 \cdot 2 \text{ HCl}$$

貯法

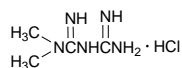
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003673

塩酸メトホルミン

Metformin Hydrochloride



$\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$: 165.62

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メトホルミン ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はやや塩辛い。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、氷酢酸又は 2-メトキシエタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、エーテル、クロロホルム、メチルイソブチルケトン又は無水酢酸にほとんど溶けない。

融点: 約 221 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に塩酸メトホルミン用ニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液 3 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて煮沸するとき、アミン臭を発生する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 5.7 ~ 7.7 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) ジシアンジアミド 本品 0.50 g をとり、熱メタノー

ル 5 mL を加えて溶かし、冷後、かき混ぜながらエーテル 5 mL を加え、30 分間放置する。析出した結晶をガラスろ過器を用いてろ過し、容器及び残留物はエーテル 3 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 0.5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にジシアンジアミド 0.040 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメチルイソブチルケトン/2-メトキシエタノール/水/氷酢酸混液 (30 : 20 : 5 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 105 °C で 10 分間乾燥する。これにニトロプルシドナトリウム・フェリシアン化カリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもそれより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 40 mL を加えて溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

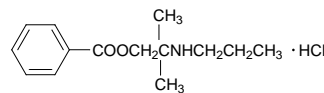
$$0.05 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 4.141 \text{ mg } \text{C}_4\text{H}_{11}\text{N}_5 \cdot \text{HCl}$$

貯法 容器 気密容器。

003674

塩酸メプリルカイン

Meprylcaine Hydrochloride



$\text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$: 271.78

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メプリルカイン ($\text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、エタノール、クロロホルム又はギ酸に溶けやすく、アセトンに溶けにくい。

本品の水溶液 (1 → 20) の pH は約 5 である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かし、かき混ぜながら、加温したピクリン酸試液 1 mL を加える。冷後、析出した沈殿をろ取し、水 10 mL で洗い、デシケーター (減圧, 五酸化リン) で 18 時間乾燥するとき、その融点は 196 ~ 200 °C (分解) である。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。また、本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 231 ~ 235 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈す

る。

融点 150 ~ 155 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準溶液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 安息香酸 本品 0.20 g にエタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に安息香酸 0.010 g にエタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量りエタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液を 10 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/ヘキサン/強アンモニア水混液 (60 : 50 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットよりも濃くない。また、安息香酸と異なる位置に他のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 10 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

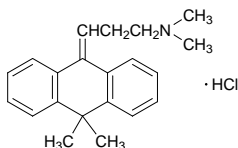
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 27.178 mg C₁₄H₂₁NO₂ · HCl

貯法 容器 気密容器。

003675

塩酸メリトラセン

Melitracen Hydrochloride



C₂₁H₂₅N · HCl : 327.89

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸メリトラセン (C₂₁H₂₅N · HCl) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 灰白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、氷酢酸又はエタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

融点 : 240 ~ 245 °C (分解, 本品を毛细管に入れ、予想した融点の約 10 °C 下の温度に加熱した浴中に入れ、1 分

間に 3 °C 上昇するように加熱し、測定する)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に硫酸 3 mL を加えて溶かすとき、液はだいたい色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 100) 10 mL に臭素試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、試液の色は退色又は消失する。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 261 nm に吸収の極大を、242 ~ 247 nm に吸収の極小を示す。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 50) 20 mL に希硝酸 1.0 mL を加え、氷冷後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水を加えて溶かし、80 mL とする。これに希塩酸 2 mL 及び水を加えて 100 mL とした後、氷冷する。生じた沈殿をろ去し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 50 mL をとる。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 1 mL, 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.034 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.50 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを速やかに薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/無水エタノール/ジエチルアミン混液 (90 : 8 : 5) を展開溶媒として不飽和の状態 (展開直前に溶媒を展開槽に加える) で約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (3 : 2) 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.789 mg C₂₁H₂₅N · HCl

貯法

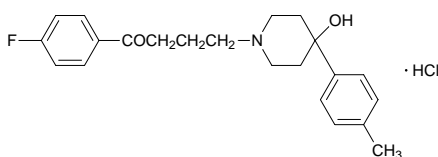
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104342

塩酸モペロン

Moperone Hydrochloride

 $C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$: 391.91

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸モペロン ($C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はメタノールに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けにくく、エーテルにはほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 250) は微酸性である。

融点：約 220 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 2 mL ずつにそれぞれマイヤー試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、黄白色、ヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、赤褐色、ピクリン酸試液 2 mL を加えるとき黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 246 nm に吸収の極大を、また、波長 226 ~ 228 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.02 g 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、更に水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 2 滴を加えるとき、液の赤紫色は消え、淡黄色を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1 : 200) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には、鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離フッ素 本品 1.0 g をとり、水 200 mL を加えて溶かし、この液 5 mL をとり、塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリンレッド S 試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤紫色のまま黄色を呈しない。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液

10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (16 : 4 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 5 mL を加えた後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬： α ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 39.191 mg $C_{22}H_{26}FNO_2 \cdot HCl$

貯法

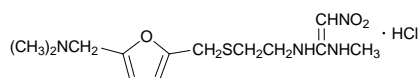
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108824

塩酸ラニチジン

Ranitidine Hydrochloride

 $C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$: 350.86

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ラニチジン ($C_{13}H_{22}N_4O_3S \cdot HCl$) 97.5 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性又は細粒状の粉末で、においはないか又はわずかに特異なおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、無水エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 140 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL に、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は持続する赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 230 nm 及び 313 ~ 316 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及び塩酸ラニチジン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき、液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品の水溶液(1 10)は微黄色～淡黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をるつぼにとり、硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法で試験を行う(2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.22 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液(1)とする。標準溶液(1)をそれぞれ 6 mL 及び 1 mL ずつ正確にとり、メタノールを加えて、10 mL とし、標準溶液(2)及び(3)とする。別に、ラニチジンジアミン体 0.0127 g をとり、メタノールに溶かし 10 mL とし、標準溶液(4)とする。試料溶液及び標準溶液(1),(2),(3)及び(4)につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液(1),(2),(3) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。別に試料溶液 10 μ L をスポットし、その上に標準溶液(4) 10 μ L をスポットする。直ちに酢酸エチル/イソプロパノール/強アンモニア水/水混液(25:15:5:1)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和した密閉ガラス容器中に標準溶液(3)から得たスポットが検出されるまで放置する。標準溶液(4)から得たスポットは、試料溶液から得た主スポットと完全に分離する。試料溶液から得た主類縁物質のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく、その他の類縁物質のスポットは、標準溶液(2)から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た類縁物質の総量は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 0.75 % 以下(1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及び塩酸ラニチジン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれに移動相を加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のラニチジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸ラニチジン($C_{13}H_{22}N_4O_3 \cdot HCl$)の量(mg)

$$= \text{塩酸ラニチジン標準品の量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 322 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 20 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: メタノール/0.1 mol/L 酢酸アンモニウム溶液混液(17:3)

流量: ラニチジンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 塩酸ラニチジン標準品 0.02 g を量り、移動相を加えて溶かし、ベンザルフタリドの移動相溶液(1 1000) 5 mL を加えて移動相で 200 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンザルフタリド、ラニチジンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

試験の再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ラニチジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

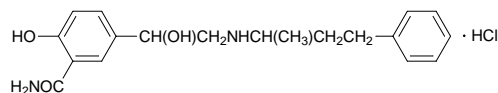
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108469

塩酸ラベタロール

Labetalol Hydrochloride


 $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$; 364.87

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ラベタロール($C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の細粒状又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールに溶けやすく、水、氷酢酸又は無水エタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液(1 40)は旋光性を示さない。

融点: 約 181 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 100) 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は持続する紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 100) 5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 0.05 mol/L 硫酸試液溶液(1 20000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品につき赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1672 cm^{-1} , 1640 cm^{-1} , 1580 cm^{-1} , 1392 cm^{-1} , 1064 cm^{-1} 及び 825 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液(1 50)は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき、液の pH は、4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20

ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.80 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。標準溶液 (1) 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルメタン/メタノール/強アンモニア水混液 (15:5:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 105 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液 (1) より得たスポットより濃くない。また、標準溶液 (2) より得たスポットより濃いスポットは 1 つ以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7:3) 100 mL に溶かした後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

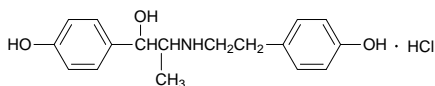
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.487 mg $C_{19}H_{24}N_2O_3 \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器。

108933

塩酸リトドリン

Ritodrine Hydrochloride



$C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$: 323.81

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸リトドリン ($C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は無水エタノールに溶けやすく、氷酢酸に極めて溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液に溶けやすい。

本品の水溶液 (1 10) は旋光性がない。

確認試験

(1) スルファニル酸 0.05 g に希塩酸 2 mL を加え、加温して溶かし、氷水中で冷却した後、亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を徐々に加える。この液に、本品 1 mg を水酸化カリウム試液 6 mL に溶かした液を加えるとき、液は濃だいたい赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 100) 1 mL にリンタンゲステン酸試液 1 mL を加えるとき、淡褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 20000) につ

き、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 3010 cm^{-1} , 1613 cm^{-1} 及び 832 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

融点 194 ~ 199 $^{\circ}$ C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 4.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.012 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 10) を用い、灰化後の残留物は、希塩酸 10 mL を用いて溶かし、検液とする (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.020 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の塩酸チラミン (TY), エリスロ 1 (4 オキシシクロヘキシル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 (R 2), エリスロ 1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 オキシシクロヘキシル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 (R 1), スレオ 1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 (t DU) 及び 1 (4 ヒドロキシフェニル) 2 [2 (4 ヒドロキシフェニル) エチルアミノ] 1 プロパノール塩酸塩 (AK) のピーク面積は、それぞれ標準溶液の塩酸リトドリンのピーク面積の 35 %, 20 %, 30 %, 80 % 及び 30 % 以下である (塩酸リトドリンに対する TY, R 2, R 1, t DU 及び AK の保持時間の比はそれぞれ約 0.4, 約 0.6, 約 0.8, 約 1.2 及び約 2.3 である)。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: リン酸水素二アンモニウム 6.6 g 及び 1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水 700 mL に溶かした後、メタノール 300 mL を加える。この液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整する。

流量: リトドリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：塩酸リトドリン標準品 0.05 g, R 1 4 mg 及び t DU 4 mg を移動相 200 mL に溶かす。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、R 1, リトドリン, t DU の順に溶出し、R 1 とリトドリン、リトドリンと t DU の分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たリトドリンのピーク高さが記録紙のフルスケールの 3 ~ 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリトドリンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸リトドリン標準品を乾燥し、その約 0.15 g ずつを精密に量り、それぞれにメタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリトドリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸リトドリン ($C_{17}H_{21}NO_3 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸リトドリン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液 (3 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：274 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に約 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.1176 g 及び酢酸アンモニウム 0.1418 g を量り、水 675 mL, メタノール 235 mL 及び氷酢酸 9.4 mL を混合した液に加えて溶かす。

流量：リトドリンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：R 1 0.120 g 及び t DU 0.120 g をメタノール 100 mL に溶かす (A 液)。塩酸リトドリン標準品 0.150 g をメタノール 100 mL に溶かす (B 液)。A 液 1 mL, B 液 10 mL 及び内標準溶液 5 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リトドリン、内標準物質、R 1, t DU の順に溶出し、それぞれピークが重ならず、リトドリンと内標準物質との分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法

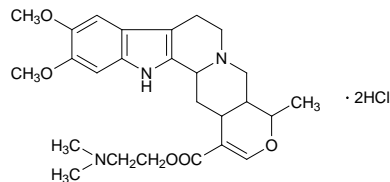
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003676

塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル

Dimethylaminoethyl Reserpillinate Dihydrochloride



$C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$: 542.50

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル ($C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品は光によって徐々に変化する。

融点：265 ~ 270 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にクエン酸の無水酢酸溶液 (1 50) 1 mL を加え、水浴中で 10 分間加温するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 296 ~ 300 nm 及び 300 ~ 304 nm に吸収の極大を、波長 306 ~ 310 nm に吸収の肩を、また、波長 280 ~ 285 nm の吸収の極小を示す。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 50000) 5 mL に 0.025 mol/L 硫酸 2 mL 及び 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL を加えてよく振り混ぜ、55 $^{\circ}$ C の水浴中で 10 分間加温し、冷後、この液につき、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 394 ~ 400 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g, 750 $^{\circ}$ C)。

定量法 本品約 0.04 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、波長 302 nm 付近における吸収の極大波長で吸光

度 A を測定する。

塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル
($C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{193} \times 20000$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

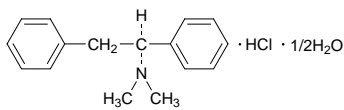
容 器 気密容器。

111957

塩酸レフェタミン

Lefetamine Hydrochloride

塩酸ジフェニルジメチルアミノエタン



$C_{16}H_{19}N \cdot HCl \cdot 1/2H_2O$: 270.80

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸レフェタミン ($C_{16}H_{19}N \cdot HCl$: 261.79) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水又はクロロホルムにやや溶けにくく、無水酢酸、アセトン又は *n* ブタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL にライネツケ塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL にピクリン酸試液 5 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 154 ~ 156 °C である。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰ : -93 ~ -100° (脱水物に換算して 0.2 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

融 点 221 ~ 224 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブ

タノール/水/氷酢酸混液 (5 : 2 : 1) の上層液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

水 分 2.5 ~ 4.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

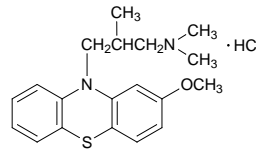
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.179 mg $C_{16}H_{19}N \cdot HCl$

貯 法 容 器 気密容器。

103838

塩酸レボメプロマジン

Levomepromazine Hydrochloride



$C_{19}H_{24}N_2OS \cdot HCl$: 364.93

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸レボメプロマジン ($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は赤紫色を呈し、徐々に濃赤紫色となる。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びエーテル 20 mL を加え、よく振り混ぜる。エーテル層を分取し、水 10 mL ずつで 2 回洗い、無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて振り混ぜた後、ろ過し、水浴上でエーテルを蒸発し、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 124 ~ 128 °C である。

(3) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰ : +95 ~ +115° (乾燥後, 5.0 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.3 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.5 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
 (4) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に無水エタノール/氷酢酸/水混液 (20 : 5 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (2 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 3 g を置いた漏斗でろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、氷酢酸 30 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: メタニルイエロー試液 10 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.493 mg $C_{19}H_{24}N_2O_5 \cdot HCl$

貯法

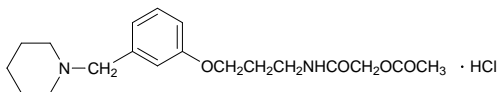
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109418

塩酸ロキサチジンアセタート

Roxatidine Acetate Hydrochloride



$C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$: 384.90

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ロキサチジンアセタート ($C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、無水エタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にドラージェンドルフ試液 0.5 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 278 nm 及び 282 ~ 285 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及び塩酸ロキサチジンアセタート標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強

度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品の水溶液 (1 : 20) の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点 147 ~ 151 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のロキサチジンアセタート以外のピークの合計面積は、標準溶液のロキサチジンアセタートのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 274 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シアプロピル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: ヘキササン/無水エタノール/トリエチルアミン/氷酢酸混液 (384 : 16 : 2 : 1)

流量: ロキサチジンアセタートの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: アスピリン 0.020 g 及び安息香酸 4 mg を無水エタノール 10 mL に溶かす。この液 10 μ L につき上記の条件で操作するとき、安息香酸、アスピリンの順に溶出し、その分離度が 6.0 以上のものを用いる。検出感度: 標準溶液 10 μ L から得たロキサチジンアセタートのピーク高さが、フルスケールの 3 ~ 6 % になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からロキサチジンアセタートの保持時間の約 1.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 5 mL に溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

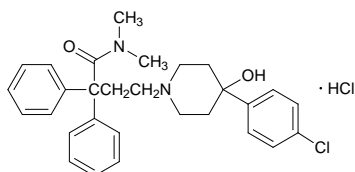
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.490 mg $C_{19}H_{28}N_2O_4 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

108230

塩酸ロペラミド

Loperamide Hydrochloride

 $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 513.50

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ロペラミド ($C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水、無水酢酸又はイソプロパノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 225 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.05 g に薄めた塩酸 (1 : 1000) 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.04 g をイソプロパノール 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びイソプロパノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 255 nm, 257 ~ 261 nm, 264 ~ 268 nm 及び 272 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3230 cm^{-1} , 1624 cm^{-1} , 1493 cm^{-1} , 837 cm^{-1} 及び 709 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 1000) は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール/強アンモニア水混液 (90 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行

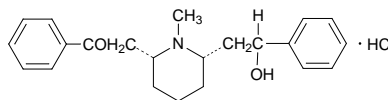
い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 51.35 mg $C_{29}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$
貯法 容器 密閉容器。

001179

塩酸ロベリン

Lobeline Hydrochloride

 $C_{22}H_{27}NO_2 \cdot HCl$: 373.92

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ロベリン ($C_{22}H_{27}NO_2 \cdot HCl$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 180 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に硫酸 1 mL を加えて溶かし、ホルマリン・硫酸試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 5 滴を加えて煮沸するとき、アセトフェノンのおい気を発する。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極大を、波長 219 ~ 223 nm に吸収の極小を示す。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 100) は塩化物の定性反応を呈する。

旋光度 [α_D^{20}] : -56 ~ -59° (乾燥後, 0.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) クロロホルム不溶物 本品 0.25 g にクロロホルム 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (3) 酸 本品 0.20 g に水 20 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.50 mL を加えるとき、液は黄色である。
- (4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (100 : 10 : 1) を展

開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.010 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 B より濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, シリカゲル, 5 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する〔指示薬：マラカイトグリーン氷酢酸溶液 (1 : 100) 1 滴〕。ただし、滴定の終点は、液の青色が緑色を経て帯緑黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.392 mg $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$

貯法

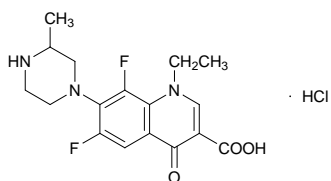
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109559

塩酸ロメフロキサシン

Lomefloxacin Hydrochloride



$C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$: 387.81

本品を乾燥したものは定量するとき、塩酸ロメフロキサシン ($C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はエチレングリコールに溶けにくく、メタノールに極めて溶けにくく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品の水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 40) は旋光性を示さない。

融点：約 310 °C (分解, 乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 2 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、塩化鉄 (Ⅲ) 試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 500) 5 mL にライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品 0.01 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かした後、水を加えて 100 mL とする。この液 2 mL に水を加えて 20 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定

法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 281 ~ 285 nm 及び 325 ~ 329 nm に吸収の極大を示し、波長 305 ~ 309 nm に吸収の極小を示し、波長 330 ~ 340 nm に吸収の肩を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3060 cm^{-1} , 2700 cm^{-1} , 2460 cm^{-1} , 1725 cm^{-1} , 1615 cm^{-1} 及び 808 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(6) 本品 1 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、希硝酸を加えて酸性とした後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により検液を調製し、試験を行う。ただし、灰化後の残留物は希塩酸 10 mL を用いて溶かし、検液とする (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.010 g を pH 2.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 2) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 2.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 2) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 7 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のロメフロキサシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロメフロキサシンのピーク面積の 1/10 より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール一定量に pH 2.5 のリン酸塩緩衝液を加えて 1000 mL とし、1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 0.87 g を加え、振り混ぜて溶かし、移動相とする。ただし、メタノールの量は 370 ~ 420 mL の範囲で選ぶ。

流量：ロメフロキサシンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品を乾燥し、その 0.05 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かし、50 mL とする。この液 5 mL に pH 2.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 2) を加えて 50 mL とする。この液 10 mL にテオフィリンの pH 2.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 2) 溶液 (3 : 20000) 10 mL を加えた後、pH 2.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液 (3 : 2) を加えて 50 mL とする。この液 7 μ L につき、上記の条件で操作するとき、テオフィリン、ロメフロキサシンの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 7 μ L から得たロメフロキサシンの

ピーク高さが 5 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からロメフロキサシンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.30 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール/エチレングリコール混液 (1 : 1) 20 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、100 ℃ の油浴中で 90 分間加熱する。冷後、メタノール 10 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

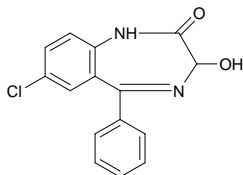
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.781 mg $C_{17}H_{19}F_2N_3O_3 \cdot HCl$

貯法 容器 気密容器。

003800

オキサゼパム

Oxazepam



$C_{15}H_{11}ClN_2O_2$: 286.71

本品を乾燥したものは定量するとき、オキサゼパム ($C_{15}H_{11}ClN_2O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 200 ℃ (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加えて溶かし、5 分間煮沸し、冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。
- (2) 本品 3 mg に硫酸の無水エタノール溶液 (3 1000) 500 mL を加えて溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 230 ~ 234 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 20 mL を加え、加熱して溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g に水 60 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過する。ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・メチルイソブチルケトン液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・
メチルイソブチルケトン液 1 mL
= 28.671 mg $C_{15}H_{11}ClN_2O_2$

貯法

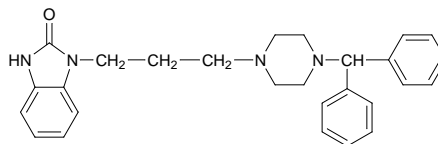
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108994

オキサトミド

Oxatomide



$C_{27}H_{30}N_4O$: 426.55

本品を乾燥したものは定量するとき、オキサトミド ($C_{27}H_{30}N_4O$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 5 mg にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品 0.03 g にメタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 5 mL をとり、メタノールを加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 280 ~ 284 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3180 cm^{-1} , 2810 cm^{-1} , 1704 cm^{-1} , 1489 cm^{-1} , 1451 cm^{-1} , 1076 cm^{-1} , 756 cm^{-1} 及び 706 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 155 ~ 161 ℃

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。

これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/無水エタノール/強アンモニア水混液（90：10：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、主スポット以外にスポットを認めないか、又は認めても 2 個以下で、それらは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 $^{\circ}$ C, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、氷酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.328 mg $C_{27}H_{30}N_4O$

貯法

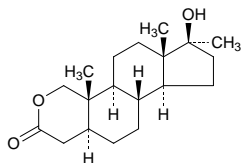
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003801

オキサンドロロン

Oxandrolone



$C_{19}H_{30}O_3$: 306.44

本品を乾燥したものは定量するとき、オキサンドロロン（ $C_{19}H_{30}O_3$ ）96.0 ~ 104.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトンにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

融点：約 230 $^{\circ}$ C（分解）。

確認試験

（1）本品 2 mg にエタノール 0.5 mL を加えて溶かし、硫酸 0.5 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。この液は紫外線を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。この液に注意して水 1 mL を加えるとき、液の色はだいたい黄色に変わる。

（2）本品 2 mg にエタノール 0.5 mL を加えて溶かし、塩酸ヒドロキシルアミンのメタノール溶液（1 8）/水酸化カリウムのメタノール溶液（1 8）混液（1：1）のろ液 1 mL を加え、室温で 5 分間放置する。次に 2 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加えて酸性とした後、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫紅色を呈する。

（3）本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3520 cm^{-1} 、2940 cm^{-1} 及び 1720 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : -20.0 ~ -23.0 $^{\circ}$ （乾燥後, 0.3 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm）。

純度試験

（1）溶状 本品 0.20 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

（2）塩化物 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加え、加温して溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL にアセトン 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.025 % 以下）。

（3）硫酸塩 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加え、加温して溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 40 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.038 % 以下）。

（4）重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

（5）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（6）他のステロイド 本品 0.40 g をとり、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液（4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸（1 2）を均等に噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間）。

強熱残分 0.5 % 以下（1 g）。

定量法 本品及びオキサンドロロン標準品をデシケーター（減圧, 五酸化リン）で 4 時間乾燥し、その約 0.08 g ずつを精密に量り、それぞれにクロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、この液 2 mL ずつを正確に量り、内部標準溶液としてコレスタンのクロロホルム溶液（1 125）2 mL を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行う。それぞれの液のオキサンドロロン及び内部標準物質のピーク面積を測定し、内部標準物質に対するオキサンドロロンのピーク面積の比 Q_1 及び Q_3 を求める。

オキサンドロロン（ $C_{19}H_{30}O_3$ ）の量（mg）

$$= \text{オキサンドロロン標準品の量（mg）} \times \frac{Q_1}{Q_3}$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm 長さ約 1 m のシラン処理したガラス管に、シリコン OV 1 を約 140 μ m のガスクロム Q に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：220 ℃ 付近の一定温度。
 試料気化室及び検出器温度：250 ℃ 付近の一定温度。
 キャリヤーガス：窒素
 流量：毎分約 50 mL の一定量になるように調整する。

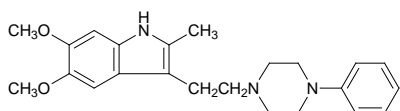
貯法

保存条件 遮光して保存する。
 容器 気密容器。

104948

オキシペルチン

Oxypertine

C₂₃H₂₉N₃O₂ : 379.50

本品を乾燥したものは定量するとき、オキシペルチン (C₂₃H₂₉N₃O₂) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸又はアセトンに溶けやすく、メタノール、エタノール又は酢酸エチルにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液* 1 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、上層液は黄色を呈する。
- (2) 本品 2.0 mg に 0.01 mol/L 塩酸・メタノール試液を加えて溶かし、100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 297 ~ 301 nm 及び 275 ~ 279 nm に吸収の極大を、261 ~ 265 nm に吸収の極小を示す。

融点 138 ~ 142 ℃

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 25 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 0.75 g に水 25 mL を加え、水溶上で 10 分間加熱し、冷後ろ過し、ろ液が 30 mL となるまで水洗する。ろ液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.036 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 40 mL を加えて溶かし、水 5 mL を加え 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬：ブロムフェノールブルー試液 5 滴)。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 37.950 mg C₂₃H₂₉N₃O₂

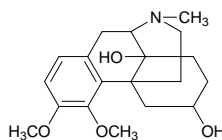
貯法

保存条件 遮光して保存する。
 容器 気密容器。

104945

オキシメテバノール

Oximetebanol

C₁₉H₂₇NO₄ : 333.42

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、オキシメテバノール (C₁₉H₂₇NO₄) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はエタノール又はクロロホルムに溶けやすく、水に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

融点：約 169 ℃

旋光度〔α〕_D²⁰：約 -80° (0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g にホルマリン・硫酸試液 1 滴を加えるとき、液は初め黄色を呈し、次に濃緑色を経て濃青色に変わる。
- (2) 本品 5 mg に亜セレン酸・硫酸試液 1 滴を加えるとき、液は緑色を呈する。
- (3) 本品のエタノール溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 281 ~ 284 nm に吸収の極大を示し、波長 252 ~ 255 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.24 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (4 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.10 g にクロロホルムを加えて溶かし 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、風乾した後、クロロホルム/メタノール/酢酸エチル/薄めた強アンモニア水 (21 : 100) 混液 (60 : 35 : 20 : 8) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、だいたい黄色の単一のスポットを認める。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.010 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 E 又は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化第二鉄の色の比較原液 1.2 mL、硫酸銅の色の比較原液 0.3 mL 及び水 3.5 mL を正確に量り混和する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、クロロホルム 100 mL を加えて溶かし、氷酢酸 10 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液の紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.342 mg C₁₉H₂₇NO₄

貯法

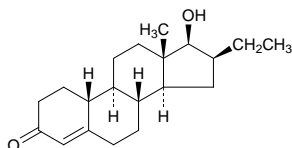
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

110151

オキシンドロン

Oxendolone



C₂₀H₃₀O₂ : 302.45

本品を乾燥したものは定量するとき、オキシンドロン (C₂₀H₃₀O₂) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はクロロホルム又はジオキサソに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) 10 mL にイソニアジド試液 5 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき、液はだいたい色を呈し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品及びオキシンドロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +43 ~ +48° (乾燥後, 0.5 g, ジオキサソ, 50 mL, 100 mm)。

融点 152 ~ 156 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.30 g をエタノール 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/酢酸エチル混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板にバニリン・リン酸試液を均等に噴霧し、120 ℃ で 15 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にオキシンドロン標準品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

オキシンドロン (C₂₀H₃₀O₂) の量 (mg)

$$= \text{オキシンドロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

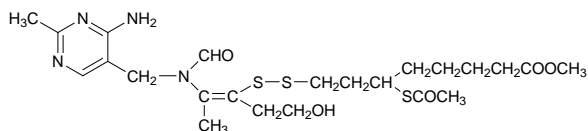
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104789

オクトチアミン

Octotiamine



C₂₃H₃₆N₄O₅S₃ : 544.75

本品を乾燥したものは定量するとき、オクトチアミン (C₂₃H₃₆N₄O₅S₃) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯微黄白色の粉末で、においはなく、味はないか、又はわずかに苦味がある。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 120 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に、水 1 mL、希塩酸 2 滴及びチオ硫

酸ナトリウム溶液(1 100) 2 mL を加え, 60 °C の水浴中で 15 分間加温した後, 水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加え, 次にイソブタノール 5 mL を加え, 2 分間激しく振り混ぜて放置し, 紫外線下で観察するとき, イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え, アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品 0.01 g に, 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL, 塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7 25) 及び水酸化ナトリウム溶液(2 25) の等容量の混液 1 mL を加え, 30 分間放置した後, 1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び塩化第二鉄試液 0.1 mL を加えて混ぜるとき, 液は赤紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1 50000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 232 ~ 236 nm 及び 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示し, 波長 260 ~ 264 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に希塩酸 2 mL を加えて溶かし, 水を加えて 10 mL とした液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.40 g に水 10 mL を加え, 5 分間振り混ぜてろ過し, ろ液 5 mL をとり, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.053 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 3.0 g に水 30 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後, ろ過し, ろ液 15 mL をとり, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える(0.011 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(5) チアミン 本品を乾燥し, その約 0.040 g を精密に量り, 20 mL のメスフラスコに入れ, 0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えて溶かした後, 水を加えて 20 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品(別途水分を測定しておく)約 0.02 g を精密に量り, 200 mL のメスフラスコに入れ, 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし, 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 100 mL のメスフラスコに入れ, 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液 1 mL ずつを正確に量り, 50 mL の共栓遠心沈殿管 T 及び T に入れ, 酸性塩化カリウム試液 10 mL を加え, T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後, 水酸化ナトリウム溶液(1 5) 2 mL を加えて振り混ぜ, イソブタノール 10 mL を正確に加え, 密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液(1 5) 2 mL を加えて振り混ぜた後, チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ, イソブタノール 10 mL を正確に加え, 密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に標準溶液 1 mL ずつを正確に量り, 50 mL の共栓遠心沈殿管 S 及び S に入れ, 試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後, 各イソブタノール層を別の試験管にとり, 必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を少量ずつ加え, 穏や

かに振り混ぜた後, 放置し, 澄明なイソブタノール液をとる。これらの液につき, 蛍光光度法により, 励起波長 372 nm, 蛍光波長 430 nm における蛍光の強さ F_T , F_T , F_S 及び F_S を測定する。

次の式によって計算するとき, チアミン($C_{12}H_{17}N_4OS$) の量は 0.1 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{チアミン}(C_{12}H_{17}N_4OS) \text{の量(mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量(mg)} \\ & \times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times \frac{1}{500} \times 0.7868 \end{aligned}$$

乾燥減量 1.0 % 以下(0.5 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 100 mL のメスフラスコに入れ, 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて溶かし, 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 50 mL のメスフラスコに入れ, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL 及びチオ硫酸ナトリウム溶液(1 50) 5 mL を加え, 60 °C の水浴中で 15 分間加温し, 冷後, 水を加えて 50 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品(別途水分を測定しておく)約 0.1 g を精密に量り, 200 mL のメスフラスコに入れ, 0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし, 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り, 50 mL のメスフラスコに入れ, pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 30 mL, チオ硫酸ナトリウム溶液(1 50) 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液 5 mL ずつを正確に量り, 10 mL の褐色のメスフラスコ T 及び T に入れ, T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜた後, 速やかに水酸化ナトリウム溶液(1 5)を加えて 10 mL とする。T には水酸化ナトリウム溶液(1 5) 2.0 mL を加えて振り混ぜた後, チアミン定量用臭化シアン試液を加えて 10 mL とする。別に標準溶液 5 mL ずつを正確に量り, 10 mL の褐色のメスフラスコ S 及び S に入れ, 試料溶液と同様に操作する。それぞれの液につき, 10 分間以内に水を対照として, 紫外可視吸光度測定法により波長 368 nm における吸光度 A_T , A_T , A_S 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{オクトチアミン}(C_{23}H_{36}N_4O_5S_3) \text{の量(mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量(mg)} \\ & \times \frac{A_T - A_T}{A_S - A_S} \times \frac{1}{2} \times 1.6151 \end{aligned}$$

貯法

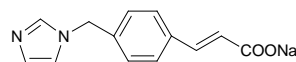
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

110571

オザグレルナトリウム

Sodium Ozagrel



$C_{13}H_{11}N_2NaO_2$: 250.23

本品を乾燥したものは定量するとき, オザグレルナトリウム

Δ ($C_{13}H_{11}N_2NaO_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味及び苦味がある。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、無水エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 20) 5 mL に希塩酸 2 mL 及びライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びオザグレルナトリウム標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 20) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 9.5 ~ 10.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g を水 30 mL に溶かし、氷酢酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL として振り混ぜ、30 分間放置した後、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL に氷酢酸 0.5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.012 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/無水エタノール/プロピオン酸混液 (17 : 10 : 10 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、1 個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

定量法 本品及びオザグレルナトリウム標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するオザグレルのピーク面積の

比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{オザグレルナトリウム (C}_{13}\text{H}_{11}\text{N}_2\text{NaO}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{オザグレルナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 安息香酸のメタノール溶液 (1 100)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 272 nm)

カラム: 内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 酢酸アンモニウム溶液 (3 1000) / メタノール混液 (4 : 1)

流量: オザグレルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、オザグレルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

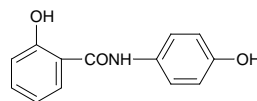
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

008204

オサルミド

Osalmid



$C_{13}H_{11}NO_3$: 229.23

本品を乾燥したものは定量するとき、オサルミド

($C_{13}H_{11}NO_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯灰黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をエタノール 15 mL に溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は暗赤色~赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をエタノール 2 mL に溶かし、水 10 mL、塩酸 4 アミノアンチピリン試液 0.2 mL 及びフェリシアン化カリウム溶液 (1 100) 0.2 mL を加えて振り混ぜ、次にアンモニア試液 1 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤色を呈する。

(3) 本品 0.01 g に水 20 mL を加え、加温して溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び希塩酸 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈し、放置するとき、黄だいたい色の沈殿を生じる。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1640 cm^{-1} , 1545 cm^{-1} ,

1516 cm^{-1} , 1251 cm^{-1} , 822 cm^{-1} 及び 775 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 177 ~ 180 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を温炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL にジメチルホルムアミド 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.016 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル/メタノール混液 (20 : 3 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 60 分以上放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

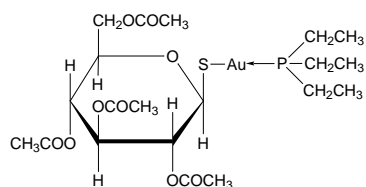
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 22.923 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NO}_3$

貯法 容器 密閉容器。

109677

オーラノフィン

Auranofin



$\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{AuO}_9\text{PS}$: 678.48

本品を乾燥したものは定量するとき、オーラノフィン ($\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{AuO}_9\text{PS}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル又はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水 3 mL, 硝酸 3 mL 及び硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、金色の浮遊物を生じる。

(2) 本品及びオーラノフィン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -54.0 ~ -62.0 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.2 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

融点 113 ~ 116 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g を磁製するつばにとり、無水炭酸ナトリウム 0.25 g を加え、よくかき混ぜた後、炭化物がなくなるまで加熱する。冷後、水 20 mL を加え、加熱し、冷後、ろ過し、残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希硝酸で中和した後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液: 無水炭酸ナトリウム 0.25 g に水 20 mL を加えて溶かし、希硝酸で中和した後、希硝酸 6 mL を加え、0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) ヒ素 本品 0.5 g をケルダールフラスコに入れ、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を注意しながら加え、液がほとんど無色となるまで加熱する。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL を加え、濃い白煙が生じるまで加熱濃縮して 1 ~ 2 mL とする。これに水 3 mL 及びメチルオレンジ試液 1 滴を加え、強アンモニア水を用いて中和した後、ろ過する。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。比較液は本品を用いないで同様に操作した後、ヒ素標準液 2.0 mL を加え、以下検液の試験と同様に操作する (4 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.05 g をクロロホルム 5.0 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 3 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥する。冷後、これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

定量法 本品及びオーラノフィン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれに水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 10 mL を加えて溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、水/アセトニトリル混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するオーラノフィンのピーク面積の比 Q_1 及び Q_2 を求める。

オーラノフィン (C₂₀H₃₄AuO₉PS) の量 (mg)

$$= \text{オーラノフィン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの水/アセトニトリル混液 (1 : 1) 溶液 (3 1250)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム溶液 (1 100)/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液 (12 : 5 : 3)

流量：オーラノフィンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

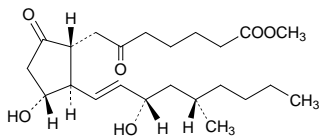
カラムの選定：標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で操作するとき, オーラノフィン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

109129

オルノプロステル

Ornoprostil



C₂₃H₃₈O₆ : 410.54

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, オルノプロステル (C₂₃H₃₈O₆) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠性のある液である。

本品はアセトニトリル, メタノール, 無水エタノール又はエーテルと混和し, 水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 1 mg をエタノール 5 mL に溶かし, *m* ジントロベンゼン試液 3 mL を加え, 氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール溶液 (17 100) 3 mL を加えた後, 氷冷して暗所に 20 分間放置するとき, 液は紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 100000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 274 ~ 278 nm に吸収を示さないが, この液 10 mL に水酸化カリウムのメタノール溶液 (3 100) 10 mL を加え, 15 分間放置した液は波長 274 ~ 278 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき, 波数 2960 cm⁻¹, 2930 cm⁻¹, 2870 cm⁻¹, 1739 cm⁻¹ 及び 972 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : -52 ~ -59° (0.1 g, 無水エタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 8 イソ体及びラクトン体 本品約 0.10 g を精密に量

り, アセトニトリルに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 試料溶液とする。別に 8 イソオルノプロステル標準品及びオルノプロステルラクトン体標準品約 1 mg ずつを精密に量り, アセトニトリルに溶かし, 正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対する 8 イソ体のピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{S1} 並びにラクトン体のピーク面積の比 Q_{T2} 及び Q_{S2} を求め, 次式によりそれぞれの量を計算するとき, 8 イソ体は 2.0 % 以下及びラクトン体は 3.0 % 以下である。

8 イソ体の量 (mg)

$$= 8 \text{ イソオルノプロステル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}} \times 5$$

ラクトン体の量 (mg)

$$= \text{オルノプロステルラクトン体標準品の量 (mg)}$$

$$\times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}} \times 5$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液 (1 20000)

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 4 μL から得た 8 イソ体のピーク高さが, フルスケールの 3 ~ 6 % になるように調整する。

(2) その他の類縁物質 本品 0.010 g をアセトニトリル 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。別に 8 イソオルノプロステル標準品 1 mg をアセトニトリル 10 mL に溶かし, 対照溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板をあらかじめ氷酢酸のメタノール溶液 (1 20) に 1 分間浸した後, 風乾したものに試料溶液, 標準溶液及び対照溶液 10 μL ずつをスポットする。次に酢酸エチルを展開溶媒として約 15 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにブルーテトラゾリウム・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットで対照溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.0 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り, アセトニトリルに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 試料溶液とする。別にオルノプロステル標準品を乾燥 (減圧, 室温, シリカゲル, 15 時間) し, その約 0.01 g を精密に量り, アセトニトリル 10 mL に溶かし, 内標準溶液 10 mL を正確に加え, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するオルノプロステルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

オルノプロスチル ($C_{25}H_{38}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{オルノプロスチル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 10$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液 (1 20000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：205 nm)

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

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (5 : 4)

流量：オルノプロスチルの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：オルノプロスチル標準品 0.01 g，8 イソオルノプロスチル標準品及びオルノプロスチルラクトン体標準品 0.5 mg ずつをアセトニトリル 10 mL に溶かし，内標準溶液 10 mL を加えた液 4 μ L につき，上記の条件で操作するとき，ラクトン体，内標準物質，オルノプロスチル，8 イソ体の順に溶出し，オルノプロスチルと 8 イソ体の分離度が 1.5 以上のものを用いる。

貯法

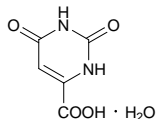
保存条件 遮光して，空気を窒素 (日局) で置換して -10 $^{\circ}$ C 以下に保存する。

容器 気密容器。

003807

オロチン酸

Orotic Acid



$C_5H_4N_2O_4 \cdot H_2O$: 174.11

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，オロチン酸 ($C_5H_4N_2O_4$: 156.10) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール，エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は 2.0 ~ 3.0 である。

確認試験

(1) 本品の飽和水溶液 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき，液は暗赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に 0.01 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 10 mL に臭素試液 5 滴を加え，10 秒間振り混ぜた後，チオ硫酸ナトリウム微量を加えて脱色し，56 $^{\circ}$ C の水浴中で 3 分間加温した後，*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの *n* プロパノール溶液 (1 40) 2 mL を加え，56 $^{\circ}$ C の水浴中で 3 分間加温す

るとき，液はだいたい色を呈する。

(3) 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (1 100000) につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる法により試験を行う (2 ppm 以下)。

水分 9.5 ~ 11.5 % (0.2 g，容量滴定法，直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り，0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 8 mL を正確に加えて溶かし，水 30 mL を加え，過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

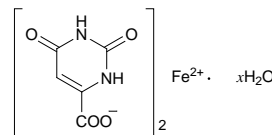
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 78.05 mg $C_5H_4N_2O_4$

貯法 容器 気密容器。

102346

オロチン酸第一鉄

Ferrous Orotate



$C_{10}H_6FeN_4O_8 \cdot xH_2O$

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，オロチン酸 ($C_5H_4N_2O_4$: 156.10) 81.0 ~ 89.0 % 及び鉄 (Fe : 55.85) 14.0 ~ 16.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色～淡褐色の粉末で，においはなく，金属味がある。

本品は水に溶けにくく，エタノール，エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に希硫酸 25 mL 及び水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後，ろ過する。残留物に水 50 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，上澄液 10 mL に塩化第二鉄試液 2 mL を加えるとき，液は暗赤色を呈する。

(2) (1) の上澄液 1 mL に 0.2 mol/L クエン酸一カリウム・クエン酸緩衝液 (pH 2.5) 2 mL 及び臭素試液 0.5 mL を加える。10 秒間穏やかに振り混ぜた後，チオグリコール酸ナトリウム溶液 (7 1000) 0.5 mL を加え，穏やかに振り混ぜて脱色する。更に 55 ~ 60 $^{\circ}$ C の水浴中で 3 分間加熱し，*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの *n* プロパノール溶液 (1 40) 2 mL を加えて 3 分間加温するとき，液はだいたい色を呈する。

(3) 定量法 (1) の項で得た試料溶液につき，紫外可視

吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 282 ~ 286 nm に吸収の極大を示す。

(4) (1) で得たる液は、第一鉄塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g を強熱し、その残留物に水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.096 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g を磁製するつぼにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙の生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱して灰化する。冷後、残留物が完全に溶けるまで 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつを数回加えて水浴上で蒸発乾固を繰り返す。残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、加温して溶かし、分液漏斗に移す。磁製するつぼを 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、エーテル 40 mL ずつで 2 回、更に 20 mL を加えて振り混ぜた後、静置し、分離したエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、強アンモニア水を滴加して液の pH を 3 ~ 4 に調整した後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製するつぼに硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固する。残留物に検液の調製で灰化後の残留物を完全に溶かすに要したと同容量の 6 mol/L 塩酸試液を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に鉛標準液 2.0 mL 及び 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移し、以下検液の調整と同様に操作する (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により灰化する。冷後、残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、蒸発乾固する。残留物に水 15 mL を加えて溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。比較液はヒ素標準液 2.0 mL に水を加えて 15 mL とする。ただし、検液及び比較液には L アスコルビン酸 0.1 g ずつを加える (2 ppm 以下)。

(4) アンモニウム塩 本品 1.0 g をとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

乾燥減量 20 ~ 25 % (1 g, 減圧, 160 °C, 4 時間)。

定量法

(1) オロチン酸 本品約 0.15 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化カリウム液 100 mL を加えて加温しながらよく振り混ぜ、冷後、ろ過する。残留物は 0.1 mol/L 水酸化カリウム液 20 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化カリウム液を加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化カリウム液を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 284 nm 付近における吸収極大の波長で吸光度 A を測定する。

$$\text{オロチン酸 (C}_5\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_6\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{363} \times 100000$$

(2) 鉄 本品約 0.8 g を精密に量り、水 75 mL 及び希

硫酸 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液で滴定する (指示薬: *o* フェナントロリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤だいたい色が黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 5.585 \text{ mg Fe}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101265

カサンスラノール

Casanthranol

本品はカスカラサグラダ *Rhamnus purshiana* De Candolle (*Rhamnaceae*) の乾燥樹皮から抽出して得たもので、定量するとき、換算した乾燥物に対し、総ヒドロキシアントラセン誘導体 (カスカロシド A として) 20.0 % 以上を含み、カスカロシド類 (カスカロシド A として) は総ヒドロキシアントラセン誘導体の 80 % 以上である。

性状 本品は黄褐色 ~ 褐色の粉末で、特異なおいがあり、味はわずかに甘味を有し、後に苦味が残る。

本品は水又は無水エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 50 mL を加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 10 mL に 6 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、エーテル 20 mL ずつで 3 回抽出し、全抽出液を合わせ (水層は (2) の試験に用いる)、これに薄めたアンモニア試液 (1 : 3) 10 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤褐色を呈する。

(2) (1) で得た水層に塩化第二鉄 5 g を加え、水浴中で 30 分間加熱し、冷後、クロロホルム 15 mL を加えて振り混ぜた後、クロロホルム層を分取する。これを水 10 mL で洗い、クロロホルム層に薄めたアンモニア試液 (1 : 3) 5 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤色を呈する。

(3) 本品の無水エタノール/水混液 (7 : 3) 溶液 (3 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 269 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (25 ppm 以下)。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 16 時間)。

強熱残分 2.5 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 総ヒドロキシアントラセン誘導体 本品約 0.5 g を精密に量り、無水エタノール/水混液 (7 : 3) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に分液漏斗に量り、水 5 mL, 1 mol/L 塩酸試液 2 滴及び四塩化炭素 40 mL を加えて振り混ぜた後、四塩化炭素層をとり、これを水 10 mL で洗った後、洗液は先の水層に合わせる。これ

に四塩化炭素 40 mL を加えて振り混ぜる。四塩化炭素層をとり、水 10 mL で洗った後、洗液は先の水層に合し、脱脂綿を用いてろ過し、脱脂綿は少量の水で洗い、水を加えて正確に 50 mL とし、これを A 液とする。A 液 5 mL を正確に共栓フラスコに量り、カサンスラノール用塩化第二鉄試液 2 mL 及び塩酸 12 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 3 時間加熱する。冷後、フラスコの内容物を分液漏斗に移し、残留物を水酸化ナトリウム試液 4 mL 及び水 30 mL を用いて先の分液漏斗に洗い込み、四塩化炭素 20 mL ずつで 4 回抽出する。全抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 2 回洗った後、四塩化炭素を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、四塩化炭素を減圧で除去した後、残留物に酢酸マグネシウムのメタノール溶液 (1/200) 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に 1, 8 ジヒドロキシアントラキノン標準品をデシケーター (シリカゲル) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、四塩化炭素に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、四塩化炭素を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、四塩化炭素を減圧で除去した後、残留物に酢酸マグネシウムのメタノール溶液 (1/200) 10 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、メタノールを対照とし、波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

総ヒドロキシアントラセン誘導体 (カスカロシド A として) の量 (mg)

= 1, 8 ジヒドロキシアントラキノン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2.88$$

2.88 : 1.8 ジヒドロキシアントラキノンからカスカロシド A への換算係数

(2) カスカロシド類 定量法 (1) で得た A 液 25 mL を正確に分液漏斗に量り、水飽和酢酸エチル 30 mL ずつで 3 回抽出し、全酢酸エチル抽出液を合わせ、水 5 mL を加えて振り混ぜた後、水層は水飽和酢酸エチル 30 mL で洗い、水層は初めの水層に合わせ、脱脂綿を用いてろ過し、脱脂綿は少量の水で洗い、水を加えて正確に 50 mL とし、これを B 液とする。B 液 10 mL を正確に共栓フラスコに量り、カサンスラノール用塩化第二鉄試液 2 mL 及び塩酸 12 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 3 時間加熱する。冷後、総ヒドロキシアントラセン誘導体の定量法と同様に操作する。

カスカロシド類 (カスカロシド A として) の量 (mg)

= 1, 8 ジヒドロキシアントラキノン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2.88$$

2.88 : 1.8 ジヒドロキシアントラキノンからカスカロシド A への換算係数

貯法 容器 気密容器。

103429

下垂体性性腺刺激ホルモン

Human Menopausal Gonadotrophin

本品は更年期の婦人尿から得た性腺刺激ホルモンを乾燥し

たもので、1 mg 中 7.5 卵胞成熟ホルモン単位以上を含むものである。

本品は定量するとき、表示単位の 80 ~ 125 % を含む。

性状 本品は淡灰黄色の粉末で、においはない。

確認試験 本品の適量を量り、胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし、その 0.2 mL 中に表示単位に従い 2 単位を含む溶液を調製し、定量法に従い試験を行うとき、試験動物の平均卵巣質量は、胎盤性性腺刺激ホルモン溶液のみを注射した対照の 2 ~ 5 倍である。

純度試験 間質細胞刺激ホルモン 本品は次の方法により試験を行うとき、間質細胞刺激ホルモンの量は、本品 1 mg 当たり 75 間質細胞刺激ホルモン単位以下である。

(1) 試験動物 体重約 40 g の健康な雄のシロネズミを用いる。

(2) 標準溶液 下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、pH 7.1 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、この液 0.2 mL 中に 2, 4, 8 単位を含む溶液を調製する。この溶液を 3 ~ 5 匹を 1 群とする試験動物に、(4) の操作法に従って注射し、精のうの質量を測定する。試験の結果に基づき、精のうの質量が 0.025 ~ 0.035 g になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める。下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、pH 7.1 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液の濃度となるように調製し、高用量標準溶液 S_H とする。この高用量標準溶液に pH 7.1 のリン酸塩緩衝液を加えて 1.5 ~ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする。

(3) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように pH 7.1 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(4) 操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A, B, C 及び D の 4 群に無作為に分け、各群にそれぞれ S_H , S_L , T_H 及び T_L を 1 日 1 回 0.2 mL ずつ 5 日間皮下注射し、第 6 日に精のうを摘出し、附着する不要組織を分離し、手で軽く押しつぶして内容物を出し、ろ紙で軽く吸いとり、精のうの質量を量る。

(5) 計算法 胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) の定量法を準用する。

水分 6 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) 試験動物 体重約 40 g の健康な雌シロネズミを用いる。

(2) 標準溶液 下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし、この液 0.2 mL 中に 0.15, 0.30, 0.60 単位を含む溶液を調製する。この溶液を 3 ~ 5 匹を 1 群とする試験動物に、(4) の操作法に従って注射し、卵巣質量を測定する。試験の結果に基づき、卵巣質量が 0.095 ~ 0.105 g になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める。下垂体性性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り、胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし、この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液の濃度となるように調

製し、高用量標準溶液 S_H とする。この高用量標準溶液に胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて 1.5 ~ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする。

(3) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むように胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし、これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(4) 操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A, B, C 及び D 群の 4 群に無作為に分け、各群にそれぞれ S_H , S_L , T_H 及び T_L を第 1 日の午後 1 回、第 2 日の午前、正午及び午後の 3 回、第 3 日の午前及び午後の 2 回にわたって 1 回 0.2 mL ずつ皮下注射する。第 5 日に卵巣を摘出し、附着する脂肪その他の不要組織を分離し、ろ紙で軽く吸いとり、直ちに卵巣質量を量る。

(5) 計算法 胎盤性性腺刺激ホルモン(日局)の定量法を準用する。

貯法

保存条件 冷所に保存する。

容器 密封容器。

111979

カゼイ菌

Lactobacillus Casei

本品はカゼイ菌(乳酸菌: *Lactobacillus casei*)の生菌菌体を集め、乾燥した後、デンプンなど適当な賦形剤又はそれらの混合物と混合して製したものである。

本品は定量するとき、1 g 中にカゼイ菌の生菌を $2 \times 10^9 \sim 4 \times 10^{11}$ 個を含む。

性状 本品は白色~わずかに黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、ごくわずかに苦みがある。

確認試験

(1) スライドグラス上に 1 白金耳量の水をとり、これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり、かき混ぜて懸濁し、適当な大きさに拡げた後、室温又は遠火で乾燥する。次に 2 ~ 3 回小炎の中を通過させて固定した後、「ラクトミン」のグラム染色法の(1)又は(2)により染色し、これを鏡検するとき、濃紫色に染まった桿菌を認める。

(2) 定量法で得た集落をとり、カゼイ菌試験用液状培地 20 mL に接種する。35 ~ 37 °C で 48 時間培養した後、孔径 0.45 μm のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に乳酸 2 g をとり、水を加えて 25 mL とし、この液 1 mL をカゼイ菌試験用液状培地に加えて 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液から得た主ピークの保持時間は、標準溶液から得たピークの保持時間に一致する。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 2 m のガラス管に 197 ~ 273 μm のガスクロマトグラフ用多孔性ポリマービーズを充てんする。

カラム温度: 50 ~ 250 °C の範囲で、1 分間に 5 °C の割合で昇温する。

キャリアーガス: 窒素

流量: 乳酸の保持時間が約 30 分になるように調整する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 10.0 % 以下(1 g, 減圧, 105 °C, 4 時間)。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、生理食塩液(日局) 30 mL 中に加えて強く振り混ぜ、更に生理食塩液(日局)を加えて正確に 50 mL とし、よく振り混ぜる。この液 1 mL を正確に量り、別に正確に分注した生理食塩液(日局) 9 mL 中に加える操作(10 倍希釈法)を繰り返し、1 mL 中に生菌を 30 ~ 300 個含む濃度に希釈し、試料溶液とする。3 枚のペトリ皿に試料溶液 1 mL ずつを正確に入れ、これを 48 ~ 50 °C に保ったカゼイ菌試験用カンテン培地を 20 mL ずつ加えてすばやく混和し、固化させる。35 ~ 37 °C で 24 ~ 72 時間培養し、出現した集落を数え、平均集落数を求める。

試料 1 g 中の生菌数(個)

= 平均集落数 \times 希釈倍数 \times 50/試料採取量(g)

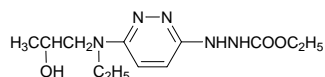
希釈倍数: 10 倍希釈法による希釈倍数

貯法 容器 気密容器。

109492

カドララジン

Cadralazine



$\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_3$: 283.33

本品を乾燥したものは定量するとき、カドララジン($\text{C}_{12}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色~淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

本品は 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける。

本品のメタノール溶液(1 : 40)は旋光性を示さない。

融点: 約 165 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.04 g を 0.05 mol/L 硫酸試液に溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1720 cm^{-1} , 1499 cm^{-1} , 1258 cm^{-1} , 1002 cm^{-1} 及び 838 cm^{-1} 付近に吸収を

認める。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.40 g をメタノール 15 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にメタノール 15 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板に速やかにスポットする。風乾後、直ちにクロロホルム/メタノール/水混液 (95 : 10 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、2 個以下で標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

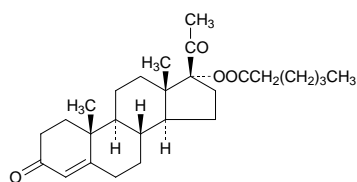
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.333 mg C₂₇H₄₀O₄

貯法 容器 密閉容器。

100075

カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン

Hydroxyprogesteron Caproate



C₂₇H₄₀O₄ : 428.60

本品を乾燥したものは定量するとき、カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン (C₂₇H₄₀O₄) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、アセトン、酢酸エチル又はジオキサンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 1 mg に硫酸 1 mL を加えて溶かし、5 分間放置するとき、液は微黄色を呈する。この液に水 0.5 mL を加えるとき、液は緑色から赤色を経て、赤紫色を呈し、青色の蛍光を発する。

- (2) 本品 0.05 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。これに水 3 mL を加え、水浴上で減圧で乾固した後、薄めた硫酸 (1 : 2) 2 mL を加え、水浴上で加熱するとき、カブロン酸のにおいを発する。

- (3) 本品及びカブロン酸ヒドロキシプロゲステロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルと標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

融点 120 ~ 124 °C

旋光度 [α]_D²⁰ : +58 ~ +64 ° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール 20 mL に溶かすとき、液は無色 ~ 微黄色澄明である。
- (2) 酸 本品 0.20 g を中和エタノール 25 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液の色は赤色である。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) 他のステロイド 本品 0.10 g にクロロホルムを加えて溶かし、正確に 20 mL とし試料溶液とする。別にこの液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にカブロン酸ヒドロキシプロゲステロン標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、波長 240 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン (C₂₇H₄₀O₄) の量 (mg) = カブロン酸ヒドロキシプロゲステロン標準品の量 (mg) × $\frac{A_T}{A_S}$

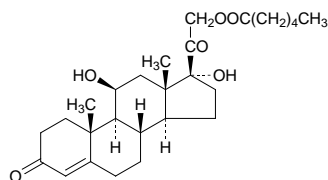
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

102960

カブロン酸ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone Caproate

 $C_{27}H_{40}O_6$: 460.60

本品を乾燥したものは定量するとき、カブロン酸ヒドロコルチゾン ($C_{27}H_{40}O_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、アセトン、ジオキササン又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水、エーテル又はヘキササンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を発生し、だいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液は紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発生する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発生し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

(2) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、だいたい色 ~ 赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g に希水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、カブロン酸エチルのにおいを発する。

(4) 本品及びカブロン酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +147 ~ +153° (乾燥後, 0.1 g, ジオキササン, 10 mL, 100 mm)。

融点 151 ~ 155 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をジオキササン 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.5 g にブロムチモールブルー試液に対して中性としたエタノール 10 mL を加えて溶かし、ブロムチモールブルー試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.17 mL を加えるとき、液の色は青色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をエタノール 30 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。こ

れを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.050 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びカブロン酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、その約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するカブロン酸ヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

カブロン酸ヒドロコルチゾン ($C_{27}H_{40}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{カブロン酸ヒドロコルチゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 アントラセンのメタノール溶液 (1 : 12500)
操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: メタノール/水混液 (4 : 1)

流量: カブロン酸ヒドロコルチゾンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カブロン酸ヒドロコルチゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

002085

カラミン

Calamine

本品は少量の酸化第二鉄を含む酸化亜鉛である。

本品を強熱したものは定量するとき、酸化亜鉛 (ZnO : 81.39) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は淡赤色 ~ 赤色の粉末で、におい及び味はない。本品は水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に大部分溶ける。

確認試験

- (1) 本品 1 g に希塩酸 10 mL を加えて溶かし、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過した液は、亜鉛塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。
- (2) 本品 1 g に希塩酸 10 mL を加えて煮沸した後、ろ過し、ろ液にチオシアン酸アンモニウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

純度試験

- (1) 酸不溶物 本品 2.0 g に希塩酸 50 mL を加えて溶かし、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。残留物を水 10 mL ずつで 3 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.030 g 以下である。
- (2) アルカリ 本品 1.0 g に水 20 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱した後、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。残留物を水 5 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、これにフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 0.20 mL を加えるとき、液は無色である。
- (3) 鉛 本品 1.0 g に水 15 mL を加え、かき混ぜながら氷酢酸 5 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過し、ろ液にクロム酸カリウム試液 5 滴を加えるとき、液は混濁しない。
- (4) ヒ素 本品 0.5 g に希硫酸 5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

強熱減量 2.0 % 以下 (1 g, 850 °C, 1 時間)。

定量法 本品を 850 °C で 1 時間強熱し、その約 1.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸 50 mL を正確に加え、穏やかに加熱して溶かし、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。ろ過器上の残留物は熱湯で洗液が中性となるまで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、塩化アンモニウム 2.5 g を加え、冷後、1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: メチルオレンジ試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

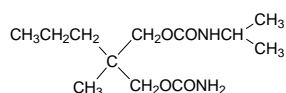
0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 40.69 mg ZnO

貯法 容器 気密容器。

004002

カリソプロドール

Carisoprodol



$\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$: 260.33

本品を乾燥したものは定量するとき、カリソプロドール ($\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はエタノール又はアセトンに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え、徐々に加熱し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、液は混濁する。

- (2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、加熱するとき、発生するガスは、潤した赤色リトマス紙を青変する。

融点 91 ~ 94 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、エタノール 20 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール 20 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (15 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 *p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、薄めた硫酸 (1 : 4) 25 mL を加え、還流冷却器を付け、3 時間煮沸する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 60 mL を静かに加え、しびき止めの付いた蒸留装置に連結する。受器中にはホウ酸溶液 (1 : 25) 20 mL を入れ、冷却管の先端をこの液に浸し、留液 50 mL を得るまで蒸留する。冷却管の先端を液面から離して、少量の水でその部分を洗い込み、0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬: プロムクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て淡赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

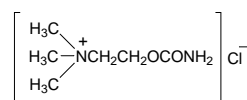
0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 13.016 mg $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_4$

貯法 容器 気密容器。

101219

カルバコール

Carbachol



$\text{C}_6\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$: 182.65

本品を乾燥したものは定量するとき、カルバコール ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{ClN}_2\text{O}_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、に

おいはないか、又はわずかにアミンようのにおいがある。

本品は水に溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 5 mg を水 5 mL に溶かし、ライネツケ塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g に水酸化カリウム・エタノール試液 10 mL を加えて、1 ~ 2 分間穏やかに煮沸するとき、白色の沈殿を生じる。また、冷却するとき、アミン臭を発する。更に上澄液を傾斜して除き沈殿物に希塩酸 3 mL を加えるとき、泡だつてガスを発生する。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3257 cm^{-1} 、 3020 cm^{-1} 及び 1737 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 20) は塩化物の定性反応を呈する。

融点 201 ~ 205 °C (分解)。

純度試験 溶状 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

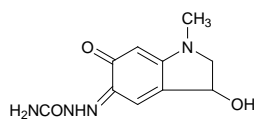
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.265 mg $\text{C}_6\text{H}_6\text{ClN}_2\text{O}_2$

貯法 容器 気密容器。

001201

カルバゾクロム

Carbazochrome



$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3$: 236.23

本品を乾燥したものは定量するとき、カルバゾクロム ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄赤色 ~ 赤色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはなく、味はわずかに苦い。

本品は氷酢酸に溶けにくく、水又はエタノールに極めて溶けにくく、無水酢酸又は無水エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 222 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は濃緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に薄めた硫酸 (1 : 3) 2 mL を加えて溶かすとき、黄色を呈し、これに亜硝酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えてよく振り混ぜるとき、液は徐々に赤褐色を呈する。

(3) 本品 0.01 g にアニリン 1 mL を加え、注意しながら加熱し、煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(4) 本品を 105 °C で 5 時間乾燥し、その 2 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3350 cm^{-1} 、 1690 cm^{-1} 、 1560 cm^{-1} 及び 1050 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (354 nm): 1054 ~ 1130 (乾燥後, 5 mg, 水, 1000 mL)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.2 g に水 80 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL、硝酸銀試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。別にろ液 20 mL に希硝酸 6 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加え、10 分間放置した後、ろ液が澄明になるまでろ過を繰り返し、残留物は水 5 mL ずつで 4 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL 及び水を加えて 50 mL とし、比較液とする。検液及び比較液につき、直射日光を避け、5 分間放置した後、黒色の背景を用い、ネスラー管の上方又は側方から観察して混濁を比較するとき、検液の呈する混濁は、比較液の呈する混濁より濃くない (0.041 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) 鉄 本品 0.5 g を強熱し、残留物に塩酸 2 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、水 10 mL を加えた後、過硫酸アンモニウム溶液 (3 : 100) 1 mL を加え、よく振り混ぜ、水を加えて 20 mL とし、チオシアン酸アンモニウム試液 2 mL を加えるとき、液の色は次の比較液より濃くない。比較液：鉄標準液 3.0 mL に塩酸 2 mL を加え、同様に操作する。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加え、加温して溶かした後、無水酢酸 120 mL を加え、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

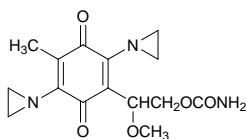
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.623 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_3$

貯法 容器 気密容器。

101237

カルボコン

Carboquone

C₁₅H₁₉N₃O₅ : 321.33

本品を乾燥したものは定量するとき、カルボコン

(C₁₅H₁₉N₃O₅) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は赤色～赤褐色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は *N,N* ジメチルアセトアミドにやや溶けにくく、クロロホルムに溶けにくく、アセトニトリル、メタノール、エタノール、アセトン又はエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 202 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のアセトン溶液 (1 : 10000) 1 mL に 4 (4-ニトロベンジル)ピリジンのアセトン溶液 (1 : 20) 1 mL 及びフタル酸水素カリウム溶液 (1 : 50) 2 mL を加え、沸騰水浴上で 10 分間加熱した後、氷冷し、クロロホルム 10 mL 及び炭酸カリウム溶液 (13.8 : 100) 3 mL を加え、直ちに激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は紫赤色を呈する。

(2) 本品の *N,N* ジメチルアセトアミド溶液 (1 : 100) 0.2 mL にローダニン飽和水溶液 1 mL 及び強アンモニア水 0.3 mL を加えて激しく振り混ぜ、5 分間放置するとき、液は暗帯黄緑色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 329 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を 105 °C で 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1728 cm⁻¹, 1700 cm⁻¹ 及び 1580 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (332 nm): 495 ~ 525 (乾燥後, 0.025 g, メタノール, 2500 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に、*N,N* ジメチルアセトアミド 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をとり、クロロホルム 25 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法に

より試験を行う。試料溶液及び標準溶液 35 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちにアセトニトリルを展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12 g を精密に量り、チオシアン酸カリウムのアセトニトリル溶液 (7 : 100) 50 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 硫酸 15 mL を正確に加え、更に水 50 mL を加え、30 分間かき混ぜた後、過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 16.066 mg C₁₅H₁₉N₃O₅

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

004007

含糖酸化鉄

Saccharated Ferric Oxide

本品は水酸化第二鉄及びシヨ糖の化合物である。

本品を乾燥したものは定量するとき、鉄 (Fe : 55.845) 4.4 ~ 5.0 % を含む。

性状 本品は帯赤褐色～暗褐色の粉末で、においはなく、味は甘い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 g を加熱するとき、融解してふくれ上がり、カラメルのおおいを発する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に希塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温した液は第二鉄塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 2.0 g に水を加えて溶かし、5 mL とした液の pH は 9.5 ~ 10.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は暗褐色澄明である。

(2) 塩化物 (1) の液 8 mL に硝酸 3 mL を加え、澄明になるまで加熱し、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に硝酸 3 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.080 % 以下)。

(3) 遊離の鉄塩 (1) の液 5 mL に pH 5.6 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 2 mL 及びフェロシアン化カリウム試液 3 滴を加えるとき、液の色は変化しない。また (1) の液 5 mL に pH 5.6 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 2 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 3 滴を加えるとき、液の色は変化しない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、水 5 mL を加えて溶かし、希硫酸 10 mL を加え、水浴上で加熱して淡黄色澄明な液とする。冷後、振り動かしながら 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液を持続する淡赤色を呈するまで加える。これにヨウ化カリウム 4 g を加え、密栓してよく振り混ぜ、暗所に 30 分間放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 1 mL）。別に水 5 mL 及び希硫酸 10 mL にヨウ化カリウム 4 g を加え、密栓してよく振り混ぜ、以下同様の方法で空試験を行い、補正する。

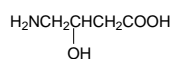
0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.585 mg Fe

貯法 容器 気密容器。

100165

ガンマ アミノ ベータ ヒドロキシ酪酸

Amino hydroxybutyric Acid



C₄H₉NO₃ : 119.12

本品を乾燥したものは定量するとき、ガンマ アミノ ベータ ヒドロキシ酪酸 (C₄H₉NO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

融点：約 210 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL にニンヒドリン試液 1 滴を加えて煮沸するとき、液は青色~青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えてアルカリ性とした後、薄めた硫酸銅試液 (2 : 5) 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2130 cm⁻¹, 1628 cm⁻¹, 1458 cm⁻¹, 1418 cm⁻¹ 及び 1119 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.40 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL を加える (0.080 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.60 mL を加える (0.029 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 7.5 mL を加える (0.03 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、氷酢酸 7.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/水混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、氷酢酸 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

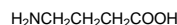
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.912 mg C₄H₉NO₃

貯法 容器 密閉容器。

520326

ガンマ アミノ酪酸

Aminobutyric Acid



C₄H₉NO₂ : 103.12

本品を乾燥したものは定量するとき、ガンマ アミノ酪酸 (C₄H₉NO₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水又は氷酢酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 7.0 ~ 8.0 である。

融点：約 200 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫青色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 10) 5 mL に炭酸銅 0.1 g を加えて煮沸するとき、液は青色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を加える (0.02 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
 (6) 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、更にこの液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: α ナフトールベンゼイン試液 10 滴)。ただし、滴定の終点は液のだいたい黄色が帯黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.312 mg C₂N₂O₂

貯法 容器 気密容器。

120918

キセノン

Xenon

Xe: 131.29

本品の乾燥ガスは、定量するときキセノン (Xe) を 99.9 vol % 以上を含む。

性状 本品は無色で安定な不活性ガスであり、燃えない。

本品 1 mL は温度 20 $^{\circ}$ C、気圧 101.3 kPa で、水 9.2 mL に溶ける。

沸点: -108.1 $^{\circ}$ C

融点: -111.8 $^{\circ}$ C

確認試験

(1) 本品に燃えている木片を入れるとき、木片の火は直ちに消える。

(2) 本品及びキセノン基準ガス 1 mL ずつを、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製又はステンレス製導入管を用いて、それぞれガスクロマトグラフ用ガス計量管又はガスタイトシリンジ中に採取する。これらのガスにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、キセノン基準ガスの保持時間に一致する。

純度試験 本品の採取量は、その容器を試験前 6 時間以上、18 ~ 22 $^{\circ}$ C に保った後、20 $^{\circ}$ C で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとす。

(1) 酸素 本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製又はステンレス製導入管を用いてガスクロマトグラフ用ガス計量管又はガスタイトシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガス

クロマトグラフ法により試験を行い、酸素のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調整器に酸素 0.019 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、酸素のピーク面積 A_S を求めるとき A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器: 熱伝導型検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度: 100 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 酸素の保持時間が約 1 分 30 秒になるように調整する。

カラムの選定: 混合ガス調整器に酸素 0.019 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記条件で操作するとき、酸素、本品の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度: カラムの選定に用いた混合ガス 1.0 mL から得た酸素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

(2) 窒素 本品の採取及び操作条件は、純度試験 (1) を準用する。ただし、比較混合ガスは、混合ガス調整器に窒素 0.076 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合したものをを用いる。

流量は、窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する。

(3) クリプトン 本品の採取及び操作条件は、純度試験 (1) を準用する。ただし、比較混合ガスは、混合ガス調整器にクリプトン基準ガス 0.005 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合したものをを用いる。

流量は、クリプトンの保持時間が約 2 分 30 秒になるように調整する。

定量法 本品の採取は純度試験を準用する。

本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製又はステンレス製導入管を用いてガスクロマトグラフ用ガス計量管又はガスタイトシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、酸素、窒素及びクリプトンのピーク面積 A_{T1} 、 A_{T2} 及び A_{T3} を求める。別に混合ガス調整器に酸素 0.01 mL、窒素 0.01 mL 及びクリプトン基準ガス 0.01 mL を正確に採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、酸素、窒素及びクリプトンのピーク面積 A_{S1} 、 A_{S2} 及び A_{S3} を求める。

キセノン (Xe) の量 (vol %)

$$= 100 - \frac{A_{T1} \times 0.01}{A_{S1}} - \frac{A_{T2} \times 0.01}{A_{S2}} - \frac{A_{T3} \times 0.01}{A_{S3}}$$

操作条件

検出器: 熱伝導型検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度：100 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：酸素，窒素，クリプトン，本品の保持時間が酸素約 1 分 30 秒，窒素約 2 分，クリプトン約 2 分 30 秒，本品約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調整器に酸素 0.01 mL，窒素 0.01 mL 及びクリプトン基準ガス 0.01 mL を採取し，本品を加えて 100 mL とし，よく混合する。その 1.0 mL につき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素，クリプトン，本品の順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

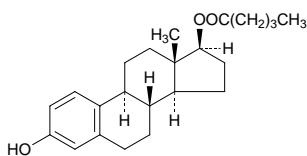
試験の再現性：上記の条件で標準混合ガスにつき，試験を 6 回繰り返すとき，酸素，窒素及びクリプトンのピーク面積の相対標準偏差は 2 % 以下である。

貯法 容器 耐圧金属製密封容器。

102209

吉草酸エストラジオール

Estradiol Valerate



$C_{23}H_{32}O_3$: 356.50

本品を乾燥したものは定量するとき，吉草酸エストラジオール ($C_{23}H_{32}O_3$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない。本品はエタノール，ジオキサン又はエーテルに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，ゴマ油にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし，炭酸カリウム溶液 (1 5) 0.5 mL を加え，還流冷却器を付け，2 時間煮沸した後，水 30 mL を加え，穏やかに加熱して蒸発乾固する。これに水 15 mL を加え，5 ~ 10 ℃ で 1 時間放置した後，ろ過し，沈殿を洗液が中性となるまで冷水で洗い，80 ℃ で 1 時間乾燥するとき，その融点は 173 ~ 179 ℃ である。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え，水浴上で 5 分間加熱する。冷後，薄めた硫酸 (2 7) 2 mL を加え，1 分間穏やかに煮沸するとき，吉草酸エチルのおいを発する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 12500) につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品及び吉草酸エストラジオール標準品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し，本品のスペクトルと標準品のスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +41 ~ +47° (乾燥後，0.25 g，ジオキサ

ン 10 mL，100 mm)。

融点 143 ~ 150 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.5 g にプロムチモールブルー試液に対して中性としたエタノール 25 mL を加えて溶かし，プロムチモールブルー試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.5 mL を加えるとき，液の色は青色である。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり，エタノール 20 mL を加えて溶かし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，エタノールを加えて正確に 20 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，エタノールを加えて正確に 10 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧して加熱するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g，減圧，五酸化リン，4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び吉草酸エストラジオール標準品を乾燥し，その約 0.05 g ずつを精密に量り，それぞれにエタノールを加えて溶かし，正確に 100 mL とする。これらの液 10 mL ずつを正確に量り，それぞれにエタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 281 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

吉草酸エストラジオール ($C_{23}H_{32}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{吉草酸エストラジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

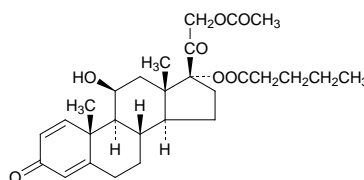
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

110861

吉草酸酢酸プレドニゾロン

Prednisolone Valerate Acetate



$C_{28}H_{38}O_7$: 486.60

本品を乾燥したものは定量するとき，吉草酸酢酸プレドニゾロン ($C_{28}H_{38}O_7$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはない。

本品はアセトン又はジオキサンに溶けやすく，メタノール

又は無水エタノールにやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

融点：約 186 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は徐々に黄色～黄褐色を呈し、蛍光を發しない。
- (2) 本品 0.01 g にメタノール 2 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、だいたい色～赤色の沈殿を生じる。
- (3) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。
- (4) 本品及び吉草酸酢酸プレドニゾロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +30 ~ +35° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、クロロホルム/酢酸エチル/メタノール混液 (50 : 10 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び吉草酸酢酸プレドニゾロン標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する吉草酸酢酸プレドニゾロンのピーク面積の比 Q_1 及び Q_5 を求める。

吉草酸酢酸プレドニゾロン ($C_{28}H_{38}O_7$) の量 (mg)

$$= \text{吉草酸酢酸プレドニゾロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_1}{Q_5}$$

内標準溶液 「酢酸デキサメタゾン」のメタノール溶液 (1 : 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：243 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (10 : 3)

流量：吉草酸酢酸プレドニゾロンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

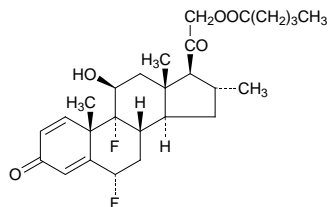
カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、吉草酸酢酸プレドニゾロンの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

108446

吉草酸ジフルコルトロン

Diflucortolone Valerate



$C_{27}H_{36}F_2O_5$: 478.57

本品を乾燥したものは定量するとき、吉草酸ジフルコルトロン ($C_{27}H_{36}F_2O_5$) 98.0 ~ 102.0 % を含み、また、フッ素 (F : 19.00) 7.6 ~ 8.3 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はクロロホルム又はジオキサンに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 2 mg をエタノール 40 mL に溶かし、2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は青緑色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液は、フッ化物の定性反応を呈する。
- (4) 本品及び吉草酸ジフルコルトロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +97 ~ +103° (乾燥後, 0.2 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 200 ~ 204 °C

純度試験 (1) フッ化物 本品 0.5 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 10.0 mL を加え、10 分

間振り混ぜた後、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.0024 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、強熱残分試験法を準用して強熱し、残留物に塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.040 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 4 mL 及び 7 mL をそれぞれ正確に量り、それぞれにクロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/シクロヘキサン混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くなく、総量は 2 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g, 白金つぼ)。

定量法

(1) 吉草酸ジフルコルトロン 本品及び吉草酸ジフルコルトロン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

吉草酸ジフルコルトロン ($\text{C}_{27}\text{H}_{36}\text{F}_2\text{O}_6$) の量 (mg)

$$= \text{吉草酸ジフルコルトロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

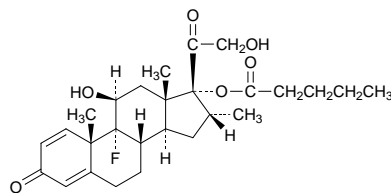
(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

108934

吉草酸デキサメタゾン

Dexamethasone Valerate



$\text{C}_{27}\text{H}_{37}\text{FO}_6$: 476.58

本品を乾燥したものは定量するとき、吉草酸デキサメタゾン ($\text{C}_{27}\text{H}_{37}\text{FO}_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含み、また、フッ素 (F : 19.00) 3.6 ~ 4.4 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、アセトニトリル、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、1-ブタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg を 2 β ジ *t* ブチルクレゾールの 1-ブタノール溶液 (1 : 200) 10 mL に溶かし、テトラメチランモニウムヒドロキシド 0.2 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 10 分間加熱するとき、液は黒青色 ~ 黒紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、吉草酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} , 1715 cm^{-1} , 1663 cm^{-1} , 1620 cm^{-1} , 1610 cm^{-1} 及び 1255 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α] $^{\text{D}}_{20}$: +17 ~ +21 ($^{\circ}$) (乾燥後, 0.5 g, エタノール (99.5), 20 mL, 100 mm)。

融点 179 ~ 184 $^{\circ}\text{C}$ (乾燥後)。

純度試験

(1) 酸 本品 1.5 g に水 75 mL を加え、時々振り混ぜながら 70 $^{\circ}\text{C}$ で 20 分間加温する。冷後、ろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 硫酸塩 (1) の試料溶液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(3) フッ化物 本品 0.40 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 40) 20 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、定量用紙 (5 種 C) を用いてろ過し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 4 mL を正確に量り、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 40) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確にネスラー管にとり、それぞれにアリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (Ⅲ) 試液混液 (1 : 1 : 1) 15 mL を正確に加えて混和した後、1 時間放置する。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 40) 10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照として、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.006 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) アセトン及びヘキサン 本品 0.10 g をとり、内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にアセトン 1.0 g 及びヘキサン 0.50 g をとり、内標準溶液を加えて混和し、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比 Q_{TA} 及び Q_{SA} 並びにヘキサンのピーク面積の比 Q_{TH} 及び Q_{SH} を求めるとき、 Q_{TA} 、 Q_{TH} はそれぞれ Q_{SA} 、 Q_{SH} の 1/2 より大きくない。

内標準溶液 エタノール (99.5) のアセトニトリル溶液 (1 : 10000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：80 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヘキサン、アセトン、内標準物質の順に流出し、ヘキサンとアセトンの分離度及びアセトンと内標準物質の分離度がそれぞれ 2.5 以上のものを用いる。

(6) 他のステロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.05 g をクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L づ

つを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水飽和ジエチルエーテル/2 プロパノール/クロロホルム混液 (18 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、2 個以下であり、かつ標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.3 % 以下 (0.5 g, 120 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法

(1) 吉草酸デキサメタゾン 本品及び吉草酸デキサメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

吉草酸デキサメタゾン ($C_{27}H_{37}FO_6$) の量 (mg)

$$= \text{吉草酸デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

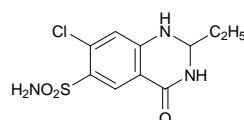
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105757

キネタゾン

Quinethazone



$C_{10}H_{12}ClN_3O_3S$: 289.74

本品を乾燥したものは定量するとき、キネタゾン

($C_{10}H_{12}ClN_3O_3S$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は、ピリジン又はブチルアミンに溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けにくく、水、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に、水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて溶かした後、数分間煮沸する。冷後、希塩酸 30 mL を加えた後、冷却した液につき芳香族第一アミンの定性反応を行うとき、赤紫色を呈し、次第にその呈色を増すか、又は紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に、ブチルアミン 1 mL 及びエタノール 5 mL を加えて溶かし、塩化コバルトのエタノール溶液 (1

200) 3 滴を加えるとき、紫色を呈する。

(3) 本品 0.01 g を、あらかじめ熱灼放冷した銅線上にとり、炎色反応を行うとき、緑色を呈する。

(4) 本品の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (1/25000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 233 ~ 237 nm 及び 270 ~ 274 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g を磁製のつばにとり、初めは注意して弱く加熱し、次に強熱して灰化する。冷後、希塩酸 5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 10 mL を加え、約 2 分間弱く煮沸する。冷後、ネスラー管に移し、水で洗い、洗液及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、ピリジン 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L トリブチルエチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、指示電極としてガラス電極、基準電極として飽和塩化カリウム・メタノール溶液を入れ、12 時間放置した甘汞電極を用いる。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L トリブチルエチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.974 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{12}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

004202

キモトリプシン

Chymotrypsin

本品はウシのすい臓から得た、たん白質分解酵素である。

本品は定量するとき、1 mg 当りキモトリプシン 1000 USP 単位以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.001 mol/L 塩酸試液に溶ける。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) トリプシン (i) 試料溶液 本品 0.100 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。

(ii) 標準溶液 トリプシン標準品 0.010 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。

(iii) 基質液 塩酸 *p* トルエンスルホニル *L* アルギニンメチルエステル 0.0985 g をとり、0.08 mol/L トリスヒドロキシメチルアミノメタン緩衝液 (pH 8.1) 5 mL を加えて溶かし、メチルレッド・メチレンブルー試液 0.25 mL を加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。

(iv) 操作法 試料溶液及び標準溶液 0.05 mL ずつをメスピペットで白色滴板上にとり、それぞれに同時に基質液 0.2 mL を加え、時々揺り動かすとき、試料溶液は、標準溶液より早く紫色を呈さない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 2.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法

(i) 希釈液 リン酸二水素カリウム 4.54 g に水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする (試液 I)。無水リン酸一水素ナトリウム 4.73 g に水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする (試液 II)。試液 I 38.9 mL 及び試液 II 61.1 mL を混ぜ、必要ならば、試液 II を用いて pH を 7.0 に調整する。

(ii) 基質液 *N* アセチル *L* チロジンエチルエステル 0.0237 g に希釈液 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希釈液を加え、正確に 100 mL とする。調製後、直ちに凍結して保存し、用時融解する。

(iii) 試料溶液 本品の適当量を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、1 mL につき、12 ~ 16 USP キモトリプシン単位を含む溶液を調製する。ただし測定時に 30 秒ごとの吸光度の変化が、0.008 ~ 0.012 の間にないときは、秤取量を変えて再調製する。

(iv) 操作法 温度を 25 ± 0.1 °C に保持し得る恒温セル室をもつ自記分光光度計を用いて測定する。0.001 mol/L 塩酸試液 0.20 mL 及び基質液 3.0 mL を 10 mm のセルに入れる。セルを分光光度計に装てんし、波長 237 nm における吸光度を 0.200 に合わせる。試料溶液 0.20 mL を別のセルに入れ、基質液 3.0 mL を加え、混和した後、分光光度計に装てんし、最低 5 分間吸光度を記録し、最低 3 分間の直線部分を求める。同様の操作を 3 回繰り返す。吸光度の変化率が最低 3 分間一定でない場合は、操作をやり直し、また、必要ならば濃度を下げる。

(v) 計算法 1 分間当り 0.0075 の吸光度の変化が、1 USP キモトリプシン単位に相当する。本品 1 mg 中の USP キモトリプシン単位を次式により計算し、3 回の平均値を求める。

本品 1 mg 中の USP キモトリプシン単位

$$= \frac{A_2 - A_1}{T \times W \times 0.0075}$$

A_1 : 直線部分の最後の吸光度。

A_2 : 直線部分の最初の吸光度。

T : A_1 から A_2 までの経過時間 (分)。

W : 試料溶液 0.20 mL 中の本品の mg 数。

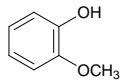
注意: 純度試験で用いる基質は、トリプシン標準品を用いて適合性を試験する。また定量法で用いる基質と分光光度計は、キモトリプシン標準品を用いて、キモトリプシンの定量法を行い、適合性を試験する。

貯法 容器 気密容器。

102611

グアヤコール

Guaiacol

C₇H₈O₂ : 124.14

本品は定量するとき、グアヤコール (C₇H₈O₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～淡紅色澄明の油状の液又は無色の結晶で、特異な芳香があり、液は強く光線を屈折する。

本品はジメチルホルムアミド、エタノール又はエーテルと混和する。

本品は水にやや溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品のエタノール溶液 (1 : 100) 10 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は濃青色を呈する。
- (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1501 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹, 1224 cm⁻¹, 1039 cm⁻¹ 及び 745 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 重金属 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (40 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグアヤコール以外のピークの合計面積は、標準溶液のグアヤコールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライトに 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：本品の保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びフェノール 0.10 g ずつをエタノール 20 mL に溶かす。この液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、本品、フェノールの順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 μL から得たグアヤコールのピーク高さが 10 ~ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からグアヤコールの保持時間の約 2 倍の範囲

蒸留試験 200 ~ 210 ℃, 95 vol % 以上。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 80 mL に溶かし、窒素気流中 0.1 mol/L ナトリウムメ

トキシド・ジオキサン液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・ジオキサン液 1 mL
= 12.414 mg C₇H₈O₂

貯法

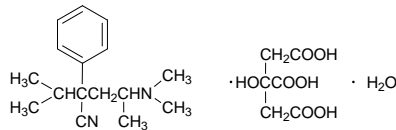
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

103109

クエン酸イソアミニル

Isoaminile Citrate

C₁₆H₂₄N₂ · C₆H₈O₇ · H₂O : 454.51

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、クエン酸イソアミニル (C₁₆H₂₄N₂ · C₆H₈O₇ : 436.50) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、味は苦い。

本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく、水又はアセトンにやや溶けやすく、クロロホルム又は石油エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 130 ℃ (分解) (減圧, 五酸化リン, 8 時間乾燥後)。

確認試験

- (1) 本品 0.5 g に温湯 50 mL を加えて溶かし、これに塩化ナトリウム 17 ~ 19 g を加えて飽和した後、水酸化ナトリウム試液 4 mL を加えてアルカリ性とし、石油エーテル 70 mL を加えて振り混ぜる。石油エーテル層を分取し、水 50 mL ずつで 2 回洗った後、無水硫酸ナトリウム層を通してろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物の一部に硫酸 4 mL を加えて溶かし、150 ± 5 ℃ のグリセリン浴中で 15 分間加熱するとき、液は黄褐色を経て赤褐色に変わる。
- (2) 本品のメタノール溶液 (1 : 1000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 253 nm, 257 ~ 259 nm 及び 263 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。
- (3) (1) で得た残留物につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 2260 ~ 2210 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。
- (4) 本品の水溶液 (1 : 100) はクエン酸塩の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 25 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
 (4) シアン化物 本品 2.0 g を丸底フラスコにとり、水 100 mL を加えて溶かし、リン酸 10 mL を加えて蒸留する。受器にはあらかじめ 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を入れた 100 mL のメスシリンダーを用い、これに冷却器の先端を浸し、全量が 100 mL となるまで蒸留し、試料溶液とする。試料溶液 2.0 mL を共栓試験管にとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希酢酸で中和し、pH 6.8 のリン酸緩衝液 5 mL 及び薄めたクロラミン試液 (1/5) 1.0 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和した後、2 ~ 3 分間放置し、ピリジン・ピラゾロン試液 5 mL を加えてよく混和し、20 ~ 30 °C で 50 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない (0.5 ppm 以下)。

比較液：シアン標準液 1.0 mL を正確に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2.0 mL を共栓試験管にとり、以下試料溶液と同様に操作する。

水分 3.5 ~ 5.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、温湯 50 mL を加えて溶かす。これに塩化ナトリウム 15 ~ 20 g を加えて飽和した後、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えてアルカリ性とし、石油エーテル 30 mL で 1 回、次に 20 mL ずつで 2 回抽出する。全石油エーテル抽出液を合わせ、水 20 mL ずつで 2 回洗う。次に石油エーテル抽出液を正確に 0.05 mol/L 硫酸 5 mL ずつで 3 回抽出した後、石油エーテル層を水 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液は硫酸抽出液と合わせ、過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：メチルレッド・メチレンブルー試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が灰青色を経て緑色に変わるときとする。

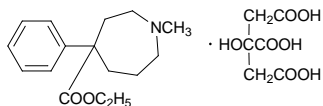
0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 43.65 mg $C_{16}H_{24}N_2 \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

102231

クエン酸エトヘプタジン

Ethoheptazine Citrate



$C_{16}H_{23}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$: 453.48

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸エトヘプタジン ($C_{16}H_{23}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦く、酸味がある。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1/100) の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール 10 mL を加え、加温して

溶かし、ピクリン酸のエタノール溶液 (1/15) 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、一夜冷所に放置する。析出した結晶をろ取し、水 1 mL ずつで 3 回洗った後、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 164 ~ 168 °C (分解) である。

(2) 本品の水溶液 (1/100) はクエン酸塩の定性反応を呈する。

融点 138 ~ 142 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.30 g をとり、薄めたメタノール (1/2) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/ジエチルアミン混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

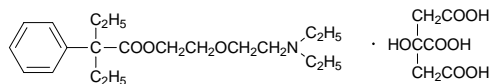
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 45.35 mg $C_{16}H_{23}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

004402

クエン酸オキセラジン

Oxeladin Citrate



$C_{20}H_{33}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$: 527.60

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸オキセラジン ($C_{20}H_{33}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.15 g に水 100 mL を加えて溶かした液につ

き、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 253 nm, 257 ~ 259 nm 及び 263 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かした液は、クエン酸塩の定性反応(2)及び(3)を呈する。

融点 87 ~ 91 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 µL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水混液(60:30:9:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。次に薄層板を 30 秒間ヨウ素蒸気中に放置するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用アセトン 20 mL 及び非水滴定用水酢酸 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

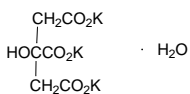
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 52.76 mg $C_{20}H_{33}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

105493

クエン酸カリウム

Potassium Citrate



$C_6H_5K_3O_7 \cdot H_2O$: 324.41

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸カリウム($C_6H_5K_3O_7$: 306.39) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸(100)にやや溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

確認試験 本品の水溶液(1 : 10)はクエン酸塩及びカリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 8.5 ~ 9.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液に

は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.015 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、水を加えて溶かし、40 mL とする。これに希塩酸 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g を磁製のるつぼにとり、ゆるくふたをし、弱く加熱し、炭化する。冷後、硫酸 2 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加え、ガラス棒でかき混ぜ、残留物を溶かし、2 分間加温する。この液をピーカーに入れ、少量の水で洗い込み、水 10 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、アンモニア試液で pH を 3.0 ~ 3.5 に調整した後、ネスラー管に入れ、少量の水で洗い込み、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、硫酸 2 mL と塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) シュウ酸塩 本品 1.0 g に水 1.5 mL 及び希塩酸 2.5 mL を加えて溶かし、エタノール(95) 4 mL 及び塩化カルシウム試液 0.2 mL を加え 1 時間放置するとき、液は澄明である(0.1 % 以下)。

(7) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。ただし、90 °C で 1 時間加熱する。液の色は色の比較液 K より濃くない。

乾燥減量 5.0 ~ 6.0 % (1 g, 200 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.18 g を精密に量り、酢酸(100) 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.213 mg $C_6H_5K_3O_7$

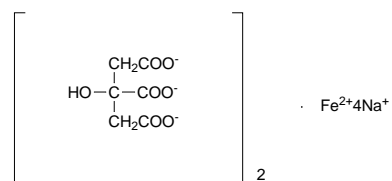
貯法 容器 気密容器。

108976

クエン酸第一鉄ナトリウム

Sodium Ferrous Citrate

クエン酸鉄ナトリウム



$C_{12}H_{10}FeNa_4O_{14}$: 526.01

本品を乾燥したものは定量するとき、鉄(Fe: 55.85) 10.0 ~ 11.0 % を含む。

性状 本品は緑白色~帯黄緑白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

本品は希塩酸、希硝酸又は希硫酸に溶ける。

本品は光によって徐々に褐色となる。

確認試験

- (1) 本品 1 g に水 100 mL を加え、加温して溶かした液 5 mL に希塩酸 1 mL 及びヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液 0.5 mL を加えるとき、青色の沈殿を生じる。
- (2) 本品につき、炎色反応試験法(1)を行うとき、黄色を呈する。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1615 cm^{-1} 、 1592 cm^{-1} 及び 1560 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、加温して溶かすとき、液は黄緑色透明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.40 g に水 100 mL を加えて溶かし、その 10.0 mL に希塩酸 1 mL 及び塩酸ヒドロキシルアンモニウム 0.1 g を加え、1 分間煮沸し、冷後水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に希塩酸 1 mL 及び塩酸ヒドロキシルアンモニウム 0.1 g を加え、1 分間煮沸し、冷後水を加えて 50 mL とする(0.36 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g を磁製皿にとり、王水 3 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、次にジエチルエーテル 20 mL で振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアンモニウム 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱した後、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、紅色を呈するまでアンモニア水(28)を加える。冷後ほとんど無色となるまで 6 mol/L 塩酸試液を滴加し、pH を 3 ~ 4 に調整した後、希酢酸 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、検液とする。比較液は磁製皿に鉛標準液 2.0 mL をとり、王水 3 mL を加えた後、検液と同様に操作する(20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (5) 第二鉄塩 本品約 2 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、薄めた塩酸(1-7) 35 mL を加えて振り混ぜ、これにヨウ化カリウム 4 g を加え密栓して暗所に 15 分間放置する。放置後水 100 mL を加え遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定するとき、第二鉄塩は 0.2 % 以下である(指示薬: デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.585 mg Fe
乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 減圧 0.7 kPa 以下, 110 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、希硫酸 25 mL 及び硝酸 2 mL を加えた後、10 分間煮沸する。冷後、水 20 mL 及びヨウ化カリウム 4 g を加え、直ちに密栓してよく振り混ぜ、暗所に 15 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 3

mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.585 mg Fe

貯法

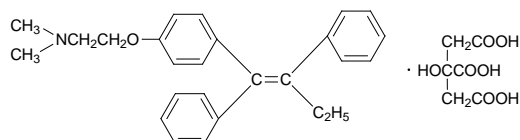
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108329

クエン酸タモキシフェン

Tamoxifen Citrate



$\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{NO} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$: 563.64

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸タモキシフェン ($\text{C}_{26}\text{H}_{29}\text{NO} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 99.0 % 以上を含む。

性状

本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール又はテトラヒドロフランに溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 142 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1-50000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 273 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1728 cm^{-1} 、 1582 cm^{-1} 、 1218 cm^{-1} 及び 701 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品及び薄層クロマトグラフ用クエン酸タモキシフェン 0.05 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/トリエチルアミン混液(9:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。
- (4) 本品 0.01 g にピリジン 4 mL 及び無水酢酸 2 mL を加えて振るとき、液の色は直ちに黄色を呈する。これを水浴上で加温するとき、液の色は 2 分以内に淡赤色から濃赤色に変わる。

純度試験 類縁物質 本品 0.025 g をアセトニトリル/水/テトラヒドロフラン混液(12:5:3) 10.0 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル/水/テトラヒドロフラン混液(12:5:3)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。別にクエン酸タモキシフェン類縁物質標準品 0.025 g をアセトニトリル/水/テトラヒドロフラン混液(12:5:3) 10.0 mL に溶かし、類縁物質

標準溶液とする。試料溶液，標準溶液及び類縁物質標準溶液各 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得た保持時間約 14 分（Z 異性体）及び約 16 分（E 異性体）のピーク以外のいずれのピーク面積も標準溶液の主ピークのピーク面積の 1/2 より大きくなく，それらの合計面積は標準溶液の主ピーク面積より大きくない。また，試料溶液の E 異性体の含量は，クエン酸タモキシフェン類縁物質標準品の E 異性体含量から計算するとき，1 % 以下である。ただし，類縁物質標準溶液及び試料溶液から得た E 異性体のピーク面積を，それぞれ A_S 及び A_T とする。

$$E \text{ 異性体含量 (\%)} = C \times \frac{M_S}{M_T} \times \frac{A_S}{A_T}$$

ただし，

C ：クエン酸タモキシフェン類縁物質標準品の E 異性体含量 (%)

M_S ：クエン酸タモキシフェン類縁物質標準品の量 (mg)

M_T ：試料の採取量 (mg)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 20 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/テトラヒドロフラン/強アンモニア水混液（300：125：75：2）

流量：標準溶液のタモキシフェンのピークの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定：類縁物質標準溶液 20 μ L から得たクロマトグラムで，Z 異性体，E 異性体の順に溶出し，Z 異性体及び E 異性体のピーク間の谷の高さをベースラインより測定するとき，フルスケールの 7 % 以下になるものを用いる。このとき，Z 異性体及び E 異性体の保持時間はそれぞれ約 14 分及び約 16 分である。

検出感度：類縁物質標準溶液 20 μ L から得た E 異性体のピーク高さが，フルスケールの 30 ~ 50 % となるように調整する。

面積測定範囲：タモキシフェンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g，105 $^{\circ}$ C，3 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し，その約 1 g を精密に量り，氷酢酸 150 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 56.36 mg $C_{28}H_{29}NO \cdot C_6H_8O_7$

貯法

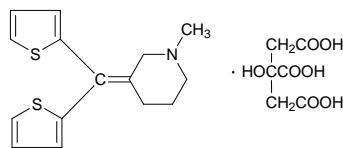
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

107293

クエン酸チペピジン

Tipepidine Citrate



$C_{18}H_{17}NS_2 \cdot C_6H_8O_7$: 467.56

本品を乾燥したものは定量するとき，クエン酸チペピジン（ $C_{18}H_{17}NS_2 \cdot C_6H_8O_7$ ）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないか又はわずかにあり，味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，無水エタノールに溶けにくく，アセトンに極めて溶けにくく，無水エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg に氷酢酸 3 mL を加えて溶かし，ニンヒドリンの硫酸溶液（1 : 1000）5 mL を加えるとき，液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水 5 mL を加え，水浴中で加熱して溶かし，冷後，試料溶液とする。試料溶液 2 mL に臭素試液 1 ~ 2 滴を加えるとき，直ちに試液の色は消える。

(3) (2) の試料溶液 2 mL にクロラミン試液 5 mL を加えるとき，黄色を呈するか又は黄色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.01 g に水 500 mL を加え，加温して溶かし，冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 245 ~ 249 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え，加温して溶かし，冷後，沈殿が生じるまで水酸化ナトリウム試液を加える。この液にクロロホルムを加えて振り混ぜた後，水層をとり，アンモニア試液を加えて中性とした液は，クエン酸塩の定性反応 (2) 及び (3) を呈する。

融点 138 ~ 142 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(3) 類縁物質 本品 0.010 g をとり，移動相を加えて溶かし，正確に 20 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，移動相を加えて正確に 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のチペピジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のチペピジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管

に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：メタノール/酢酸アンモニウム溶液（1 : 500）混液（4 : 1）

流量：チペピジンの保持時間が 5 ~ 7 分になるように調整する。

検出感度：標準溶液から得たクロマトグラムでチペピジンのピーク高さがフルスケールの約 5 % になるように調整する。

面積測定範囲：チペピジンの保持時間の約 2 倍の範囲

カラムの選定：本品 0.012 g 及び *o*-テルフェニル 4 mg を量り、移動相を加えて溶かし、50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、分離度 2.0 以上のものを用いる。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 硫酸, 24 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.9 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試薬 2 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

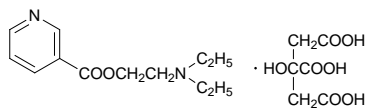
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 46.76 mg $\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{NS}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$

貯法 容器 気密容器。

004405

クエン酸ニカメタート

Nicametate Citrate



$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$: 414.41

本品を乾燥したものは、定量するとき、クエン酸ニカメタート（ $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ）97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異の芳香を有し、わずかに酸味がある。

本品は水又は氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール、アセトン、ベンゼン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 : 100）5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき淡赤色の沈殿を生じる。

（2）本品 5 mg に 2,4-ジニトロクロルベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

（3）本品 0.1 g に水を加えて溶かし 100 mL とする。この液 5 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 265 nm に吸収の極大を、波長 239 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。

（4）本品の水溶液（1 : 100）はクエン酸塩の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (263 nm): 72.4 ~ 77.6 (乾燥後, 5 mg, 水, 100 mL)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、50 mL とした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

純度試験

（1）塩化物 本品 0.5 g をとり試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.023 % 以下）。

（2）硫酸塩 本品 0.5 g をとり試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.096 % 以下）。

（3）シュウ酸塩 本品 0.5 g に水 3 mL を加えて溶かし、これにエタノール 4 mL 及び塩化カルシウム試液 0.2 mL を加えて 1 時間放置するとき、液は澄明である。

（4）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）。

（5）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う（2 ppm 以下）。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬： α -ナフトールベンゼイン試液 10 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄褐色が黄色を経て緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

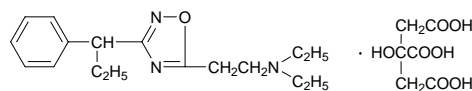
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.720 mg $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$

貯法 容器 気密容器。

004407

クエン酸プロキサゾール

Proxazole Citrate



$\text{C}_{17}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$: 479.52

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸プロキサゾール（ $\text{C}_{17}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、クロロホルムにほとんど溶けない。

融点：約 129 $^{\circ}\text{C}$ （分解）。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 : 100）2 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

（2）本品の水溶液（1 : 1000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 245 ~ 248 nm, 250 ~ 253 nm, 256 ~ 259 nm 及び 261 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

（3）本品の水溶液（1 : 100）はクエン酸塩の定性反応

(1) を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.20 g をとり、水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.053 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ベンゼン可溶物 本品を乾燥し、その約 5 g を精密に量り、ベンゼン 50 mL を加え、10 分間よく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。沈殿をベンゼン 10 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上でベンゼンを留去し、残留物を 105 °C で恒量になるまで乾燥するとき、その量は 0.2 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、非水滴用水酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: α -ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

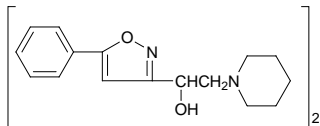
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 47.95 mg $C_{17}H_{25}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

105104

クエン酸ペリソキサル

Perisoxal Citrate



$(C_{16}H_{20}N_2O_2)_2 \cdot C_6H_8O_7 : 736.81$

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸ペリソキサル [($C_{16}H_{20}N_2O_2$)₂ · $C_6H_8O_7$] 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦しい。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、アセトニトリルに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は無水酢酸に溶ける。

融点: 138 ~ 142 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.025 g に無水酢酸 5 mL を加えて溶かし、水浴中で加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に薄めた氷酢酸 (1 : 5) 50 mL を加えて溶かし、テトラフェニルボロンナトリウム溶液 (1 : 250) 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g に水 50 mL を加えて溶かし、アンモニア試液で pH 9 ~ 10 とした後、クロロホルム 100 mL ずつで 2 回抽出する [水層は (4) の試験に用いる]。クロロ

ホルム抽出液を合わせ、水 50 mL で洗い、無水硫酸ナトリウム 1 g を加え、振り混ぜた後、ろ過する。水浴上でろ液に空気を送りながらクロロホルムを蒸発し、残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 1 時間乾燥する。残留物 0.1 g にクロロホルム 1 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液につき、赤外吸収スペクトル測定法のクロロホルム溶液法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} , 2840 cm^{-1} , 2810 cm^{-1} , 1620 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} 及び 1580 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) (3) の水層を水浴中で減圧で蒸発乾固する。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、2 等分した液は、クエン酸塩の定性反応 (2) 及び (3) を呈する。

pH 本品 0.5 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、その pH を測定するとき、5.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 50 mL を加え、加温して溶かし、室温に冷却した液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルエタン/メタノール/強アンモニア水混液 (90 : 10 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。冷後、これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 10 mL を加えて溶かし、アセトニトリル 30 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 36.840 mg ($C_{16}H_{20}N_2O_2$)₂ · $C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

109071

クエン酸マグネシウム液

Magnesium Citrate Solution

本品は定量するとき、酸化マグネシウム (MgO : 40.30)
4.0 ~ 4.8 w/v % を含む。

製法

炭酸マグネシウム	107 g
クエン酸	230 g
精製水	適量
全量	1000 mL

精製水(日局) 600 mL を 90 ℃ に加熱し、クエン酸
(日局)を加えて溶かす。この液を 80 ℃ 以上に保ちながら、
炭酸マグネシウム(日局)を徐々に加えて溶かす。冷後、精
製水(日局)を加えて、全量を 1000 mL として製する。

性状 本品は微黄色の澄明な無臭の液で、強い酸味がある。

確認試験

(1) 本品 5 mL にアンモニア試液を加えて中性とした液
に、塩化カルシウム試液 10 mL を加えて煮沸し、ガラスろ
過器(G 3)を用いてろ過する。ろ液はマグネシウム塩の定
性反応を呈する。

(2) 本品はクエン酸塩の定性反応を呈する。

pH 3.1 ~ 4.1

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 mL をとり、試験を行う。比較液
には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 mL をとり、試験を行う。比較液
には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 mL をとり、第 1 法により操作し、
試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10
ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 1.0 mL に希硝酸 7.5 mL を加えて 1 分間
煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、過硫酸アンモニウ
ム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加
えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液よ
り濃くない。

比較液：鉄標準液 1.0 mL に希硝酸 7.5 mL 及び水を加
えて 50 mL とし、同様に操作する。

(5) ヒ素 本品 2.0 mL をとり、第 1 法により検液を調
製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(1 ppm 以
下)。

定量法 本品 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50
mL とする。この液 5 mL を正確に量り、あらかじめ 70
~ 80 ℃ に加温した水 150 mL に加え、塩化アンモニウム
試液 1 mL 及び強アンモニア水 3 mL を加え、よくかき混
ぜながら、8 キノリノールのエタノール溶液(1 : 20) 10
mL を加える。30 分間放置した後、ガラスろ過器(G 4)
を用いてろ過し、残留物は温湯 20 mL ずつで 5 回洗う。

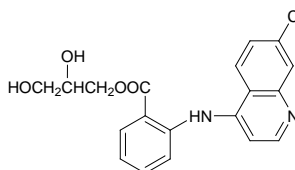
ガラスろ過器及び残留物を 105 ℃ で 2 時間乾燥し、冷
後、その質量を精密に量り、沈殿物の質量(W)を求める。
酸化マグネシウム(MgO)の量(mg) = W(mg) × 0.1156

貯法 容器 気密容器。

102512

グラフェニン

Glaphenine

C₁₉H₁₇ClN₂O₄ : 372.80

本品を乾燥したものは定量するとき、グラフェニン
(C₁₉H₁₇ClN₂O₄) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、エタノール又はジオキサンに
溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水又はエー
テルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に塩酸 1 mL を加えて溶かすとき、液
は黄色を呈する。更にドラージェンドルフ試液 2 mL を加え
るとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品のエタノール溶液(1 : 500) 1 mL に塩酸ヒド
ロキシルアミン溶液(1 : 7) 0.5 mL 及び水酸化ナトリウ
ム溶液(1 : 10) 0.5 mL を加えてよく振り混ぜ、60 ± 5
℃ の水浴中で 10 分間加温する。冷後、薄めた塩酸(1
: 4) 0.5 mL 及び塩化第二鉄 0.2 g を 0.01 mol/L 塩酸 20
mL に溶かした液 2 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置す
るとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を
呈する。

融点 170 ~ 174 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にジオキサン 20 mL を加えて溶
かすとき、液は澄明である。

(2) 塩化物 本品 5 g に水 100 mL を加え、5 分間煮
沸し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 10
mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸
0.70 mL を加える(0.050 % 以下)。

(3) 硫酸塩(2)のろ液 10 mL を検液とし、試験を行う。
比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 %
以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、
試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20
ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.20 g をとり、第 3 法により検液を調
製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(10 ppm 以
下)。

(6) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて
行う。本品 0.020 g をとり、エタノールを加えて溶かし、
正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液につき薄層ク
ロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層
クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製し

た薄層板にスポットする。次に、ヘキサン/アセトン/メタノール混液(6:3:1)を展開溶媒とし、約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 ℃, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.280 mg $C_{15}H_{17}ClN_2O_4$

貯法

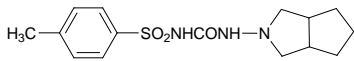
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108875

グリクラジド

Gliclazide



$C_{15}H_{21}N_3O_3S$: 323.41

本品を乾燥したものは定量するとき、グリクラジド($C_{15}H_{21}N_3O_3S$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルホルムアミド又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、無水酢酸又は氷酢酸にやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をクロロホルム 2 mL に溶かし、ろ紙上にスポットし、ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム 0.1 g を加え、徐々に加熱して融解する。冷後、水 1 mL を加えてかき混ぜ、これに塩酸 1 mL を加え、直ちに水酸化ニッケル紙でおおい、水浴上で加温するとき、発生するガスは水酸化ニッケル紙を黒変する。

(3) 本品のメタノール溶液(1 : 125000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} 、1710 cm^{-1} 、1597 cm^{-1} 、1163 cm^{-1} 及び 815 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 165 ~ 169 ℃

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.15 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸 *n*-ブチル/クロロホルム/ギ酸混液(3:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 ℃, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液(7:3) 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

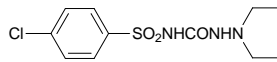
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.341 mg $C_{15}H_{21}N_3O_3S$

貯法 容器 密閉容器。

102548

グリクロピラミド

Glycopyramide



$C_{11}H_{14}ClN_3O_3S$: 303.77

本品を乾燥したものは定量するとき、グリクロピラミド($C_{11}H_{14}ClN_3O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、アセトン又はクロロホルムに溶けにくく、水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をとり、加熱して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品のエタノール溶液(1 : 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 231 ~ 233 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3215 cm^{-1} 、1718 cm^{-1} 、1356 cm^{-1} 及び 1090 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

融点 195 ~ 200 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、70 ℃ で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間冷却し、ろ過する。ろ液 25

mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 塩化物 本品 1.0 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 1.0 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.024 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.50 g をジメチルホルムアミド 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (35 : 15 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、水 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定する (指示薬: チモールフタレイン試薬 0.5 mL)。別にジメチルホルムアミド 50 mL に水 23 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 30.377 \text{ mg C}_{11}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}$$

貯法

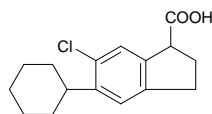
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

108684

クリダナク

Clidanac


 $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClO}_2 : 278.77$

本品を乾燥したものは定量するとき、クリダナク ($\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はエタノール、アセトン、酢酸エチル、ジオキサン、エーテル、クロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、ヘキサン又は石油エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、硫酸銅・トリエタノールアミン試液 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は青緑色を呈する。

(2) 本品のクロロホルム溶液 (3 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 278 nm 及び 283 ~ 286 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の四塩化炭素溶液 (1 : 10) につき、テトラメチルシランを内部標準として、 ^1H 核磁気共鳴スペクトルを測定するとき、1.0 ~ 2.1 に幅広い多重線のシグナル A を、2.4 付近に多重線シグナル B を、2.9 付近に幅広い多重線のシグナル C を、3.9 付近に三重線のシグナル D を、7.1 付近に鋭い単一線のシグナル E を、7.4 付近に鋭い単一線のシグナル F を、12 付近に単一線のシグナル G を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D : E : F : G はほぼ 10 : 2 : 3 : 1 : 1 : 1 : 1 である。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 151 ~ 154 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

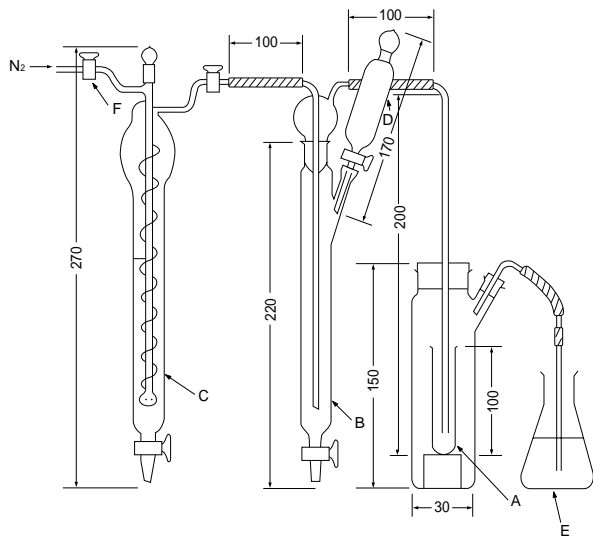
(2) 塩化物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 15 mL を加えてろ過する。ろ液 30 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.015 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質

(i) 装置 図に示すものを用いる。



A: 試料管 D: 分液漏斗
B: 反応管 E: 三角フラスコ
C: 吹き込み管 F: コック

(ii) 操作法 本品 0.10 g をとり、エーテル/メタノール混液 (9 : 1) 20 mL を加えて溶かし、その 1.0 mL を試料管 A に入れる。A を、あらかじめ吹き込み管 C にエーテル 15 mL, 反応管 B にカルピトール 2.0 mL 及び水酸化カリウム溶液 (3 : 5) 1.0 mL, 三角フラスコ E に酢酸 50 mL をそれぞれ入れた装置に連結する。次にコック F を開いて、窒素の流速を毎分約 20 mL に調整した後、分液漏斗 D に入れた *N* メチル *N* ニトロソ *p* トルエンスルホンアミドのエーテル溶液 (1 : 2) の 5 滴を徐々に滴加し、5 分間反応させる。A を装置から外し、窒素を通じながら蒸発乾固する。残留物に内部標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L をガスクロマトグラフ用マイクロシリンジを用いて量り、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行う。得たクロマトグラフから、保持時間約 17 分の 5 シクロヘキシル 1 インダンカルボン酸メチル、保持時間約 19 分のフタル酸ジ *n* ブチル (内部標準物質), 保持時間約 27 分の 4 クロロ 5 シクロヘキシル 1 インダンカルボン酸メチル、保持時間約 32.5 分の 6 クロロ 5 シクロヘキシル 1 インダンカルボン酸エチル及び保持時間約 38 分の 6 クロロ 5 シクロヘキシル - 1 インダノンのピーク面積を測定する。各々の類縁物質のピーク面積の合計を A_s 、内部標準物質のピーク面積を A_i とするとき、 A は A_s より小さい。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 5 m のガラスカラムに充てん剤として酸処理及びシラン処理した 177 ~ 255 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土にトリフロロプロピルメチルシリコンオイル (トリフロロプロピルメチル含量 50 %, メチルシリコン含量 50 %) を 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 210 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 毎分約 60 mL の一定量になるように調整する。

乾燥減量: 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 70 mL を加えて溶かし、水 30 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 10 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 27.877 \text{ mg C}_{16}\text{H}_{19}\text{ClO}_2$$

貯法

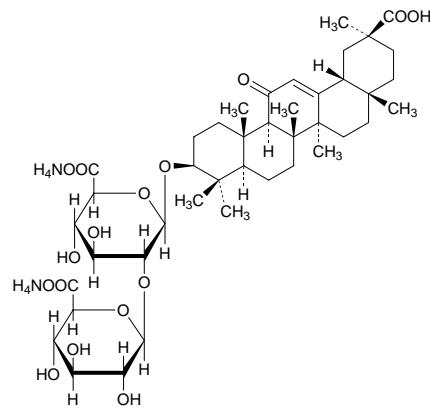
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109208

グリチルリチン酸二アンモニウム

Diammonium Glycyrrhizinate



$\text{C}_{42}\text{H}_{68}\text{N}_2\text{O}_{16}$: 857.00

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グリチルリチン酸二アンモニウム ($\text{C}_{42}\text{H}_{68}\text{N}_2\text{O}_{16}$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、特異な甘味がある。

本品は水又は希エタノールに溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、クロロホルム又はエーテルにはほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、10 分間煮沸し、冷後、沈殿をろ取りし、水で洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥する。乾燥物のエタノール溶液 (1 : 1000) 1 mL に 2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱するとき、赤紫色~紫色の浮遊物を生じる。

(2) (1) のろ液 1 mL にナフトレゾルシン 10 mg 及び塩酸 5 滴を加え、1 分間煮沸した後、5 分間放置し、直ちに冷却する。この液にベンゼン 3 mL を加えて振り混ぜるとき、ベンゼン層は赤紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 100) はアンモニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて加温して溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水 10 mL を加えて、10 分間煮沸した後ろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせる。ろ液がもし着色しているときは、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、析出物をろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせて水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加え、10 分間煮沸した後ろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、アンモニア試液で中和する。ろ液がもし着色しているときは過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、必要ならばろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.029 % 以下)。

(4) 重金属 強熱残分で得た残留物に希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加え、必要ならばろ過し 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

水分 8.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (2.0 g, 脱水物換算)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし試料溶液とする。別にニコチン酸アミド標準品をデジケター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥した後、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし対照標準溶液とする。試料溶液につき、波長 257 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_T 、対照標準溶液につき、波長 261 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_S をそれぞれ測定する。

グリチルリチン酸二アンモニウム ($C_{42}H_{88}N_2O_{16}$) の量 (%)

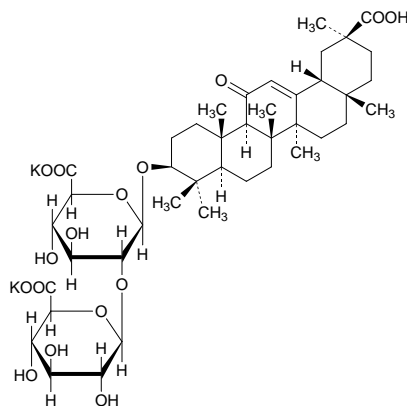
$$= \frac{\text{ニコチン酸アミド標準品の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)} - \text{水分 (mg)}} \times \frac{2 A_T}{A_S \times 1.105} \times 100$$

貯法 容器 気密容器。

004424

グリチルリチン酸二カリウム

Dipotassium Glycyrrhizinate


 $C_{42}H_{60}K_2O_{16}$: 899.11

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、グリチルリチン酸二カリウム ($C_{42}H_{60}K_2O_{16}$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはなく、特異な甘味がある。

本品は水又は希エタノールに溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、クロロホルム又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、10 分間煮沸し、冷後、沈殿をろ取し、水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥する。乾燥物のエタノール溶液 (1 : 1000) 1 mL に 2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱するとき、赤紫色～紫色の浮遊物を生じる。

(2) (1) のろ液 1 mL にナフトレゾルシン 10 mg 及び塩酸 5 滴を加え、1 分間煮沸した後、5 分間放置し、直ちに冷却する。この液にベンゼン 3 mL を加えて振り混ぜるとき、ベンゼン層は赤紫色を呈する。

(3) 本品を灰化して得た残留物は、カリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水 10 mL を加えて、10 分間煮沸した後、ろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせる。ろ液がもし着色しているときは、過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、析出物をろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水 10 mL を加え 10 分間煮沸した後、ろ過し、残留物は少量の水で 2

回洗い、洗液はろ液に合わせ、アンモニア試液で中和する。ろ液がもし着色しているときは過酸化水素 1 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、必要ならばろ過し、残留物は少量の水で 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.029 % 以下)。

(4) 重金属 強熱残分で得た残留物に希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加え、必要ならばろ過し、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。水分 8.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 18.0 ~ 21.0 % (2.0 g, 脱水物換算)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にニコチン酸アミド標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥した後、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、対照標準溶液とする。試料溶液につき、波長 257 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_T , 対照標準溶液につき、波長 261 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_S をそれぞれ測定する。

グリチルリチン酸二カリウム ($C_{42}H_{60}K_2O_{16}$) の量 (%)

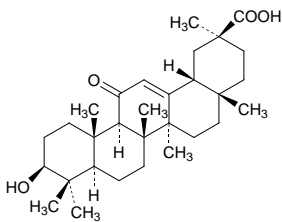
$$= \frac{\text{ニコチン酸アミド標準品の量 (mg)}}{\text{試料の採取量 (mg)} - \text{水分 (mg)}} \times \frac{2 A_T}{A_S \times 1.053} \times 100$$

貯法 容器 気密容器。

004410

グリチルレチン酸

Glycyrrhetic Acid



$C_{30}H_{46}O_8$: 470.68

本品を乾燥したものは定量するとき、グリチルレチン酸 ($C_{30}H_{46}O_8$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンに溶けやすく、エタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、石油エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 : 288 ~ 297 °C

確認試験

(1) 本品 0.01 g に無水酢酸 1 mL を加え、硫酸 3 滴を

加えるとき液は、赤紫色 ~ 暗紫色を呈する。

(2) 本品 1.5 mg にエタノール 1 mL を加えて溶かし、これに 2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 0.5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加え、30 分間水浴上で加熱してエタノールを留去するとき、紫色の浮遊物を生じる。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にエタノール 30 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 3 mL 及び硝酸銀試液 3 mL を加え、10 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液 : エタノール 30 mL に 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及び硝酸銀試液 3 mL を加える (0.053 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.10 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、水 4 mL, 希塩酸 1 mL 及び塩化バリウム試液 3 滴を加え、10 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液 : エタノール 30 mL に水 4 mL, 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL 及び塩化バリウム試液 3 滴を加える (0.144 % 以下)。

(4) 重金属 強熱残分で得た残留物に希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(6) グリチルリチン酸 本品 0.20 g に水 5 mL, 塩酸 3 mL 及び流動パラフィン 0.5 mL を加え、155 °C 付近の油浴中で蒸留し、初留液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 3 滴を加えるとき、だいたい赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2.0 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、エタノール 30 mL を加えて溶かし、水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬 : フェノールフタレイン試液 3 滴)。別に同様の方法で空試験を行い、補正する。

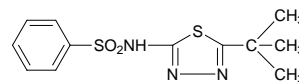
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 47.07 mg $C_{30}H_{46}O_8$

貯法 容器 気密容器。

004412

グリブゾール

Glybuzole



$C_{12}H_{15}N_3O_2S_2$: 297.40

本品を乾燥したものは定量するとき、グリブゾール ($C_{12}H_{15}N_3O_2S_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール、クロロホルム又は *n*-ブチルアミンに

溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm に吸収の極大を、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.01 g をとり、薄めた強過酸化水素水 (1 : 40) 10 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作するとき、吸収液は硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

融点 161 ~ 164 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に希水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、主スポット以外に他のスポットを認めないか、又は認めても標準溶液から得られたスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

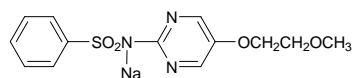
= 29.740 mg C₁₂H₁₃N₃O₂S₂

貯法 容器 密閉容器。

004414

グリミジンナトリウム

Glymidine Sodium



C₁₃H₁₄N₃NaO₂S : 331.32

本品を乾燥したものは定量するとき、グリミジンナトリウム (C₁₃H₁₄N₃NaO₂S) 98.0 % 以上を含む。

性状

本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、おおいではない。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし、*n* ブチルアミン 1 mL 及び硫酸銅試液 2 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かし、希硫酸 1 mL を加え、生じた沈殿をろ取り、水 5 mL ずつで 4 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 153 ~ 157 °C である。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1538 cm⁻¹, 1345 cm⁻¹, 1262 cm⁻¹, 1142 cm⁻¹ 及び 1095 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 100) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 8.5 ~ 9.5 である。

融点 225 ~ 229 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし、硝酸 1 mL を加えてろ過し、水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g を水 30 mL に溶かし、希塩酸 2 mL を加えてろ過し、水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、強熱残分試験法を準用して強熱し、以下第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.25 g を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤

入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/氷酢酸混液(9:1)を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 19.0 ~ 24.0 % (1 g)。

定量法

本品を乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水25 mLに溶かし、0.05 mol/L 臭素液25 mLを正確に加える。更に希硫酸15 mLを加えて直ちに密栓し、振り混ぜた後、5分間放置する。次にヨウ化カリウム試液6 mLを注意して加え、直ちに密栓してよく振り混ぜた後、5分間放置し、遊離したヨウ素を0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬:デンプン試液1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

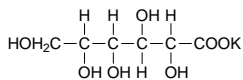
0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 16.566 mg $C_{13}H_{14}N_2NaO_8S$

貯法 容器 気密容器。

105501

グルコン酸カリウム

Potassium Gluconate



$C_6H_{11}KO_7$: 234.25

本品を乾燥したものは定量するとき、グルコン酸カリウム($C_6H_{11}KO_7$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色~黄白色の結晶性の粉末又は粒で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、無水エタノール、エーテル及びクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 25)のpHは6.9 ~ 7.8である。

融点: 約178 °C(分解)

確認試験

(1) 本品0.5 gをとり、水5 mLを加え、加温して溶かし、氷酢酸0.65 mL及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン1 mLを加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラス棒で内壁をこする。析出した結晶をろ取り、熱湯10 mLを加えて溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、ガラス棒で容器の内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取り、乾燥するとき、その融点は約195 °C(分解)である。

(2) 本品の水溶液(1 20)はカリウム塩の定性反応を呈する。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} 、 1600 cm^{-1} 、 1440 cm^{-1} 、 1380 cm^{-1} 、 1120 cm^{-1} 及び 1040 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品1.0 gに水50 mLを加え、加温して溶かすとき、液は澄明である。

(2) 酸及びアルカリ 本品1.0 gにあらかじめ煮沸し冷

却した水25 mLを加えて溶かし、フェノールフタレイン試液2滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液又は、0.1 mol/L 塩酸で中和するとき、その消費量は0.5 mL以下である。

(3) 塩化物 本品0.40 gをとり、試験を行う。比較液には0.01 mol/L 塩酸0.80 mLを加える(0.071 %以下)。

(4) 硫酸塩 本品1.0 gをとり、試験を行う。比較液には0.005 mol/L 硫酸1.0 mLを加える(0.048 %以下)。

(5) 重金属 本品1.0 gをとり、第1法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20 ppm以下)。

(6) ヒ素 本品0.25 gに水5 mLを加え、加温して溶かし、希硫酸5 mL及び臭素試液1 mLを加え、水浴上で加熱濃縮して5 mLとする。これを検液とし、装置Aを用いる方法により試験を行う(8 ppm以下)。

(7) ショ糖及び還元糖 本品0.50 gに温湯10 mL及び希塩酸2 mLを加えて2分間煮沸し、冷後、炭酸ナトリウム試液5 mLを加え、5分間放置し、水を加えて20 mLとし、ろ過する。ろ液5 mLにフェーリング試液2 mLを加えて1分間煮沸するとき、直ちにだいたい黄色~赤色の沈殿を生じない。

乾燥減量 3 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.25 gを精密に量り、氷酢酸100 mLを加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: α -ナフトールベンゼイン試液10滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄褐色を経て黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.425 mg $C_6H_{11}KO_7$

貯法 容器 気密容器。

102325

グルコン酸第二鉄

Ferric Gluconate

本品は水酸化第二鉄とグルコン酸の化合物である。

本品を乾燥したものは定量するとき、鉄(Fe: 55.85) 18.1 ~ 20.1 % を含む。

性状 本品は黄褐色の粉末で、においはなく、特異な味がある。

本品は水にやや溶けやすく、メタノール、エタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品0.5 gをとり、水5 mLを加え、加熱して溶かし、氷酢酸0.65 mL及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン1 mLを加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取り、熱湯10 mLを加えて溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、ガラス棒で容器の内壁をこすり、析出する結晶をろ取る。更に同様に操作して2回再結晶し、乾燥するとき、その融点は199 ~ 203 °C(分解)である。

(2) 本品の水溶液(1 200)5 mLに希硫酸2 mLを加えて溶かした液は第二鉄塩の定性反応(1)を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、50 mL とした液の pH は 6.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は褐色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.07 g に水 30 mL を加えて溶かし、硝酸 3 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える (0.507 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をるつばにとり、強熱して灰化した後、残留物に王水 3 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、分離漏斗に移す。るつばを 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、エーテル 40 mL ずつで 2 回、次にエーテル 20 mL で振り混ぜた後、静置し、分液したエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、強アンモニア水を滴加して液の pH を 3.0 ~ 3.5 に調整した後、水を加えて 50 mL とし、検液とする。

比較液には王水 3 mL を水浴上で蒸発乾固し、検液と同様に操作した後、鉛標準液 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (25 ppm 以下)。

(4) 第一鉄塩 本品 1.0 g をとり、希硫酸 4 mL 及び水 10 mL を加えて溶かし、リン酸 0.5 mL を加える。この液に 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム試液 0.35 mL を加えて、直ちにフェリシアン化カリウム試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は変化しない。

(5) カルシウム 本品 1.0 g に水及び塩酸 2 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に無水塩化カルシウム 0.277 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水及び塩酸 2 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 48 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、希塩酸 20 mL を加えて溶かし、密栓して 30 分間放置する。次に水 50 mL 及びヨウ化カリウム 2 g を加えて溶かし、再び密栓して暗所に 30 分間放置した後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬：デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.585 mg Fe

貯法

保存条件 遮光して保存する。

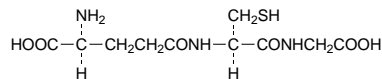
容器 気密容器。

004417

グルタチオン

Glutathione

グルタチオン (還元型), 還元型グルタチオン



C₁₀H₁₇N₃O₆S : 307.32

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、グルタチオン (C₁₀H₁₇N₃O₆S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、酸味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 185 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にアンモニア試液 1 滴及びニンヒドリン溶液 (1 : 1000) 1 mL を加え、水浴中で 1 ~ 2 分間加熱するとき、液は赤色 ~ 赤だいたい色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び酢酸鉛試液 0.3 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、黒色の沈殿を生じる。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3340 cm⁻¹, 3240 cm⁻¹, 2520 cm⁻¹, 1712 cm⁻¹, 1662 cm⁻¹ 及び 1532 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : -15.5 ~ -17.5 ° (乾燥物に換算したものの 2 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のグルタチオン以外のピークの合計面積は、標準溶液のグルタチオンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 6.8 g 及び 1 ヘプタンス

ルホン酸ナトリウム 2.2 g を水 1000 mL に溶かす。
この液にリン酸を加えて pH を 3.0 に調整した後、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 970 mL をとり、メタノール 30 mL を加える。
流量：グルタチオンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：グルタチオン 0.05 g、D フェニルグリシン 0.01 g 及びアスコルビン酸 0.05 g をとり、水に溶かし、100 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アスコルビン酸、グルタチオン、D フェニルグリシンの順に溶出し、アスコルビン酸とグルタチオンの分離度及びグルタチオンと D フェニルグリシンの分離度がそれぞれ 5 以上のものを用いる。
検出感度：標準溶液 10 μL から得たグルタチオンのピーク高さがフルスケールの 10 ~ 30 % になるように調整する。

面積測定範囲：グルタチオンの保持時間の約 4 倍の範囲
乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、メタリン酸溶液 (1 50) 50 mL に溶かし、0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬：デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

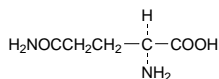
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 30.732 mg $\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_5\text{S}$

貯法 容器 気密容器。

003612

L グルタミン

L Glutamine



$\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$: 146.14

本品を乾燥したものは定量するとき、L グルタミン ($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、わずかに特異な味がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 50) の pH は約 5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。
(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3410 cm^{-1} , 1686 cm^{-1} , 1636 cm^{-1} 及び 1489 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +6.3 ~ +7.3 $^{\circ}$ 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、水 45 mL を加え、40 $^{\circ}\text{C}$ に加温して溶かし、速やかに冷却した後、水を加えて正確に 50 mL とし、60 分以内に層長 100 mm で測定する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 25 mL を加えて溶かすとき、

液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のアミノ酸 本品 0.30 g をとり、水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/水/氷酢酸混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}\text{C}$ で 5 分間乾燥するとき、試料溶液から得られた紫色のスポットは、主スポット以外に他のスポットを認めないか、又は認めても 2 つ以下で、それらは標準溶液から得たスポットより濃くない。
乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

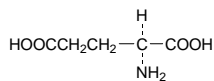
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.614 mg $\text{C}_5\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_3$

貯法 容器 気密容器。

003613

L グルタミン酸

L Glutamic Acid



$\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$: 147.13

本品を乾燥したものは定量するとき、L グルタミン酸 ($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、わずかに特異な味と酸味がある。

本品はギ酸に溶けやすく、水に溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は約 3 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1641 cm^{-1} , 1312 cm^{-1} ,

1055 cm⁻¹ 及び 947 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。もし、吸収の位置が異なる場合には、本品を最小量の水に溶かした後、60 ℃ で濃縮乾固したものにつき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +31.5 ~ +32.5° (乾燥後, 2.5 g, 2 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 2 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g に希塩酸 5 mL 及び水 30 mL を加えて溶かし、水を加えて 45 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.30 g をとり、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 ℃ で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 ℃ で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 100 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: プロムチモールブルー試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 14.713 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_9\text{NO}_4$$

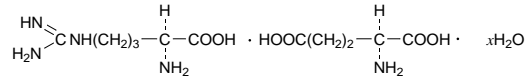
貯法 容器 気密容器。

103748

L グルタミン酸 L アルギニン

L Arginine L Glutamate

アルギニングルタメート L アルギニン L グルタミン酸塩



$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、L グルタミン酸 L アルギニン ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}_2 \cdot \text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$; 321.33) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、特異な味がある。

本品は水又は酢酸に溶けやすく、氷酢酸に極めて溶けにくく、メタノール、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び α ナフトールのエタノール溶液 (1 : 1000) 1 ~ 2 滴を加え、5 分間放置した後、次亜塩素酸ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は帯黄赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) 10 mL に 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、3 分間加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +28.0 ~ +30.0° (脱水物に換算したもので 2 g, 6 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える (0.041 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.8 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.030 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g をとり、水に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に L グルタミン酸 0.010 g をとり、水に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法

により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/水/氷酢酸混液 (2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た 2 個の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 15 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

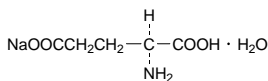
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 10.711 \text{ mg } \text{C}_5\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_5\text{H}_8\text{NO}_4$$

貯法 容器 気密容器。

104330

L グルタミン酸ナトリウム

Monosodium L Glutamate Monohydrate



$\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 187.13

本品を乾燥したものは定量するとき、L グルタミン酸ナトリウム ($\text{C}_5\text{H}_8\text{NNaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 99.0 % 以上を含む。

性状

本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、特異な味がある。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、氷酢酸、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1:1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1685 cm^{-1} , 1604 cm^{-1} , 1397 cm^{-1} 及び 1093 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1:10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +24.8 ~ +25.3° (乾燥後, 2.5 g, 2 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.7 ~ 7.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える (0.041 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/水/氷酢酸混液 (2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 98 °C, 5 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 9.356 \text{ mg } \text{C}_5\text{H}_8\text{NNaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$$

貯法 容器 気密容器。

109159

グルタラーレ

Glutaryl Concentrate

本品はグルタルアルデヒドの水溶液である。

本品は定量するとき、グルタルアルデヒド ($\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$: 100.12) 50.0 ~ 52.0 % を含む。

性状 本品は無色 ~ 淡黄色澄明の液で、そのガスは粘膜を刺激する。

本品は水、エタノール又はアセトンと混和する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1:10) 10 mL に硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えて加熱するとき、管壁に銀鏡を生じる。

(2) 本品 0.4 mL に 2,4 ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 30 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ紙上の残留物はエタノール 20 mL で洗う。残留物に加熱した 1,2 ジクロルエタン 20 mL を加えて溶かし、温時ろ過する。

ろ液を氷水中で冷却し、析出した結晶をろ取り、アセトン 30 mL を加え、加熱して溶かした後、温時ろ過する。ろ液を氷水中で冷却し、析出した黄色の結晶をろ取り、減圧で乾燥するとき、その融点は 185 ~ 193 °C である。

pH 本品 1.0 mL に水 24 mL を加えた液の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

比重 d_{20}^{20} : 1.128 ~ 1.135

純度試験

(1) 溶状 本品 5 mL に水 95 mL を加えて混和した液

は無色澄明である。

(2) 酸 本品 6 g をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で 15 秒間以上持続する淡赤色を呈するまで滴定するとき、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液の消費量は 4.0 mL 以下である。

(3) 重金属 本品 2.0 mL をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

定量法 はかり瓶に水 5 mL を入れて質量を精密に量り、これに本品約 1.2 g を加え、再び精密に量る。これを、中和塩酸ヒドロキシルアミン試液 65 mL 及びトリエタノールアミン試液 50 mL をそれぞれ正確に量り、フラスコに入れ、窒素を通じて空気を置換したものに加える。密栓して時々振り混ぜながら 60 分間放置した後、0.25 mol/L 硫酸で青緑色になるまで滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.25 mol/L 硫酸 1 mL = 25.029 mg $C_{13}H_{15}NO_2$

貯法

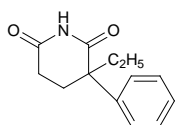
保存条件 40 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

102532

グルテチミド

Glutethimide



$C_{13}H_{15}NO_2$: 217.26

本品を乾燥したものは定量するとき、グルテチミド ($C_{13}H_{15}NO_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、エタノール、酢酸エチル、エーテル又はクロロホルムに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン試液 1 mL を加え、10 分間放置した後、塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は濃赤褐色を呈する。

(2) 本品 1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて溶かし、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、1 mol/L 塩酸試液を加えて酸性にすると、沈殿を生ずる。この沈殿をろ取し、水で洗い、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 155 ~ 160 °C である。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 4000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm, 256 ~ 260 nm 及び 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

融点 85 ~ 88 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g にメタノール 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にメタノール 40 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には、鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/メタノール混液 (18 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを塩素を満した槽中に 1 分間放置し、温風で乾燥した後、噴霧用ヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 五酸化リン, 45 °C, 6 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 10 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で 1 時間加熱し、冷後、0.2 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 5 滴)。同様の方法で空試験を行う。

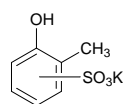
0.2 mol/L 塩酸 1 mL = 43.45 mg $C_{13}H_{15}NO_2$

貯法 容器 密閉容器。

108632

クレゾールスルホン酸カリウム

Potassium Cresolsulphonate



$C_7H_7KO_3S$: 226.29

本品を乾燥したものは定量するとき、クレゾールスルホン酸カリウム ($C_7H_7KO_3S$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 10 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

- (2) 本品の水溶液(1 10) 10 mL に過マンガン酸カリウム 0.1 g を加え、気泡が発生するまで加熱した後、ろ過する。ろ液は硫酸塩の定性反応を呈する。
- (3) 本品の水溶液(1 10) はカリウム塩の定性反応を呈する。
- (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1230 cm^{-1} 、 1155 cm^{-1} 、 1025 cm^{-1} 及び 830 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 2.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える(0.034 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりクレゾール 4 β ジスルホン酸カリウムの量を求めるとき、5 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相： 0.005 mol/L 臭化テトラ *n* ブチルアンモニウム水溶液/アセトニトリル混液(13:7)

流量：クレゾール 4 スルホン酸カリウムの保持時間が約 3 分になるように調整する。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 10 μL から得たクレゾール 4 スルホン酸カリウムのピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、クレゾール 4 スルホン酸カリウム、クレゾール 6 スルホン酸カリウム、クレゾール 4 β ジスルホン酸カリウムの順に溶出し、クレゾール 6 スルホン酸カリウムとクレゾール 4 β ジスルホン酸カリウムの分離度が 1.8 以上のものを用いる。

面積測定範囲：クレゾール 4 スルホン酸カリウムの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 4.0 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 2.0 mL を加えて溶かし、無水酢酸 50 mL を加え、 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

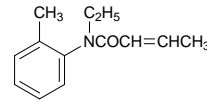
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.629 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{NO}$

貯法 容器 気密容器。

101600

クロタミトン

Crotamiton



$\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{NO}$: 203.28

本品は定量するとき、クロタミトン($\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{NO}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色~淡黄色澄明の液で、低温において一部又は全部が固化することがあり、わずかに特異なおいがある。本品はメタノール、エタノール、アセトン、エーテル、クロロホルム、シクロヘキサン又は石油エーテルと混和する。本品は水に溶けにくい。

屈折率 n_D^{20} : 1.540 ~ 1.543

確認試験

- (1) 本品 0.5 g をとり、フラスコに入れ、水 10 mL 及び硫酸 10 mL を加え、これに還流冷却器を付け、2 時間煮沸する。冷後、水 20 mL を加えてろ過する。ろ液 0.5 mL をとり、スルファニル酸 0.05 g を 2 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かして亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えた液に加え、更に薄めたアンモニア試液(1 3) 5 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。
- (2) 本品のシクロヘキサン溶液(1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1665 cm^{-1} 、 1630 cm^{-1} 、 1245 cm^{-1} 、 965 cm^{-1} 及び 765 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 2.0 g に石油エーテル 20 mL を加えて混和するとき、液は無色~微黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (3) 塩素化合物 本品約 10 g を精密に量り、フラスコに入れ、エタノール 50 mL 及び水酸化ナトリウム溶液(3 10) 5 mL を加え、これに還流冷却器を付け、1 時間煮沸する。冷後、少量の水を用いてピーカーに移し、硝酸 15 mL を加え、次に 0.1 mol/L 塩酸 1 mL を正確に加え、 0.01 mol/L 硝酸銀液で電位差滴定を行う。同様の方法で空試験を行う。ただし、煮沸はしない。次式より、塩素の量(%) を求めるとき、0.01 % 以下である。

$$\text{塩素 (Cl) の量 (\%)} = \frac{(a - b)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 0.03545$$

a: 試料を用いたときの 0.01 mol/L 硝酸銀液の消費量 (mL)

b: 空試験における 0.01 mol/L 硝酸銀液の消費量 (mL)

- (4) 遊離アミン 本品 5.0 g をとり、分液漏斗に入れ、エーテル 70 mL を加えて、混和した後、希塩酸 10 mL ず

つで 2 回抽出する。抽出液を合わせ、エーテル 50 mL ずつで 2 回洗った後、質量既知のビーカーに入れ、水浴上で蒸発乾固し、105 °C で 1 時間乾燥し、冷後、質量を量るとき、残留物の量は 2.5 mg 以下である。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて混和し、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつをガスクロマトグラフ用マイクロシリンジを用いて量り、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液のガスクロマトグラムより得られた保持時間 10 分付近に近接して現れる 2 個のピーク面積 A_1 及び A_2 を自動積分法によって求めるとき、 $\frac{A_1}{(A_1 + A_2)} \times 100$ は 15 以下である。ただし、近接する 2 個のピークのうち保持時間の小さい方 (シス体) の面積を A_1 、保持時間の大きい方 (トランス体) の面積を A_2 とする。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管に、ポリエチレングリコール 20 M を 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用クロモソルブ W (AW, DMCS) に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：210 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：トランス体の保持時間が約 11 分になるように調整する。

感度：標準溶液から得たクロマトグラムで、トランス体のピーク高さが記録紙のフルスケールの約 5 % になるように調整する。

定量法 本品約 0.04 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

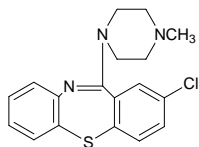
0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 2.0328 mg $C_{18}H_{17}NO$

貯法 容器 気密容器。

004418

クロチアピン

Clotiapine



$C_{18}H_{18}ClN_3S$: 343.87

本品を乾燥したものは定量するとき、クロチアピン ($C_{18}H_{18}ClN_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は帯黄白色～淡黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品は氷酢酸、アセトン、エーテル、クロロホルム又はシクロヘキサンに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希硫酸 5 mL を加えて溶かし、ドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい赤色の沈殿を生じる。

(2) 金属ナトリウム 0.030 g をとり、加熱して融解し、これに本品 0.015 g を加え 1 分間加熱する。冷後、無水エタノール 2 ~ 3 滴を加え、水 4 mL を加えて混和し、ろ過する。ろ液 1 mL に酢酸鉛試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(3) (2) のろ液 2 mL に希硝酸を加えて酸性とし、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 212 ~ 216 nm 及び 259 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。また、本品 0.01 g に 1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、100 mL とする。この液 10 mL に 1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 219 ~ 221 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2790 cm^{-1} , 1592 cm^{-1} , 1568 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 1285 cm^{-1} , 1230 cm^{-1} 及び 760 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 117 ~ 121 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に希酢酸 10 mL を加えて溶かすとき、液は微黄緑色を呈し、澄明又はほとんど澄明である。

(2) 液性 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過した液は中性である。

(3) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.8 mL にアセトン 20 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL にアセトン 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をケルダールフラスコにとり、硫酸 5 mL を加え、硝酸 2 mL を徐々に加えた後、静かに加熱する。更に時々硝酸 1 ~ 2 mL ずつを追加して液が無色～淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL を加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ~ 3 mL とする。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて 500 mL とし、標

準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/シクロヘキサン/ジエチルアミン混液（5：4：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 10 分間風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 $^{\circ}$ C, 3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴）。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

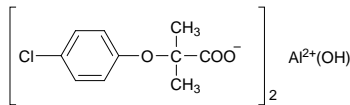
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.194 mg $C_{18}H_{18}ClN_3S$

貯法 容器 気密容器。

100442

クロフィブラートアルミニウム

Aluminium Clofibrate



$C_{20}H_{21}AlCl_2O_7$: 471.26

本品を乾燥したものは定量するとき、*p*-クロルフェノキシソ酪酸 ($C_{10}H_{11}ClO_3$: 214.65) 86.8 ~ 92.3 % 及びアルミニウム (Al: 26.98) 5.5 ~ 6.3 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール、エーテル又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に分解しながら溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.2 g をとり、希水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、加温して溶かす。これを 1 mol/L 塩酸試液で pH 4.5 に調整し、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する。抽出液を蒸発乾固した後、残留物に無水エタノール 0.5 mL を加えて溶かす。これに塩酸ヒドロキシルアミンの飽和無水エタノール溶液 1 mL 及びジシクロヘキシルカルボジイミドの無水エタノール溶液（1 : 100）5 滴を加え、沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、塩化第二鉄試液 1 mL を加えるとき、赤褐色を呈する。

(2) 本品 1 g をとり、希塩酸 10 mL を加え、水浴上で 1 時間加熱する。冷後、これに水 10 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出し、抽出液に活性炭 0.1 g を加えてろ過し、ろ液を蒸発乾固する。残留物を希エタノールから再結晶するとき、その融点は 118 ~ 122 $^{\circ}$ C である。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1600 cm^{-1} , 1485 cm^{-1} , 1375 cm^{-1} , 1360 cm^{-1} , 1238 cm^{-1} , 830 cm^{-1} 及び

670 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品 2 g をろつばにとり、炭化するまで強熱し、残留物に無水炭酸ナトリウム 1 g を加えて 20 分間強熱する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。このろ液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g にヘキサン 100 mL を加え、1 時間かき混ぜた後、ろ過し、ろ液を蒸発乾固する。残留物に中和エタノール 30 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 30 mL を加えて加温しながら 1 時間かき混ぜた後、ろ過し、ろ液に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える（0.036 % 以下）。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 30 mL を加えて、加温しながら 1 時間かき混ぜた後、ろ過し、ろ液に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える（0.048 % 以下）。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調整し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(6) *p*-クロルフェノール 本品 10.0 g をとり、ヘキサン 30 mL ずつで 3 回抽出し、抽出液を 250 mL の分液漏斗にとり、希水酸化ナトリウム試液 20 mL ずつで 2 回、更に 5 mL で 1 回抽出する。水層を分取し、50 mL のメスフラスコに入れ、希水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。また、ヘキサン 50 mL を 250 mL の分液漏斗にとり、以下試料溶液と同様に操作して得た液を試料空試験溶液とする。別に *p*-クロルフェノール 0.050 g を量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、試料空試験溶液及び標準溶液 10 mL ずつを 100 mL の分液漏斗 T, T 及び S に正確にとる。別に希水酸化ナトリウム試液 10 mL を 100 mL の分液漏斗 S にとり、標準空試験溶液とする。分液漏斗のそれぞれに pH 8.4 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL, 4 アミノアンチピリン溶液（3 : 100）0.2 mL, フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えてよく振り混ぜる。15 分間放置した後、クロロホルム 10 mL を加え、振り混ぜて抽出し、クロロホルム抽出液をそれぞれ 25 mL のメスフラスコ T, T, S 及び S に入れる。分液漏斗中の水層は、クロロホルム 2 mL でゆるく振り混ぜて洗い、洗液は先のメスフラスコに合わせる。更にクロロホルム 5 mL 及び 3 mL と振り混ぜて同様に抽出し、抽出液をメスフラスコに合わせる。クロロホルムを加えて 25 mL とし、無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液につき、クロロホルムを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長

455 nm における吸光度 A_T, A_T, A_S 及び A_S を測定するとき ($A_T - A_T$) は ($A_S - A_S$) 以下である (25 ppm 以下)。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 5 時間)。

定量法

(1) *p*-クロルフェノキシイソ酪酸 本品約 0.5 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、分液漏斗に水 10 mL を用いて移し、フッ化ナトリウム試液^{*} 20 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、10 分間放置する。次にクロロホルム 30 mL ずつで 4 回抽出し、全抽出液を合わせ、水 20 mL ずつで中性になるまで洗った後、蒸発乾固する。残留物にエタノール 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 21.465 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{11}\text{ClO}_3$$

(2) アルミニウム 本品約 0.45 g を精密に量り、硝酸 25 mL を加えて加熱分解し、蒸発乾固した後、残留物に硝酸 5 mL を加え、加熱して溶かす。これに酢酸アンモニウム試液を加えて pH を約 1 とした後、pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL、及び Cu PAN 試液 0.5 mL を加えて加熱する。煮沸しながら 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤紫色から黄色に変わり、1 分間以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

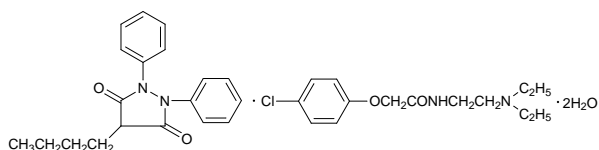
$$0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 1.3491 \text{ mg Al}$$

貯法 容器 気密容器。

101502

クロフェゾン

Clofezone



$\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : 629.19$

本品はフェニルブタゾンの 1 分子量及びクロフェキサミド 1 分子量からなる。

本品を乾燥したものは定量するとき、フェニルブタゾン ($\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2 : 308.37$) 46.6 ~ 51.5 % 及びクロフェキサミド ($\text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2 : 284.78$) 43.0 ~ 47.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は初めないが、後にわずかに苦い。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、酢酸エチルにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に氷酢酸 1 mL 及び塩酸 1 mL を加え、

還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱した後、水 10 mL を加え、氷冷する。この液をろ過し、ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 3 ~ 4 滴を加える。この液 1 mL に ナフトール試液^{*} 1 mL 及びクロロホルム 3 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は濃赤色を呈する (フェニルブタゾン)。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 20) 4 mL にライネツケ塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる (クロフェキサミド)。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 2920 cm^{-1} , 2850 cm^{-1} , $2700 \sim 2250 \text{ cm}^{-1}$, 1665 cm^{-1} 及び 1560 cm^{-1} に吸収を認める。

吸光度 本品を乾燥し、その 0.1 g を精密に量り、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、更に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。

(1) フェニルブタゾン $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265 nm): 326 ~ 340

(2) クロフェキサミド $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (225 nm): 340 ~ 353

融点 $94.5 \sim 97.5 \text{ }^\circ\text{C}$

純度試験

(1) 塩化物 本品 4.0 g にメタノール 100 mL を加えて溶かし、これを試料溶液とする。この試料溶液 25 mL をとり希硝酸 6 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL, 希硝酸 6 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL, 希塩酸 1 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする (0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液 (100 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た 2 つの主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に入れるとき、試料溶液から得た 2 つの主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1.0 g, 減圧, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1.0 g)。

定量法

(1) フェニルブタゾン 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に量り、エタノール 5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬：アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 30.837 \text{ mg } C_{19}H_{20}N_2O_2$$

(2) クロフェキサミド 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 28.478 \text{ mg } C_{14}H_{21}ClN_2O_2$$

貯法

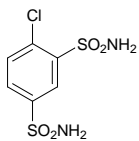
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

100054

クロフェナミド

Clofenamide



$C_6H_7ClN_2O_4S_2$: 270.71

本品を乾燥したものは定量するとき、クロフェナミド ($C_6H_7ClN_2O_4S_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を試験管にとり、水酸化ナトリウム 0.2 g を加え、小火を用いて徐々に加熱して融解する。冷後、水 1 mL を加えて溶かし、亜鉛末 0.3 g 及び薄めた塩酸 (1 : 2) 5 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を褐変する。

(2) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 213 ~ 217 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL、ジメチルホルムアミド 20 mL、希硝酸 6

mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.032 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL、ジメチルホルムアミド 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.034 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 110 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬：マグネソン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紅色が赤紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL}$$

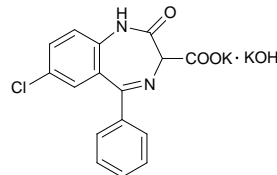
$$= 13.536 \text{ mg } C_8H_7ClN_2O_4S_2$$

貯法 容器 気密容器。

101935

クロラゼブ酸二カリウム

Clorazepate Dipotassium



$C_{16}H_{11}ClK_2N_2O_4$: 408.92

本品を乾燥したものは定量するとき、クロラゼブ酸二カリウム ($C_{16}H_{11}ClK_2N_2O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はジクロルメタンにほとんど溶けない。

本品は水酢酸に溶ける。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 11.5 ~ 12.5 である。

確認試験

(1) 本品 5 mg に水 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かし、3 分間煮沸する。冷後、この液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.03 g 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、無水エタノール 3 滴及び水 5 mL を加えてよくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 229 ~ 233 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品はカリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 20 mL を加えて溶かし、アセトン 20 mL 及び希硝酸 6 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にアセトン 20 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) ノルジアゼパム 本品 0.10 g をとり、ジクロルメタン 25 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G4) を用いて吸引ろ過する。残留物はジクロルメタン 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、送風しながら水浴上で蒸発乾固する。残留物にエタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 228 nm における吸光度を測定するとき、0.25 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 5 時間)。

強熱残分 40 ~ 45 % (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、氷酢酸 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.631 mg $C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$

貯法

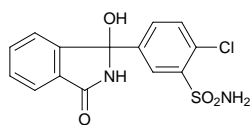
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

101407

クロルタリドン

Chlorthalidone



$C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$: 338.77

本品を乾燥したものは定量するとき、クロルタリドン ($C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール、アセトン又はジオキサニにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 217 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に硫酸 3 mL を加えて溶かすとき、液は

黄色を呈する。

(2) 本品 0.1 g にメタノール 100 mL を加え、加温して溶かし、冷後、この液 5 mL をとり、2 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 277 nm 及び 282 ~ 286 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3350 cm^{-1} , 3250 cm^{-1} , 1685 cm^{-1} , 1345 cm^{-1} , 1170 cm^{-1} 及び 1040 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g をとり、ジオキサニ 25 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水 25 mL 及びプロムクレゾールパーブル試液 4 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が青色を呈するまで滴定するとき、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.80 mL 以下である。

(3) 塩化物 本品 4.0 g に水 80 mL を加え、15 分間かき混ぜた後、氷水中に 15 分間放置し、ガラスろ過器 (G4) を用いてろ過する。ろ液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.004 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、新たに蒸留したアセトン 80 mL を加えて溶かし、窒素気流中で 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、その消費量及び純度試験 (2) で得た 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を差し引いて補正する。

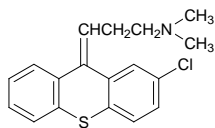
0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 33.877 mg $C_{14}H_{11}ClN_2O_4S$

貯法 容器 密閉容器。

101403

クロルプロチキセン

Chlorprothixene

C₁₈H₁₈ClNS : 315.86

本品を乾燥したものは定量するとき、クロルプロチキセン (C₁₈H₁₈ClNS) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかにアミンのようににおいがある。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、エタノール又は無水エタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に硝酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は赤色を呈する。この液に水 5 mL を加え、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 322 ~ 326 nm に吸収の極大を示す。また、本品の 0.1 mol/L 塩酸溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 270 nm に吸収の極大を示す。

融点 96.5 ~ 101.5 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 異性体 本品 0.10 g をとり、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/希アンモニア試液混液 (22 : 3) を展開溶媒として遮光下に約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット (*R_f* 約 0.50) 以外のスポット (*R_f* 約 0.41) は、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 50 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、非水滴定用水酢酸 20 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.586 mg C₁₈H₁₈ClNS

貯法

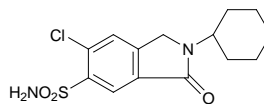
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101508

クロレキシロン

Clorexolone

C₁₄H₁₇ClN₂O₃S : 328.81

本品を乾燥したものは定量するとき、クロレキシロン (C₁₄H₁₇ClN₂O₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、メタノール又はアセトンに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 255 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1660 cm⁻¹, 1615 cm⁻¹, 1560 cm⁻¹, 1350 cm⁻¹ 及び 1170 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 264 ~ 269 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加え 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.032 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を用いる (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.020 g にアセトンを加えて溶かし、

正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にこの液 5 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 4 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L を正確に量り、薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液（5：1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、単一スポットを認めるか、異種スポットを認めても標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間）。

強熱残分 0.1 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液につき波長 253 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{クロレキソロン (C}_{14}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_3\text{S) の量 (mg)} \\ & = \frac{A}{239} \times 10000 \end{aligned}$$

貯法

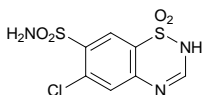
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

101392

クロロチアジド

Chlorothiazide



C₇H₆ClN₃O₃S₂ : 295.72

本品を乾燥したものは定量するとき、クロロチアジド (C₇H₆ClN₃O₃S₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール、アセトン又はピリジンに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸（1 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液（1 10000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 290 ~ 294 nm に吸収の極大を示す。

(3) (1) のろ液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.20 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL, 希硝酸 6 mL, アセトン 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.044 % 以下）。

(2) セレン 本品 0.10 g をとり、薄めた硝酸（1 30）25 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解する。ただし、燃焼後、器壁などを洗う液はメタノール 15 mL の代わりに水 25 mL を用いる。燃焼フラスコ内の液をピーカーに移し、10 分間静かに煮沸した後、室温まで冷却し、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセレン 0.04 g を正確に量り、薄めた硝酸（1 2）100 mL を加え、必要ならば水浴上で加熱して溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、薄めた硝酸（1 60）を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験溶液として薄めた硝酸（1 60）をそれぞれ 40 mL ずつを正確に量り、別々のピーカーに入れ、それぞれに強アンモニア水を加えて pH を 1.8 ~ 2.2 とする。塩酸ヒドロキシシリアミン 0.2 g を加えて静かに振り混ぜて溶かし、次に 2,3 ジアミノナフタリン試液 5 mL を加え、振り混ぜた後、100 分間放置する。それぞれの液を分液漏斗に入れ、ピーカーを水 10 mL で洗い、洗液は分液漏斗中に合わせ、シクロヘキサン 5.0 mL を加えて 2 分間よく振り混ぜて抽出する。シクロヘキサン層をとり、遠心分離して水分を除く。試料溶液及び標準溶液から得たシクロヘキサン液につき、空試験溶液から得たシクロヘキサン液を対照とし、標準溶液から得たシクロヘキサン液の 378 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より小さい。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(5) 芳香族第一アミン 本品 0.080 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、希塩酸 3.0 mL, 水 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜた後、1 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、シュウ酸 N（1 ナフチル）N ジエチルエチレンジアミン試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した液につき、アセトン 1.0 mL に希塩酸 3.0 mL 及び水 3.0 mL を加えて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 525 nm における吸光度を測定するとき、0.10 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 1 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品及びクロロチアジド標準品を 105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し、その約 0.08 g ずつを精密に量り、それぞれにメタノール 44 mL を加えて溶かし、次に内部標準溶液としてスルファミンのメタノール溶液（1 1000）5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料

溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法によって試験を行う。それぞれの液のクロロチアジド及び内部標準物質のピーク面積を自動積分法によって測定し、内部標準物質のピーク面積に対するクロロチアジドのピーク面積比 A_T 及び A_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{クロロチアジド (C}_7\text{H}_6\text{ClN}_2\text{O}_2\text{S}_2) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{クロロチアジド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：水 95 mL にメタノール 5 mL を加える。

流量：クロロチアジドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：定量用クロロチアジド 0.06 g 及びヒドロクロロチアジド(日局)0.05 g にメタノールを加えて溶かし、50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作し、分離度を求め、1.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

103930

ケイ酸アルミン酸マグネシウム

Magnesium Aluminosilicate

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酸化アルミニウム (Al_2O_3 : 101.96) 27.0 ~ 34.3 %，酸化マグネシウム (MgO : 40.30) 20.5 ~ 27.7 % 及び二酸化ケイ素 (SiO_2 : 60.08) 14.4 ~ 21.7 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品 1 g を希塩酸 10 mL と加熱するとき大部分溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に薄めた硫酸 (1 : 3) 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20 mL を加えてろ過する。残留物は確認試験 (3) に用いる。ろ液にアンモニア試液を加えて中性とし、生じた沈殿をろ過する。ろ液は確認試験 (2) に用いる。残留物に希塩酸を加えて溶かした液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(2) 確認試験 (1) のろ液はマグネシウム塩の定性反応 (2) を呈する。

(3) 確認試験 (1) の残留物を水 30 mL で洗い、メチレンブルー溶液 (1 : 10000) 2 mL を加え、次に水 30 mL で洗うとき、沈殿は青色を呈する。

純度試験

(1) 可溶性塩 本品 10.0 g に水 150 mL を加え、15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸する。冷後、水を加えて 150 mL とし、遠心分離して得た澄明な液 75 mL をとり、これに水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、更に 700 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間加熱するとき、その量は 0.020 g 以下である。

(2) アルカリ (1) の試料溶液 20 mL をとり、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき、液は無色である。

(3) 塩化物 (1) の試料溶液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.75 mL を加える (0.053 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (1) の試料溶液 2 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL 及び水 20 mL を加え、2 分間煮沸した後、ろ過し、残留物を水 5 mL ずつで 2 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、塩酸ヒドロキシルアミン 0.15 g を加え、沸騰するまで加熱する。冷後、酢酸ナトリウム 0.15 g 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し、鉛標準液 3.0 mL，塩酸ヒドロキシルアミン 0.15 g，酢酸ナトリウム 0.15 g，希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(6) 鉄 本品 0.20 g に希硝酸 8 mL を加えて 1 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、遠心分離する。上澄液 25 mL を正確に量り、水を加えて 50 mL とし、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 3.0 mL に希硝酸 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、同様に操作する。

(7) ヒ素 本品 0.40 g に水 10 mL 及び硫酸 1 mL を加え、よく振り混ぜる。冷後、これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 20.0 % 以下 (1 g, 110 $^{\circ}\text{C}$, 7 時間)。

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品の換算した乾燥物 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 250 mL 以上である。

定量法

(1) 二酸化ケイ素 本品約 1 g を精密に量り、希塩酸 30 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物を塩酸で潤し、再び水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 8 mL を加えてかき混ぜ、更に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜる。静置した後、上澄液を定量用ろ紙を用いてろ過し、残留物に熱湯 10 mL を加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する。更に残留物は同様に熱湯 10 mL ずつで 3 回洗った後、残留物に水 50 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱する。残留物をろ紙上に移し、洗液が塩化物の反応を呈しなくなるまで熱湯で洗い、残留物をろ紙とともに白金のつぼに入れ、強熱して灰化し、更に 775 ~ 825 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間強熱する。冷後、質量を量り、二酸化ケイ素 (SiO_2) の量とする。

(2) 酸化アルミニウム 本品約 0.5 g を 100 mL の三角フラスコに精密に量り、希塩酸 3.5 mL 及び水 30 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱する。更に塩酸 3.5 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、250 mL のメスフラスコに移し、三角フラスコは水で洗い、洗液及び水を加えて 250 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液 20 mL を正確に量り、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 20 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 8 mL 及び水 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 50 mL を加え、0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/L エチレンジアミン

四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 1.0196 mg Al₂O₃

(3) 酸化マグネシウム 定量法(2)の試料溶液 50 mL を正確に量り、水 50 mL 及びトリエタノールアミン溶液(1-2) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が 30 秒間持続する青色を呈するときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.8061 mg MgO

貯法 容器 気密容器。

107485

結晶トリプシン

Crystallized Trypsin

本品はウシのすい臓から得た、たん白質分解酵素である。

本品は定量するとき、1 mg 当りトリプシン 2500 USP 単位以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水にやや溶けにくい。

本品は 0.001 mol/L 塩酸試液に溶ける。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) キモトリプシン

(i) 希釈液 リン酸二水素カリウム 4.54 g に水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする(試液 I)。無水リン酸一水素ナトリウム 4.73 g に水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする(試液 II)。試液 I 38.9 mL 及び試液 II 61.1 mL を混和し、必要あれば、試液 II を用いて pH を 7.0 に調整する。

(ii) 基質液 *N* ジアセチル *L* ジチロジンエチルエステル 0.0237 g に希釈液 50 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希釈液を加え、正確に 100 mL とする。調製後直ちに凍結して保存し、用時融解する。

(iii) 試料溶液 本品約 0.02 g を精密に量り、0.001 mol/

L 塩酸試液を加えて溶かし、1 mL につき、650 USP トリプシン単位を含む溶液を調製する。

(iv) 操作法 温度を 25±0.1 °C に保持し得る恒温セル室を装備した自記分光光度計を用いて測定する。0.001 mol/L 塩酸試液 0.20 mL 及び基質液 3.0 mL を 10 mm のセルに入れる。セルを分光光度計に装てんし、波長 237 nm における吸光度を 0.200 に合わせる。試料溶液 0.20 mL を別のセルに入れ、基質液 3.0 mL を加え、混和した後、分光光度計に装てんし、基質液を加えてから最低 5 分間吸光度を記録し、最低 3 分間の直線部分を求める。同様の操作を更に 2 度繰り返す。吸光度の変化率が最低 3 分間一定でない場合は、操作をやり直し、また、必要ならば濃度を下げる。

(v) 計算法 1 分間当り 0.0075 の吸光度の変化は、1 USP キモトリプシン単位に相当する。本品 1 mg 中の USP キモトリプシン単位を次式により計算し、平均値を求めるとき、50 USP キモトリプシン単位以下である。

本品 1 mg 中の USP キモトリプシン単位

$$= \frac{A_2 - A_1}{T \times W \times 0.0075}$$

A₁: 直線部分の最後の吸光度

A₂: 直線部分の最初の吸光度

T: A₂ から A₁ までの経過時間(分)

W: 試料溶液 0.20 mL 中の本品の mg 数

乾燥減量 5.0 % 以下(0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 2.5 % 以下(0.5 g)。

定量法

(1) 希釈液 純度試験(3)の試液 I 13 mL 及び試液 II 87 mL を混和し、pH を 7.6 に調整する。

(2) 基質液 *N* α ベンゾイル *L* アルギニンエチル塩酸塩 0.0857 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、希釈液を加えて正確に 100 mL とする。この液を 10 mm のセルに入れ、水を対照として波長 253 nm における吸光度を、セル室の温度を 25±0.1 °C に保持し得る恒温セル室を装置した自記分光光度計を用いて測定する。希釈液又は希釈前の基質液を添加し、吸光度が 0.575 以上、0.585 以下になるように調整する。基質液は 2 時間以内に使用する。

(3) 試料溶液 本品約 0.02 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、1 mL につき、3000 USP トリプシン単位を含む溶液を調製する。この液を更に 0.001 mol/L 塩酸試液で薄め、1 mL につき、それぞれ 40、60 及び 80 USP トリプシン単位を含む 3 種の試料溶液を調製する。

(4) 操作法 0.001 mol/L 塩酸試液 0.20 mL 及び基質液 3.0 mL を 10 mm のセルに入れる。セルを自記分光光度計に装てんし、波長 253 nm における吸光度が 0.050 になるように調整する。別のセルに 1 mL につき、40 USP トリプシン単位を含む試料溶液 0.20 mL を入れ、基質液 3.0 mL を加え、混和した後、自記分光光度計に装てんし、基質液を加えてから最低 5 分間吸光度を記録し、最低 3 分間の直線部分を求める。同様の操作を他の 2 種の試料溶液について行う。

(5) 計算法 1 分間当り 0.003 の吸光度の変化は、1

USP トリブシン単位に相当する。本品 1 mg 中の USP トリブシン単位を次式により計算し、3 種の試料溶液の平均値を求める。

本品 1 mg 中の USP トリブシン単位

$$= \frac{A_1 - A_2}{T \times W \times 0.003}$$

A_1 : 直線部分の最後の吸光度

A_2 : 直線部分の最初の吸光度

T : A_2 から A_1 までの経過時間(分)

W : 各試料溶液 0.20 mL 中の本品の mg 数

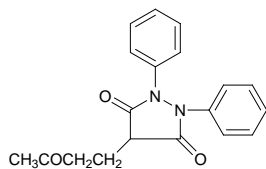
注意 純度試験及び定量法で用いる基質と分光光度計は、トリブシン標準品、キモトリブシン標準品を用いて、それぞれトリブシン及びキモトリブシンの定量法を行い、適合性を試験する。

貯法 容器 気密容器。

004602

ケトフェニルブタゾン

Ketophenylbutazone



$C_{19}H_{18}N_2O_3$: 322.36

本品を乾燥したものは定量するとき、ケトフェニルブタゾン ($C_{19}H_{18}N_2O_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はクロロホルム又は氷酢酸に溶けやすく、エタノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品はアンモニア試液又は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を 30 mL の共栓試験管にとり、硫酸銅試液 2 滴、クロロホルム 10 mL 及びピリジン 1 mL を加え、振り混ぜた後、静置するとき、クロロホルム層は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g を 30 mL の共栓試験管にとり、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、これに氷酢酸 1 mL を加え、臭素試液 3 滴を加え、振り混ぜるとき液の黄色は消える。

(3) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

融点 126 ~ 129 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアンモニア試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 30 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜた後ろ過する。ろ液に水を加えて 50 mL

とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 2.0 g に水 50 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.1 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1.0 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL を加え、加温して溶かす。冷後、塩酸 5 mL を加え 0.05 mol/L 臭素液で滴定する (電位差滴定法、白金電極)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

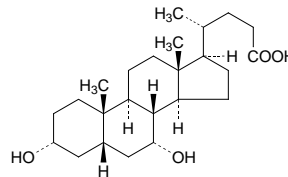
0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 16.118 mg $C_{19}H_{18}N_2O_3$

貯法 容器 密閉容器。

108378

ケノデオキシコール酸

Chenodeoxycholic Acid



$C_{24}H_{40}O_4$: 392.57

本品を乾燥したものは定量するとき、ケノデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶、結晶性の粉末又は粉末である。

本品はメタノール、無水エタノール又は氷酢酸に溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、酢酸エチル又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にバニリンの氷酢酸溶液 (1 : 10) 10 mL を加えて溶かす。この液 2 mL に過塩素酸 2 mL を加えて振り混ぜながら 10 分間加温するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g を酢酸エチル 10 mL に溶かし、この液 2 mL に硫酸の酢酸エチル溶液 (1 : 10) 2 mL 及び無水酢酸 2 mL を加え、10 分間放置するとき、液は赤色を経て暗緑色を呈する。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2930 cm^{-1} , 2870 cm^{-1} , 1710 cm^{-1} , 1077 cm^{-1} 及び 979 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +11.0 ~ +13.5 ° (乾燥後, 0.4 g, 無水工

タノール, 20 mL, 100 mm).

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.40 g を無水エタノール 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.
- (2) 塩化物 本品 0.36 g をメタノール 30 mL に溶かし, 希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にメタノール 30 mL, 希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.1 % 以下).
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 4 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下).
- (5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり, アセトンに溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. 別に薄層クロマトグラフ用リトコール酸 0.10 g をとり, アセトンに溶かし, 正確に 100 mL とする. この液 1 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 (1) とする. 別に試料溶液 2 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 20 mL とする. この液 0.5 mL, 1 mL, 2 mL, 3 mL, 5 mL 及び 7 mL を正確に量り, それぞれにアセトンを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液 A, B, C, D, E 及び F とする. これらの液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液, 標準溶液 (1), 標準溶液 A ~ F 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次に酢酸エチル/イソオクタン/氷酢酸混液 (5 : 5 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. 更に 105 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥した後, リンモリブデン酸・硫酸・酢酸試液を均等に噴霧し, 105 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき, 標準溶液 (1) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは, 標準溶液 (1) のスポットより濃くない. また, 試料溶液の主スポット及び標準溶液 (1) のスポット以外のスポットの色を標準溶液 A ~ F から得たスポットと比較するとき, その総和は 1.5 % 以下である.

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間).

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 1 g を精密に量り, メタノール 50 mL を加えて溶かす. 新たに煮沸し, 冷却した水 25 mL を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴). 別にメタノール 50 mL に新たに煮沸し冷却した水 25 mL を加えた液につき, 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

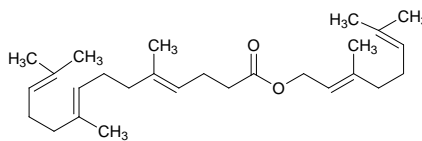
= 39.257 mg $C_{27}H_{44}O_2$

貯法 容器 気密容器.

004603

ゲファルナート

Gefarnate



$C_{27}H_{44}O_2$: 400.64

本品はシス体及びトランス体からなり, その比は約 3 : 7 である.

本品は定量するとき, ゲファルナート ($C_{27}H_{44}O_2$) 98.0 % 以上を含む.

性状 本品は淡黄色 ~ 黄色の澄明な油状の液で, 特異なおいがある.

本品は無水エタノール, エーテル又はクロロホルムと混和する.

本品は水にほとんど溶けない.

屈折率 n_D^{20} : 約 1.49

確認試験

(1) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 1000) 2 mL にサリチルアルデヒドの氷酢酸溶液 (1 : 400) 10 mL 及び硫酸 2 mL を加えるとき, 液は紅色を呈する.

(2) 本品 1.0 mL にクロロホルム 100 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする. 試料溶液 4 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行い, シス体及びトランス体のピーク面積 A_1 及び A_2 を半値幅法又は自動積分法によって求めるとき, A_1 : A_2 は約 3 : 7 である.

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 200 cm のガラス管に, ポリエチレングリコール 20 M をシラン処理した 149 ~ 177 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする.

カラム温度: 200 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

試料気化室温度: 250 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: シス体及びトランス体の保持時間がそれぞれ約 35 分及び約 40 分となるように調整する.

比重 d_4^{20} : 0.908 ~ 0.916

ヨウ素価 305 ~ 325 ただし, 本品約 0.13 g を小ガラス容器に精密に量り, シクロヘキサンの代わりに四塩化炭素 10 mL を用いて試験を行う.

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g に中和エタノール 30 mL を加えて溶かし, フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき, 液の色は赤色である.

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
定量法 本品約 4 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 40 mL を正確に加え、これに還流冷却器を付け、水浴中でしばしば振り混ぜて 1 時間加熱する。冷後、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 200.32 \text{ mg } C_{27}H_{44}O_2$$

貯法

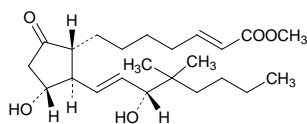
保存条件 ほとんど全満するか、又は空気を窒素 (日局) で置換し、直射日光を避けて保存する。

容器 気密容器。

108880

ゲメプロスト

Gemeprost


 $C_{23}H_{38}O_5 : 394.54$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ゲメプロスト ($C_{23}H_{38}O_5$) 93.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠性のある液である。

本品はアセトニトリル、メタノール、無水エタノール又はエーテルと混和し、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい黄色を呈する。
 - (2) 本品 1 mg をエタノール 5 mL に溶かし、*m* ジニトロベンゼン試液 3 mL を加え、氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール溶液 (17 / 100) 3 mL を加えた後、氷冷して暗所に 20 分間放置するとき、液は紫色を呈する。
 - (3) 本品のメタノール溶液 (1 / 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示さない。また、この液 10 mL に水酸化カリウムのメタノール溶液 (3 / 100) 10 mL を加え、15 分間放置した液は波長 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。
 - (4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3420 cm^{-1} , 1742 cm^{-1} , 1726 cm^{-1} , 1655 cm^{-1} , 1273 cm^{-1} 及び 974 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- 旋光度** $[\alpha]_D^{20}$: -37 ~ -47° (0.1 g, 無水エタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 8 *iso* 体, 2 *cis* 体及び 11 deoxy Δ^{10} 体 本品約 0.1 g を精密に量り、アセトニトリルに溶かして正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に 8 *iso* ゲメプロスト, 2 *cis* ゲメプロスト及び 11 deoxy Δ^{10} ゲメプロスト各標準品約 5 mg ずつを精密に量り、アセトニトリルに溶かして正

確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する、8 *iso* 体のピーク面積の比 Q_{T1} 及び Q_{S1} , 2 *cis* 体のピーク面積の比 Q_{T2} 及び Q_{S2} 並びに 11 deoxy Δ^{10} 体のピーク面積の比 Q_{T3} 及び Q_{S3} を求め、次式によりそれぞれの量を計算するとき、8 *iso* 体は 3.0 % 以下、2 *cis* 体は 3.0 % 以下及び 11 deoxy Δ^{10} 体は 1.0 % 以下である。

8 *iso* 体の量 (mg)

$$= 8 \text{ iso } \text{ゲメプロスト標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{T1}}{Q_{S1}}$$

2 *cis* 体の量 (mg)

$$= 2 \text{ cis } \text{ゲメプロスト標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{T2}}{Q_{S2}}$$

11 deoxy Δ^{10} 体の量 (mg)

$$= 11 \text{ deoxy } \Delta^{10} \text{ゲメプロスト標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_{T3}}{Q_{S3}}$$

内標準溶液 酢酸コルチコステロンのアセトニトリル溶液 (1 / 500)

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの

選定は定量法の液体クロマトグラフ法の操作条件による。

検出感度：標準溶液 2 μL から得た 2 *cis* ゲメプロストのピーク高さがフルスケールの 3 ~ 6 % になるように調製する。

(2) その他の類縁物質 本品 0.010 g をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。別に 8 *iso* ゲメプロスト及び 11 deoxy Δ^{10} ゲメプロスト各標準品 1 mg ずつをアセトニトリル 5 mL に溶かし、対照溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液及び対照溶液 10 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アセトン/シクロヘキサン混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにブルーテトラゾリウム・水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットで対照溶液から得たスポットに対応する位置のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 0.5 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、アセトニトリルに溶かして正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にゲメプロスト標準品を乾燥 (シリカゲル, 減圧, 15 時間) し、その約 0.01 g を精密に量り、アセトニトリル 5 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するゲメプロストのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ゲメプロスト ($C_{23}H_{36}O_5$) の量 (mg)

$$= \text{ゲメプロスト標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 10$$

内標準溶液 酢酸コルチコステロンのアセトニトリル溶液
(1 500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：215 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管
に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル
化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/アセトニトリル混液 (4 : 2 : 1)

流量：ゲメプロストの保持時間が約 15 分になるように調
整する。

カラムの選定：ゲメプロスト標準品 0.01 g、8 *iso* ゲメプ
ロスト、2 *cis* ゲメプロスト及び 11 deoxy Δ^{10} ゲメプ
ロスト各標準品 0.5 mg ずつをアセトニトリル 5 mL
に溶かし、内標準溶液 5 mL を加えた液 2 μ L につき、
上記の条件で操作するとき、内標準物質、8 *iso* 体、ゲ
メプロスト、2 *cis* 体、11 deoxy Δ^{10} 体の順に溶出し、
それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法

保存条件 空気を窒素 (日局) に置換して -10 $^{\circ}$ C 以下で
保存する。

容器 気密容器。

107072

合成ヒドロタルサイト

Synthetic Hydrotalcite

本品は定量するとき、酸化マグネシウム (MgO : 40.30)
31.0 % 以上及び酸化アルミニウム (Al_2O_3 : 101.96) 13.0 %
以上を含み、酸化マグネシウムと酸化アルミニウムのモル比
は 6.30 ~ 5.20 である。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶け、水酸化ナトリウム試液に
溶けない。

確認試験

(1) 本品は炭酸塩の定性反応 (1) を呈する。

(2) 本品 0.5 g に希塩酸 20 mL を加え、加温して溶か
す。水 20 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加えた後、液
が黄色を呈するまでアンモニア試液を加えて中和するとき、
白色のゲル状沈殿を生じる。沈殿をろ取り、希塩酸に溶かし
た液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(3) (2) のろ液はマグネシウム塩の定性反応 (2) を呈
する。また、ろ液の一部にリン酸一水素ナトリウム試液を加
えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる (マグネシウム塩)。

(4) 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え、
沸騰するまで加熱し、ろ過する。ろ液 5 mL に 1 mol/L
塩酸試液を加えて酸性とした液はアルミニウム塩の定性反応
を呈しない。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.50 g に希硝酸 30 mL を加え、加温

して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。
ろ液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とす
る。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L
塩酸 0.40 mL を加える (0.284 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.50 g に希塩酸 15 mL を加え、加温
して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。
ろ液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とす
る。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L
硫酸 0.75 mL を加える (0.720 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に希塩酸 13 mL を加え、加温
して溶かす。冷後、必要ならばろ過し、ろ液に酢酸ナトリウ
ム試液 13 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とす
る。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 13 mL
を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 3.0 mL
及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.20 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、
これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う
(10 ppm 以下)。

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、
0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 \pm 2 $^{\circ}$ C
で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に
量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH
3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品 1 g
につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 240 mL 以上である。

定量法

(1) 酸化アルミニウム 本品約 1 g を精密に量り、希塩
酸 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確
に 250 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL を正
確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウ
ム液 25 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニ
ウム緩衝液 30 mL を加えた後、5 分間煮沸する。冷後、エ
タノール 55 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定す
る (指示薬：ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は
液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空
試験を行う。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 2.5490 mg Al_2O_3

(2) 酸化マグネシウム (1) の試料溶液 25 mL を正確
に量り、水 70 mL を加え、薄めたトリエタノールアミン
(1 2) 20 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモ
ニウム緩衝液 10 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミ
ン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬：エリオクロム
ブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。同様の方法で
空試験を行う。

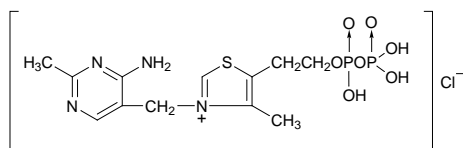
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 2.0152 mg MgO

貯法 容器 気密容器。

004800

コカルボキシラーゼ

Coccarboxylase

C₁₂H₁₉ClN₄O₇P₂S : 460.77

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、コカルボキシラーゼ (C₁₂H₁₉ClN₄O₇P₂S) 94.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、酸味がある。

本品は水に溶けやすく、アセトニトリル、無水エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 230 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 500) 1 mL に酢酸鉛試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 10) 1 mL を加えて加温するとき、液は黄色を経て褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 300) 10 mL に酢酸ナトリウム試液を加え、pH を 4.5 ~ 5.0 に調整する。次に酵素試液 4 mL を加え、水浴中で 50 °C に保ち、1 時間加温し、試料溶液とする。試料溶液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加え、次にイソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。イソブタノール層を分取し、これを紫外線 (主波長 365 nm) 下で観察するとき、青紫色の蛍光を発する。この蛍光は、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(3) (2) の試料溶液 7 mL に強アンモニア水 2 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離するとき、上澄液はリン酸塩の定性反応 (3) を呈する。

(4) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.0 ~ 1.4 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 遊離リン酸 本品約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液、薄めたリン酸標準液 (1 5) 及び水 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ 25 mL のメスフラスコに入れ、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 25 mL とする。それぞれの液を 20 ± 1 °C で 10 分間放置し、30 分以内にそれぞれの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 740 nm

における吸光度 A_1 、 A_2 及び A_3 を測定し、次の式によって計算するとき、遊離リン酸の量は 1.5 % 以下である。

遊離リン酸 (H₃PO₄) の含量 (%)

$$= \frac{A_1 - A_3}{A_2 - A_3} \times \frac{1}{W} \times 51.56$$

W : 試料の採取量を乾燥物に換算した量 (mg)。

(4) 重金属 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし、アンモニア試液を加えて pH を 3.5 に調整し、更に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.65 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 5) を用い、灰化後の残留物は希塩酸 10 mL を用いて溶かす (3.1 ppm 以下)。

(6) 塩酸チアミン、塩化チアミン-リン酸及びその他の類縁物質 本品 0.060 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。保持時間約 2 分 (塩酸チアミン)、約 3 分 (塩化チアミン-リン酸)、約 5 分 (コカルボキシラーゼ) 及びコカルボキシラーゼより遅く溶出する類縁物質の各々のピーク合計面積を自動積分法により測定し、それぞれ A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 とする。次の式によってそれらの量を求めるとき、塩酸チアミンは 0.5 % 以下、塩化チアミン-リン酸は 4.0 % 以下及びその他の類縁物質は 1.5 % 以下である。

塩酸チアミン (C₁₂H₁₇ClN₄OS.HCl) の含量 (%)

$$= \frac{A_1}{A} \times 73$$

塩化チアミン-リン酸 (C₁₂H₁₈ClN₄O₄PS) の含量 (%)

$$= \frac{A_2}{A} \times 82$$

$$\text{その他の類縁物質の含量 (\%)} = \frac{A_3}{A} \times 100$$

A : A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 の総面積

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

面積測定範囲：コカルボキシラーゼの保持時間の約 5 倍の範囲

自動積分装置の計測条件：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 µL を正確に注入するとき、コカルボキシラーゼのピーク面積をカウントするように設定する。また、コカルボキシラーゼの前に溶出する塩酸チアミン及び塩化チアミン-リン酸のピークについては垂直に切り、コカルボキシラーゼの後に溶出する他の類縁物質のピークについてはスキムラインに従ってピークの面積をカウントするように設定する。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 130 °C, 4 時間)。

定量法 本品及びコカルボキシラーゼ標準品 (あらかじめ 130 °C, 4 時間で乾燥減量を測定しておく) 約 0.06 g ずつ

を精密に量り、それぞれを移動相 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するコカルボキシラーゼの面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

コカルボキシラーゼ ($C_{12}H_{19}ClN_4O_7P_2S$) の量 (mg)
= 乾燥物に換算したコカルボキシラーゼ標準品の量 (mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 カフェイン (日局) の移動相溶液 (3 2000)
操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：20 ~ 30 °C の一定温度

移動相：リン酸一アンモニウム 2.3 g 及び液体クロマトグラフ用テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 12 mL を量り、水を加えて 1000 mL とする。この液 900 mL にアセトニトリル 100 mL を加えて混和する。

流量：コカルボキシラーゼの保持時間が約 5 分になるように調整する。

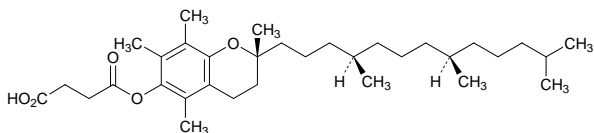
カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、コカルボキシラーゼ、カフェインの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

109289

コハク酸 *d* α トコフェロール

d α Tocopherol Succinate



$C_{33}H_{54}O_5$: 530.78

本品を乾燥したものは定量するとき、コハク酸 *d* α トコフェロール ($C_{33}H_{54}O_5$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は細かい塊である。

本品はエタノール (99.5)、ジエチルエーテル又はトルエンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点：約 75 °C

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、75 °C で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいたい色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1750 cm^{-1} 、1713 cm^{-1} 、1462 cm^{-1} 、1375 cm^{-1} 、1225 cm^{-1} 及び 1160 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (284 nm): 35.0 ~ 40.0 (0.01 g, エタノール

ル (99.5), 100 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ (*d* α トコフェロール換算値): +24° 以上

本品約 0.25 g をナスフラスコに精密に量り、エタノール (99.5) 50 mL を加え、還流冷却器を付けて還流する。還流が始まってから約 1 分後に冷却器を通して水酸化カリウム 1 g を加え、更に 20 分間還流した後、冷却器を通して塩酸 2 mL を徐々に滴加する。冷後、水 100 mL を加え、ジエチルエーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する。ジエチルエーテル層を分液漏斗に合わせ、水 50 mL を加え、静かに 2 ~ 3 回倒立した後、静置し、分離した水層を除く。更に水 50 mL ずつで、回の進むにつれて次第に強く振り、3 回洗う。水層を除き、ヘキサシアノ鉄 (Ⅲ) 酸カリウムを 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かした液 (1 10) 40 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を除く。ジエチルエーテル層を水 50 mL ずつで 4 回洗った後、三角フラスコに移す。分液漏斗はジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナスフラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をナスフラスコに合わせ、約 40 °C の水浴中でロータリーエバポレーターを用いて、減圧下、液量が 7 ~ 8 mL になるまで濃縮する。その後、熱を加えずに減圧下、溶媒を留去し、残留物に直ちにイソオクタン 10 mL を正確に加えて溶かす。この液につき、旋光度測定法により試験を行い、層長 100 mm で測定する。

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{W \times P}{W \times P} \times 1000 \times 0.811$$

α : 偏向面を回転した角度 (°)

W : 試料の採取量 (g)

P : 試料中のコハク酸 *d* α トコフェロールの含量 (%)

0.811 : *d* α トコフェロール換算の係数

酸度 本品約 1.0 g に使用直前に中和したエタノール (99.5) ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 0.5 mL)。0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 18.0 ~ 19.3 mL である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) α トコフェロール 本品 0.10 g をとり、トルエンに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品 0.050 g をとり、トルエンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、トルエンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸 (100) 混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物のエタノール (99.5) 溶液 (1 500) を均等に噴霧した

後、更に 2, 2 ピピリジルのエタノール (99.5) 溶液 (1 200) を均等に噴霧して 2 ~ 3 分間放置するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 24 時間)。

定量法 本品及びコハク酸トコフェロール標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液のコハク酸 *d* α トコフェロール及び標準溶液のコハク酸トコフェロールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する。

コハク酸 *d* α トコフェロール ($C_{33}H_{54}O_5$) の量 (mg)

$$= \text{コハク酸トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{H_T}{H_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：284 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸 (100) 混液 (97 : 2 : 1)

流量：コハク酸トコフェロールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール (99.5) 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、トコフェロールの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、コハク酸トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

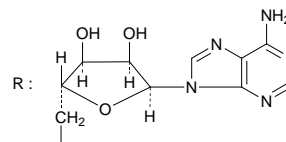
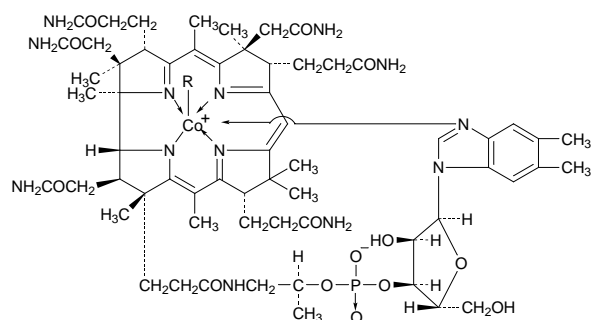
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

004803

コバマミド

Cobamamide



$C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$: 1579.58

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は暗赤色の結晶又は結晶性あるいは無晶性の粉末である。

本品は水にやや溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は極めて吸湿性で光により分解する。

確認試験

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液溶液 (1 20000) につき紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm, 283 ~ 287 nm, 303 ~ 307 nm, 376 ~ 381 nm 及び 457 ~ 462 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液 (1 20000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm 及び 523 ~ 527 nm に吸収の極大を示す。

(3) 定量法の項で得た液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 366 ~ 370 nm 及び 578 ~ 584 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品につき、シアノコバラミン (日局) の確認試験 (2) を準用する。

純度試験

(1) ヒドロキシコバラミン 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 2.5 mg をとり、pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 352 nm 及び 460 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき、 A_2/A_1 は 0.800 以上である。

(2) 着色不純物 本品につき、次の操作法に従って試験を行うとき、その吸光度は 0.070 以下である。

操作法：本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。

本品及びシアノコバラミン標準品約 10 mg を精密に量り、それぞれ水 0.50 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。ろ紙クロマトグラフ用ろ紙 (500 mm x 220 mm) の下部から 100 mm のところに鉛筆で横線を引き、その線上に、試料溶液 0.25 mL を一端 50 mm を残して帯状に約 100 mm 吸着させる。更にそれから 20 mm 離して標準溶液約 5 μ L を同一線上の残った部分にスポットする。風乾後、第二ブタノール/水/氷酢酸混液 (100 : 50 : 3) を展開溶媒とし、下降法でろ紙クロマトグラフ法を行う。約 15 時間展開した後、乾燥し、標準溶液の展開スポットに対して約 0.8 にあられるコバマミド部分及び標準溶液の展開部分を切り捨てる。残ったろ紙から着色部分を切り取り、両端を合わせ筒状とする。この円筒ろ紙を、底部に水を用いて潤したろ紙を敷いた直径 120 mm のペトリ皿内に立て、着色部分が上昇して、ろ紙の上部に集まるまで放置する。

次に着色部分を切り取り、水 7 mL ずつを用いて 3 回振とう抽出し、抽出液を合わせ、更に水を加えて 25 mL とし、ガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過する。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 525 nm における吸光度を測定する。

乾燥減量 12 % 以下 (0.1 g, 減圧・0.67 kPa 以下、五酸化リン, 60 $^{\circ}$ C, 15 時間)。

定量法 本品約 0.025 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、シアニ化カリウム溶液 (13 2000) を加えて、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にシアノコバラミン標準品約 0.02 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、シアニ化カリウム溶液 (13 2000) を加えて、正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ約 10 mL を共栓試験管 (外径約 16 mm, 内径約 12 mm) に入れ、密栓した後、試験管の側面から 200 mm の距離に置いた 100 W のタングステンランプ 2 個でその両側面を 1 時間照射した後、シアニ化カリウム溶液 (13 2000) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 368 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の量 (mg)

= シアノコバラミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 1.1654$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101523

コバルトプロトポルフィリン

Cobalt Protoporphyrin

本品はプロトポルフィリンのコバルト錯塩で、乾燥したものは定量するとき、コバルト (Co : 58.93) 6.7 ~ 8.1 % を含む。

性状 本品は黒紫色又は赤紫色の粉末、又はつやのある微塊で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は少量の水を含むアセトン又はピリジンに溶けやすく、水、エタノール、エーテル又はクロロホルムに溶けにくく、石油エーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は空気又は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を薄めた塩酸 (1 2) 5 mL に懸濁し、水浴中で 5 分間加熱し、冷後、紫外線を照射するとき、赤色の蛍光を発する。

(2) 定量法で得た液は、だいたい色を呈する。

(3) 本品 0.25 g に水 5 mL を加えて懸濁し、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、水 20 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液 25 mL を加えて混和した後、水を加えて 50 mL とする。この液を更に水で 100 倍に薄めた液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 530 ~ 534 nm 及び 560 ~ 564 nm に吸収の極大を示す。また、この液を水で 1000 倍に薄めた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 418 ~ 422 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、1 分間 4000 回転で 10 分間遠心分離するとき、分離物を認めない。

(2) プロトポルフィリン 本品 5 mg を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL に溶かし、薄めた塩酸 (1 2) 5 mL を加え、紫外線を照射するとき、蛍光を認めない。

(3) 類縁物質 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、水 4 mL を加えて懸濁し、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、これに水 20 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液 2.5 mL を加えて混和した後、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ピリジン溶液 (1 100) 0.5 mL を加えてよく振り混ぜた後、水を加えて正確に 1000 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 400 nm, 420 nm 及び 435 nm における吸光度を測定し、次式により f 値を求めるとき、その値は、0.850 以上である。

$$f = 2 - \frac{A_{400} + A_{435}}{A_{420}}$$

ただし、 A_{400} , A_{420} 及び A_{435} は、それぞれ波長 400 nm, 420 nm 及び 435 nm における吸光度である。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、水 20 mL, 硝酸 20 mL 及び硫酸 5 mL を加え、初めは弱く加熱し、次に炎を強くして白煙が発生するまで加熱する。冷後、必要ならば更に硝酸 5 mL を追加して加熱し、この操作を液が淡紅色となるまで繰り返す。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15

mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 5 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う（10 ppm 以下）。

乾燥減量 2.0 % 以下（0.5 g、減圧、五酸化リン、4 時間）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、別にコバルト標準液及び水 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 4 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かし、更に 0.1 mol/L 塩酸試液 2.5 mL 及び水を加えて、正確に 50 mL とし、それぞれを試料溶液、標準溶液及び対照液とする。それぞれの液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれケルダールフラスコに入れ、それぞれに硫酸 3 mL 及び硝酸 2 mL を加えて加熱し、必要ならば、更に硝酸 1 mL を加えて、液が淡紅色になるまで、加熱分解する。冷後、水を加えて、正確に 100 mL とし、それぞれの液 2 mL を正確に量り、水 8 mL、薄めた塩酸（1 2）0.5 mL、希硝酸 0.5 mL、1 ニトロソ 2 ナフトール 3 β ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1 500）1 mL 及び酢酸ナトリウム溶液（1 2）4 mL を加え、水浴上で 2 分間加熱し、硝酸 2 mL を加えて 2 分間更に加熱する。冷後、水を加えて正確に 20 mL とする。ここで得た試料溶液及び標準溶液につき、対照液を用いて、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

コバルトプロトポルフィリン中のコバルトの量 (mg)

$$= \frac{A_T}{A_S} \times 18.5$$

毒性試験 発熱性物質を含まない溶液を用いて、純度試験（3）と同様の方法で、本品 0.25 g を溶かして 50 mL とした液に 10 g/dL ブドウ糖注射液を加えて 2 倍に薄め、体重 2.5 ~ 3.2 kg の家兎 3 匹に 1 日 1 回家兎体重 1 kg につき、その 6 mL を静脈内に注射するとき、注射後 72 時間以内にいずれも死亡しない。注射後 72 時間以内に死亡したものがあるときは、更に体重 2.7 ~ 3.0 kg の家兎 5 匹につき試験を繰り返し、72 時間以内にそのいずれもが生ずる。

抗原性試験 原料としてヒト以外の温血動物、ウシ、ウマ等の血液から本品を製造した場合は、次の抗原性試験を行う。前記毒性試験のために調製した本品の 0.5 % 溶液を用いて、その 0.25 mL ずつを体重約 250 g のモルモット 5 匹に、第 1 日目、第 3 日目及び第 5 日目にそれぞれ腹腔内注射して感作する。3 週間飼育後、前記本品の 0.5 % 溶液 0.5 mL を感作モルモットの静脈内又は心臓内に注射して、いずれのモルモットにも呼吸困難、虚脱又は致死等のショック症状を認めない。別に対照として、同数のモルモットに馬血清 0.10 mL ずつを、前記と同様に、3 回腹腔内に注射して感作し、3 週間飼育後、馬血清 0.20 mL を静脈内又は心臓内に注射するとき、モルモットの全数が、呼吸困難又は虚脱を示し、3 匹以上が死亡する。

貯法

保存条件 遮光して、空気を窒素（日局）で置換して保存する。

容器 密封容器。

109991

子ヒツジ胃粘膜抽出物

Lamb's Gastric Mucosa Extract

本品は子ヒツジの胃粘膜より抽出したもので、たん白消化力及び凝乳力の作用を有する。

本品は 1 mg 中たん白消化力 6.0 ~ 11.0 単位及び凝乳力 2.5 ~ 4.0 単位を含む。

性状 本品は灰黄白色～淡黄褐色の粉末で、特異なおいがあがり、味はわずかに塩味がある。

本品は水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品はやや吸湿性である。

確認試験

（1）本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、わずかに混濁して溶かした液に薄めた硫酸銅試液（1 10）0.2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

（2）本品 1 g に pH 8.5 のホウ酸・四ホウ酸ナトリウム緩衝液 12 mL を加え、よくかき混ぜた後、 4 ± 1 °C で 3 時間放置する。これを 10 分間遠心分離し、上澄液 1 mL をとり、pH 8.5 のホウ酸・四ホウ酸ナトリウム緩衝液を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び抗ヒツジ血清をあらかじめ 4 mm の間隔で直径 5 mm の 2 個の孔を開けたカンテングルに 25 μ L ずつを注入し、室温で 1 日放置するとき、試料溶液の孔と抗ヒツジ血清の孔との間に沈降線を認める。

純度試験

（1）変敗 本品は不快な又は変敗したにおいが無い。

（2）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（3）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（4）窒素含量 本品約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素（N：14.007）の量は、換算した乾燥物に対し、8.2 ~ 12.2 % である。

乾燥減量 5.0 % 以下（1 g、減圧、60 °C、3 時間）。

強熱残分 7.0 % 以下（1 g）。

たん白消化力

（1）トリクロル酢酸溶液 トリクロル酢酸 7.20 g を水に溶かし、100 mL とする。 30 ± 0.5 °C に加温して用いる。

（2）カゼイン溶液 あらかじめ乳製カゼインを粉末とし、デシケーター（シリカゲル）で恒量になるまで乾燥し、その 0.60 g を量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、10 ~ 15 分間放置した後、沸騰水浴上でかき混ぜながら水を徐々に加えて溶かし、40 mL とする。冷後、pH 2.0 の塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液 50 mL を加え、0.1 mol/L 塩酸試液で pH 2.0 に調整した後、水を加えて 100 mL とする。 30 ± 0.5 °C に加温して用いる。用時製する。

（3）チロジン標準液 チロジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その 0.100 g を正確に量り、水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 20 mL、30 mL、40 mL、50 mL 及び 60 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 100 mL とし、チロジン標準液とする。 30 ± 0.5 °C に加温して用いる。用時製する。

(4) 操作法 本品 0.3 g を精密に量り、pH 2.0 の塩酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加え、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、 30 ± 0.5 °C で 5 分間放置した後、あらかじめ 30 ± 0.5 °C に加温したカゼイン溶液 5.0 mL を加え、直ちに振り混ぜる。この液を 30 ± 0.5 °C で正確に 10 分間放置し、トリクロル酢酸溶液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、再び 30 ± 0.5 °C で 30 分間放置した後、ガラスろ過器 (G 3) を用いて吸引せずにろ過する。ろ液 2 mL を正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (3/50) 5.0 mL 及び薄めたフォリン試液 (1/3) 1.0 mL を加えて振り混ぜ、 30 ± 0.5 °C で 30 分間放置する。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_1 を測定する。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、トリクロル酢酸溶液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、次にカゼイン溶液 5.0 mL を加え、 30 ± 0.5 °C で 30 分間放置し、以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する。また、各濃度のチロジン標準液 2 mL ずつを正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (3/50) 5.0 mL 及び薄めたフォリン試液 (1/3) 1.0 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作して吸光度を測定して検量線を作成する。

たん白消化力 (単位/mg)

$$= \frac{1}{W} \times (A_1 - A_2) \times F \times \frac{11}{20}$$

F : チロジン検量線より求めた吸光度差が 1.000 のときのチロジン量 (μg)

W : 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (mg)

ただし、1 たん白消化力単位は、上記反応条件下で 1 分間に $1 \mu\text{g}$ のチロジンに相当する非たん白性のフォリン試液呈色物質を生成する酵素量とする。

凝乳力 本品 0.100 g に水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。試験管 (18 mm × 180 mm) に試料溶液 1 mL を正確に量り、 30 ± 0.5 °C に保つ。これにあらかじめ 30 ± 0.5 °C に加温した脱脂粉乳試液 10 mL を正確に加え、直ちによく振り混ぜ、 30 ± 0.5 °C に保ち、黒い背景で試験管の斜め上から光を照射しながら、試験管を傾け、緩く回転させて、管内壁に生じるフィルム中に白い凝固物を認めるに要する時間を測定する。

$$\text{凝乳力 (単位/mg)} = 25/T$$

T : 凝固に要した時間 (分)

ただし、1 凝乳力単位は、上記反応条件下で 1 分間に脱脂粉乳試液 1 mL を凝固する酵素量とする。

貯法

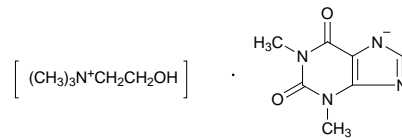
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

120025

コリンテオフィリン

Choline Theophylline



$\text{C}_9\text{H}_{14}\text{NO} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$: 283.33

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、テオフィリン ($\text{C}_7\text{H}_7\text{N}_4\text{O}_2$: 180.16) 61.7 ~ 65.5 % 及びコリン ($\text{C}_5\text{H}_{15}\text{NO}_2$: 121.18) 41.5 ~ 44.1 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかにアミン臭がある。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、アセトン、ジオキサン、エーテル、クロロホルム又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に塩酸 1 mL 及び塩素酸カリウム 0.1 g を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物をアンモニア蒸気にさらすとき、紫紅色を呈し、水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(2) 本品 0.5 g に水 2 mL を加えて溶かし、5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて加熱するとき、トリメチルアミンのようにおいを生じる。

(3) 定量法 (1) テオフィリンで得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

融点 $185 \sim 189$ °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水を加えて溶かし 10 mL とするとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液 1.0 mL に水を加えて 1000 mL とする。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、水 5 mL を加えて溶かし、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用アルミナ (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/水/氷酢酸混液 (4:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。また、この薄層板に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、10 分間放置した後、観察するとき、だいた

い色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) テオフィリン 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 6.5 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に、テオフィリン標準品約 0.14 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 6.5 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

テオフィリン ($C_8H_{10}N_4O_2$) の量 (mg)

$$= \text{テオフィリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2}$$

(2) コリン 本品約 0.2 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 10 mL を加えて加熱して溶かし、冷後、ジオキサン 10 mL を加えて、0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する (指示薬: チモールブルー試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

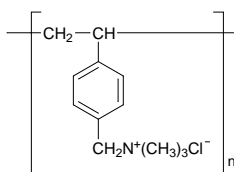
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 12.118 \text{ mg } C_5H_{15}NO_2$$

貯法 容器 気密容器。

108878

コレステラミン

Cholestyramine



本品を乾燥したものは定量するとき、塩素 (Cl : 35.45) 13.0 ~ 17.0 % を含み、また、その 1 g は 700 ~ 820 mg の 2 ナフトエ酸ナトリウム ($C_{11}H_7NaO$: 178.16) と交換する。

性状 本品は白色~微黄白色の粉末で、わずかな特異なおいがあり、味はない。本品は水、エタノール、クロロホルム又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に食用赤色 3 号溶液 (2 1000) 100 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過するとき、ろ液は無色~微赤色である。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて水浴上で加熱するとき、アミンのようにおいを発生し、そのガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウ

ム錠剤法により測定するとき、波数 3030 cm^{-1} , 1616 cm^{-1} , 1489 cm^{-1} 及び 828 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品 1 g に水 40 mL, 希硝酸 10 mL を加え、振り混ぜた後ろ過するとき、ろ液は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 0.5 g に水 50 mL を加え、かき混ぜながら 5 分間後に測定するとき、pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 溶出第四級アンモニウム塩 本品 2.0 g 及び水 10 mL をセルロース透析チューブに詰め、水 100 mL 中で 15 時間振り混ぜ、チューブ外液を減圧濃縮し、水を加えて正確に 20 mL とし試料溶液とする。別に塩化ベンジルトリメチルアンモニウム 5.0 mg を水に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 5 mL 及び標準溶液 5 mL にそれぞれエタノール 1 mL, 水酸化ナトリウム溶液 (2 50) 1 mL, メチルオレンジ試液 5 mL 及びククロホルム 20 mL を正確に加え、振り混ぜた後、ククロホルム層 15 mL を正確にとる。これに、薄めた塩酸 (1 100) 15 mL を正確に加えて振り混ぜる。これらの水層につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

乾燥減量 12.0 % 以下 (1 g, 減圧, 70 ℃, 16 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

定量法

本品約 0.16 g を精密に量り、水 30 mL 及び硝酸ナトリウム溶液 (17 200) 5 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 3.5453 \text{ mg Cl}$$

交換容量 本品約 0.1 g を精密に量り、水 40 mL 及び 2 ナフトエ酸ナトリウム標準液 10 mL を正確に加え、30 分間振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過し、試料溶液とする。別に 2 ナフトエ酸ナトリウム標準液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 328 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品 1 g 当たりと交換する 2 ナフトエ酸ナトリウム ($C_{11}H_7NaO$) の量 (mg)

$$= \frac{C}{W} \times \left(1 - \frac{A_T}{2 A_S}\right) \times 10$$

W : 乾燥物に換算した試料の採取量 (g)

C : 2 ナフトエ酸ナトリウム溶液の濃度 (mg/mL)

貯法 容器 気密容器。

004805

コンドロイチン硫酸ナトリウム

Sodium Chondroitin Sulfate

本品はほ乳動物又は魚類の軟骨から抽出したもので、コンドロイチン硫酸のナトリウム塩である。

本品を乾燥したものは定量するとき、窒素(N:14.01) 2.5 ~ 3.8% 及びイオウ(S:32.07) 5.5 ~ 7.5% を含む。

性状 本品は白色～微黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおい及び味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1/100)のpHは5.5 ~ 7.5である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1/1000)1 mL に硫酸 6 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、カルバゾール試液 0.2 mL を加えて放置するとき、赤色～赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1/100)5 mL にアクリノール溶液(1/100)1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1/100)5 mL に塩酸 1 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、この液は硫酸塩の定性反応(1)を呈する。

(4) 本品の水溶液(1/100)はナトリウム塩の定性反応(1)を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品約 0.01 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に塩化物標準液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、塩化物のピーク面積 A_T 及び A_S を求める(0.142% 以下)。

$$\text{塩化物(Cl)の量(\%)} = \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径約 4 mm、長さ 25 cm のプラスチック管に 10 ~ 25 μ m の液体クロマトグラフ用ラテックス型陰イオン交換樹脂を充てんする。なお、必要があればガードカラムを用いることができる。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.2 mol/L 炭酸ナトリウム試液 9 mL 及び 0.1 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 17 mL をとり、水を加えて 1000 mL とする。

流量：塩化物イオンの保持時間が約 2 分となるように調整する。

カラムの選定：塩化ナトリウムを 500 ~ 600 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し、その 1.649 g を正確に量り、硫酸ナトリウムを 110 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その 2.958 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化物、硫酸塩の順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

のを用いる。

(3) 硫酸塩 塩化物の項で得た試料溶液を試料溶液とする。別に硫酸塩標準液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、硫酸塩のピーク面積 A_T 及び A_S を求める(0.24% 以下)。

$$\text{硫酸塩(SO}_4\text{)の量(\%)} = \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相は塩化物の項の操作条件を準用する。

流量：硫酸イオンの保持時間が約 8 分となるように調整する。

カラムの選定：塩化ナトリウムを 500 ~ 600 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し、その 1.649 g を正確に量り、硫酸ナトリウムを 110 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その 2.958 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、塩化物、硫酸塩の順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液に鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B 用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 10.0% 以下(1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 23.0 ~ 31.0% (1 g, 乾燥後)。

定量法

(1) 窒素 本品を乾燥し、その約 0.10 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.14007 \text{ mg N}$$

(2) イオウ 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、過酸化水素試液 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により試験を行う。ただし(2)燃焼法中、時々振り混ぜながら 30 分間放置した後、吸収液を他のフラスコに移し、メタノール 15 mL の代わりに水 15 mL を用い、C、B 及び A の内壁を洗い、洗液は吸収液と合わせ、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に試料を用いないで同様に操作し、空試験液を調製する。試料溶液 10 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩化バリウム液 5 mL を正確に加え、水浴中で 25 分間加熱する。冷後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えて中和し、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定し、その値を a mL とする(指示薬：液状ユニバーサル BT 0.3 mL)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。別に試料溶液 10 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩化バリウム液の代わりに水 5 mL を加え、同様に操作し、その値を b mL とする。空試験液につき同様に操作し、それぞれの値を AmL 及び B mL とする。

イオウの量 (%)

$$= \frac{[(A - B) - (a - b)] \times 0.3206 \times 5}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

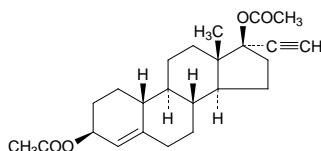
0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.32065 mg S

貯法 容器 気密容器。

005000

酢酸エチノジオール

Ethinodiol Diacetate



$C_{24}H_{32}O_4$: 384.51

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸エチノジオール ($C_{24}H_{32}O_4$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はテトラヒドロフラン又はクロロホルムに極めて溶けやすく、エーテルに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、うすい紫色に変わり、徐々に退色する。

(2) 本品 0.04 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 5000) 50 mL に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、水浴上で 10 分間穏やかに煮沸した後、室温まで冷却し、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とした液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3310 cm^{-1} 、 1750 cm^{-1} 、 1738 cm^{-1} 、 1367 cm^{-1} 、 1251 cm^{-1} 、 1226 cm^{-1} 、 1026 cm^{-1} 及び 1014 cm^{-1} 付近に吸収を認める。もし、これらの吸収に差を認めるときは、本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -70.0 ~ -76.0° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 126 ~ 132 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.050 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 nm における吸光度は、0.50 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。
強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、テトラヒドロフラン 40 mL を加えて溶かし、硝酸銀溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 38.451 mg $C_{24}H_{32}O_4$

貯法 容器 気密容器。

102584

酢酸ゴナドレリン

Gonadorelin Acetate

5-oxoPro - His - Trp - Ser - Tyr - Gly - Leu - Arg - Pro - Gly - NH₂ · 2CH₃COOH

$C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$ · 2CH₃COOH : 1302.39

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、酢酸ゴナドレリン ($C_{55}H_{75}N_{17}O_{13}$ · 2CH₃COOH) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄色の粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。

本品は水、メタノール又は氷酢酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 5 mg に水 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL に pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、5 °C で 15 分間放置する。この液に *p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルボレート溶液 (1 : 2000) 4 mL を加え、直ちに水酸化ナトリウム溶液 (8.6 : 1000) 1 mL を加えるとき、液は赤だいたい色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 1 mL に酢酸ゴナドレリン用 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 1 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) (1) の試料溶液 4 mL をとり、5 °C で 15 分間放置する。この液に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 1 mL 及び α -ナフトール溶液 (1 : 5000) 1 mL を加えてよく振り混ぜ、4 分間放置した後、次亜臭素酸ナトリウム試液 0.2 mL を加え、直ちに強く振り混ぜ、次いで尿素溶液 (2 : 5) 1 mL を加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(4) 本品 0.02 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(5) 本品 0.02 g に無水エタノール 0.5 mL 及び硫酸 1 mL を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。
旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -53.0 ~ -57.0° (脱水物に換算して 0.10 g, 薄めた氷酢酸溶液 (1 : 100), 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 4.8 ~ 5.8 である。

構成アミノ酸 本品 0.010 g を加水分解用硬質試験管にとり、塩酸 0.5 mL 及びチオグリコール酸溶液 (2 25) 0.5 mL を加えて溶かし、試験管の上部を融封し、110 °C で 5 時間加熱する。冷後、開封し、加水分解液をピーカーに移し、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 0.02 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液及びアミノ酸分析用標準溶液 50 µL ずつを正確にとり、次の条件でアミノ酸クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液から得たクロマトグラムは標準溶液に対応するピークを示す。また、試料溶液のアミノ酸のモル比は、L アルギニンを 1.0 とするとき、L セリン及び L トリプトファンは 0.7 ~ 1.0、L プロリンは 0.8 ~ 1.2、L グルタミン酸、L ロイシン、L チロジン及び L ヒスチジンは 0.9 ~ 1.1、アミノ酢酸は 1.8 ~ 2.2 である。

操作条件

検出器：可視吸光度計〔測定波長：440 nm (L プロリン) 及び 570 nm (L プロリン以外のアミノ酸)〕

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 µm のポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフ用ナトリウム型強酸性陽イオン交換樹脂を充てんする。

カラム温度：53 °C 付近の一定温度

移動相及び標準的送液時間：次の各 pH のクエン酸塩緩衝液

緩衝液	pH	標準的送液時間
A	3.1	開始 ~ 6 分
B	3.1	6 ~ 19 分
C	4.3	19 ~ 53 分
D	4.9	53 ~ 101 分

緩衝液の組成

	A	B	C	D
クエン酸ナトリウム	7.74 g	7.74 g	14.71 g	26.67 g
塩化ナトリウム	7.07 g	7.07 g	2.92 g	54.35 g
クエン酸	21.00 g	21.00 g	10.50 g	6.10 g
無水エタノール	130 mL	20 mL	—	—
ベンジルアルコール	—	—	3 mL	10 mL
チオジグリコール	5 mL	5 mL	5 mL	—
ポリオキシエチレンラウリルアルコールのエーテル溶液 (1 4)	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
精製水	適量	適量	適量	適量
全量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相流量：毎時約 13.5 mL の一定量

反応試薬：無水酢酸ナトリウム 82 g を水 150 mL に溶かし、氷酢酸 25 mL 及び水を加えて 250 mL とする。これにメチルセロソルブ 750 mL を加え、かき混ぜながら窒素を 20 分間通す。次にニンヒドリン 20 g を

加え、同様に操作する。更に塩化第一スズ 0.38 g を加え、同様に操作する。

反応試薬流量：毎時約 18 mL の一定量

化学反応槽の温度：98 °C 付近の一定温度

カラムの選定：各アミノ酸のピークが分離するカラムを用いる。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 350 nm における吸光度は、0.10 以下である。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のゴナドレリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のゴナドレリンのピーク面積の 3/5 より大きくない。

操作条件 検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 10 µL から得たゴナドレリンのピーク高さが 10 ~ 20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：水及び酢酸に起因するピークの後からゴナドレリンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

水分 8.0 % 以下 (0.15 g)。

強熱残分 0.20 % 以下 (0.1 g、容量滴定法、直接滴定)。

定量法 本品及び酢酸ゴナドレリン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.04 g ずつを精密に量り、それぞれを薄めた氷酢酸 (1 1000) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 25 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するゴナドレリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

酢酸ゴナドレリン ($C_{55}H_{75}N_{17}O_{13} \cdot 2CH_3COOH$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した酢酸ゴナドレリン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フェナセチンの水/アセトニトリル混液 (3 : 2) 溶液 (1 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 µm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム液/アセトニトリル混液 (90 : 10)

流量：ゴナドレリンの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 µL につき、上記の条件で操作するとき、ゴナドレリン、内標準物質の順に溶出し、

その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯 法

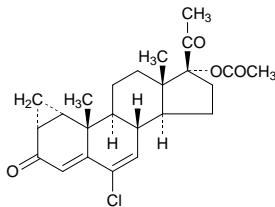
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

108153

酢酸シプロテロン

Cyproterone Acetate



$C_{24}H_{29}ClO_4$: 416.94

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸シプロテロン ($C_{24}H_{29}ClO_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、アセトンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 mg を硫酸 1 mL に溶かし、水浴上で 2 分間加熱するとき、液は濃赤色を呈する。冷後、この液に注意して水 3 mL を加えるとき、液は暗青色を呈する。この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、だいたい色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.05 g を水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL に溶かし、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品及び酢酸シプロテロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +147 ~ +153 ° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融 点 208 ~ 212 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.40 g をアセトン 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.026 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする。この液 1

mL 及び 2 mL をそれぞれ正確に量り、それぞれにクロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くなく、総量は 1 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定 量 法 本品及び酢酸シプロテロン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 282 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酢酸シプロテロン ($C_{24}H_{29}ClO_4$) の量 (mg)

$$= \text{酢酸シプロテロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法 容 器 気密容器。

107232

酢酸テオフィリンナトリウム

Theophylline Sodium Acetate

テオフィロール

本品はテオフィリンナトリウム及び酢酸ナトリウムのほぼ等モルからなる含水混合物である。

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、テオフィリン ($C_7H_8N_2O_2$: 180.16) として 60.0 ~ 70.0 % を含む。

性 状 本品は白色の粉末で、においはないが、又はわずかに酢酸臭がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) はアルカリ性である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 30 mL を加えて溶かし、希硫酸 2 mL を加えるとき、徐々に沈殿を生じる。沈殿をろ取し〔ろ液は (3) に用いる〕、水から再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 269 ~ 274 °C である。

(2) (1) の結晶 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき消える。

(3) (1) のろ液は酢酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

(4) 本品を加熱するとき、白煙を発する。更に強熱し、この残留物に塩酸を加えるとき、泡立ち、また、この液はナト

リウム塩の定性反応(1)を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に水 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL を加える(0.025 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(15 ppm 以下)。

水分 16.0 % 以下(0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、水 50 mL 及びアンモニア試液 4 mL を加えて、水浴上で穏やかに加温して溶かす。次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え、水浴上で 15 分間加温した後、5 ~ 10 °C で 20 分間放置し、沈殿を吸引し、水 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液はろ液に合わせ、希硝酸を加えて中性とし、更に希硝酸 3 mL を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する(指示薬: 硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

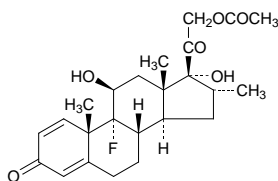
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 18.016 mg $C_{24}H_{31}FO_6$

貯法 容器 気密容器。

101740

酢酸デキサメタゾン

Dexamethasone Acetate



$C_{24}H_{31}FO_6$: 434.50 (無水物)

$C_{24}H_{31}FO_6 \cdot H_2O$: 452.51 (一水和物)

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸デキサメタゾン($C_{24}H_{31}FO_6$) 96.0 ~ 104.0 % を含み、また、フッ素(F: 19.00) 4.0 ~ 4.8 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又はジオキササンにやや溶けやすく、エタノール、アセトン又はクロロホルムにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 230 °C (分解・乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 4 mg にエタノール 20 mL を加えて溶かし、2, 6 ジ第三ブチル p クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2

mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸(2 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(4) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(5) 本品 1.0 mg にエタノール 10.0 mL を加えて溶かし、この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジン試液 10.0 mL を加え、振り混ぜた後、60 °C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、この液につき、エタノール 2.0 mL を同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 420 ~ 426 nm に吸収の極大を示し、その吸光度は 0.38 以上である。

(6) 本品のメタノール溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 (α_D^{20}): +83 ~ +89° (乾燥後, 0.1 g, ジオキササン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 20) 10.0 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 5.0 mL をとり、20 mL のメスフラスコに入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液の混液(1:1:1) 10 mL を加え、水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液の混液(1:1:1) 10 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液(1 20) 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、以下標準溶液と同様に操作し、空試験溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照として波長 600 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない(0.012 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(30 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液(3:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(無水物)又は 3.5 ~ 4.5 % (一水和

物)(1 g, 減圧, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g, 白金るつぼ)。

定量法

(1) 酢酸デキサメタゾン 本品を乾燥し, その約 0.01 g を精密に量り, メタノールを加えて溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 239 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

酢酸デキサメタゾン ($C_{24}H_{31}FO_6$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{354} \times 10000$$

(2) フッ素 本品を乾燥し, その約 8 mg を精密に量り, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107208

酢酸テトラコサクチド

Tetracosactide Acetate

Ser - Tyr - Ser - Met - Glu - His - Phe - Arg - Trp - Gly - Lys - Pro - Val -
Gly - Lys - Lys - Arg - Arg - Pro - Val - Lys - Val - Tyr - Pro - 6CH₃COOH

$C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S \cdot 6CH_3COOH$: 3293.75

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, 酢酸テトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S \cdot 6CH_3COOH$) 80.0 ~ 103.0 % [テトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$) : 2933.44] として 71.2 ~ 91.8 %] を含む。

性状 本品は白色~微黄色の粉末又は薄片で, においはないか, 又は, わずかに酢酸臭がある。

本品は水又は酢酸に溶けやすい。

確認試験

(1) 本品 1 mg 及び酢酸テトラコサクチド標準品 1 mg をとり, それぞれに薄めた氷酢酸 (1 : 1.25) 0.2 mL ずつを加えて溶かし, 試料溶液及び標準溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μ L ずつを, 薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水/ピリジン/ n ブタノール/ n アミルアルコール/メチルエチルケトン/氷酢酸/ギ酸混液 (25 : 25 : 20 : 15 : 10 : 3 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これを 120 °C で 15 分間加熱し, 冷後, カドミウム・ニンヒドリン試液を噴霧し, 更に 120 °C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得たスポットは単一で, 標準溶液から得たスポットの R_f 値と等しい。

(2) 吸光度の試料溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 274 ~ 279 nm に吸収の極大を示し, 波長 247 ~ 251 nm に吸収の極小を示す。また吸収の極大波長及び極小波長における吸光度を A_1

及び A_2 とするとき A_1/A_2 は 2.4 ~ 2.9 である。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (276 nm): 25.5 ~ 29.0 (テトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$) として) (0.025 g, 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -99 ~ -109° (テトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$) として) (0.05 g, 薄めた氷酢酸 (1 : 100), 5 mL, 100 mm)。

構成アミノ酸 本品の換算した脱水物約 0.01 g を精密に量り, 硬質試験管に入れ, アミノ酸分析用塩酸 1 mL を加えて溶かし, ドライアイスアセトン浴で凍結し, 減圧下 (0.13 kPa) で融封した後, 110 ± 2 °C で 24 時間加熱する。冷後開封し, 減圧下で蒸発乾固する。残留物に pH 2.2 のクエン酸緩衝液 3 mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液とする。試料溶液及び酢酸テトラコサクチド用混合アミノ酸標準液それぞれ 0.5 mL ずつを正確に量り, アミノ酸自動分析計を用いて試験を行い比較するとき, 試料溶液から得たクロマトグラムには 11 種のアミノ酸のピークを認める。また, バリンの値を 3.0 としてモル比を求めるとき, グルタミン酸, ヒスチジン, フェニルアラニン及びメチオニンは約 1, グリシン, セリン及びチロジンは約 2, アルギニン及びプロリンは約 3, リジンは約 4 である。

酢酸 8 ~ 13 % 本品約 0.01 g を精密に量り, ジオキサン溶液 (1 : 1000) 1 mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液とする。別に, 氷酢酸約 1 g を精密に量り, ジオキサン溶液 (1 : 1000) を加えて溶かし, 正確に 1000 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μ L ずつをガスクロマトグラフ用マイクロシリジンをを用いて量り, 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い, 試料溶液及び標準溶液から得られたそれぞれのジオキサンのピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき, $Q_T/Q_S \times 10$ は 8 ~ 13 である。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 ~ 4 mm, 長さ 2 m のカラムに 80 ~ 100 又は 100 ~ 120 メッシュの多孔ポリマービーズを充てんする。

カラム温度: 190 °C 付近の一定温度

注入部温度: 200 °C 付近の一定温度

検出器温度: 200 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 毎分約 60 mL になるように調整する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.015 g に水 1 mL を加えて溶かすとき, 液は無色~微黄色澄明である。

(2) 他のペプチド 本品の換算した脱水物 8 mg に水 1 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。別に酢酸テトラコサクチド標準品の換算した脱水物 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし, 比較溶液とする。セルロースアセテート膜を長さ 11.5 cm, 幅 5 cm に切り, 陽極側のホルムアミド・ピリジン緩衝液が浸る位置から中央側に 1 cm の所に線を引き原線とする。これをホルムアミド・ピリジン緩衝液に浸し, ろ紙の間にはさんで軽く押えた後, セルロースアセテート膜電気泳動装置の支持台の上に固定する。試料溶液及び比較溶液のそれぞれ 1 μ L ずつを適当な間隔で原線にスポットし,

泳動槽を 5 ℃ に保持しながら 1 cm あたり 17 ボルトで 1 時間泳動した後、セルロースアセテート膜を風乾する。これを電気泳動用染色液に 5 分間浸し、リン酸溶液 (3 50) 中でできるだけ色が薄くなるまで洗い、更に水で洗う。試料溶液から得た主なスポット以外のスポットは、比較溶液から得た主なスポット以外の対応するスポットより濃くない。

(3) スルホキシド 共栓三角フラスコにヨウ化カリウム溶液 (1 20) 0.5 mL を入れ、窒素ガスで置換する。塩酸 3 mL を加えて混和し、窒素ガスで置換して時々振り混ぜながら 15 分間放置する。四塩化炭素 5 mL を加えて激しく振り混ぜ、水 30 mL を加えて再び激しく振り混ぜ、更に栓及び器壁を水 20 mL で洗い、0 ℃ に冷却する。2 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、炭酸水素ナトリウム溶液 (2 25) を用いて pH 7 ~ 8 に調整した後、直ちに 0.002 mol/L 亜ヒ酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。この空試験を 6 回以上繰り返し、平均値と最高値との差が 0.2 mL 以下であることを確認する。次に本品 0.05 g を精密に量り、共栓三角フラスコに入れ、ヨウ化カリウム溶液 (1 20) 0.5 mL を加え、窒素ガスで置換する。以下空試験と同様に操作し、空試験値の最高値より 0.7 mL 多い量の 0.002 mol/L 亜ヒ酸ナトリウム液を加えるとき、液の色は消失する。

水分 5 ~ 16 % (0.05 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 2.0 % 以下 (0.1 g)。

生物活性試験

- (1) 試験動物 体重 200 ~ 300 g の健康なウイスター系雄ラットを用いる。
- (2) 希釈液 ウシ血清アルブミン 0.50 g に塩化ナトリウム溶液 (9 1000) を加えて溶かし、100 mL とした後、1 mol/L 塩酸試液で pH を 2.9 に調整する。
- (3) KRBG 緩衝液 塩化ナトリウム溶液 (9 100) 40 mL に塩化カリウム溶液 (0.23 4) 3.2 mL, 塩化カルシウム溶液 (2.3 50) 2.4 mL, リン酸二水素ナトリウム溶液 (3.9 25) 0.8 mL, 塩化マグネシウム溶液 (16.7 50) 0.8 mL 及び水 388 mL を加えてよく混和する。この液 84 mL をとり、水 16 mL, ブドウ糖 0.2 g 及び炭酸水素ナトリウム 0.21 g を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液で pH を 7.4 に調整する。
- (4) トリプシン溶液 トリプシン 0.25 g 及びウシ血清アルブミン 0.30 g に KRBG 緩衝液を加えて溶かし、100 mL とする。用時製する。
- (5) 洗浄液 ウシ血清アルブミン 0.30 g に KRBG 緩衝液を加えて溶かし、100 mL とする。用時製する。
- (6) トリプシンインヒビター溶液 トリプシンインヒビター 0.10 g 及びウシ血清アルブミン 0.50 g に KRBG 緩衝液を加えて溶かし、100 mL とする。用時製する。
- (7) 標準溶液 酢酸テトラコサクチド標準品のテトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$) 約 0.25 mg に対応する量を精密に量り、希釈液を加えて溶かし、その 1 mL 中に正確に 5,000 ng, 2,500 ng, 1,250 ng 及び 0.625 ng を含むように調製し、それぞれ標準溶液 S_1, S_2, S_3 及び S_4 とする。
- (8) 試料溶液 本品のテトラコサクチド ($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S$) 約 1 mg に対応する量を精密に量り、希釈液を加えて溶かし、その 1 mL 中に正確に 5,000 ng, 2,500 ng, 1,250

ng 及び 0.625 ng を含むように調製し、それぞれ試料溶液 T_1, T_2, T_3 及び T_4 とする。

(9) コルチコステロン標準溶液 コルチコステロン約 0.01 g を精密に量り、エタノールを加えて正確に 1000 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、コルチコステロン標準溶液とする。

(10) 副腎細胞液 使用するガラス器具類はすべてシリコン処理し、使用前に水でじゅうぶんに洗浄したものをを用いる。適当数の試験動物を、刺激を与えないようにして手早く断頭し、直ちに左右の副腎を摘出し、付着している脂肪組織を去除く。副腎は質量を量った後、それぞれ四つ切りとし、50 mL のフラスコに入れ、トリプシン溶液を副腎 0.020 ~ 0.025 g につき 1 mL の割合で加え、プラスチック被覆された回転子を入れ、酸素/二酸化炭素混合ガス (19 : 1) 気流中 35 ℃ で 10 分間穏やかにかき混ぜる。上澄液を捨て、新たに前記と同容量のトリプシン溶液を加えて 15 分間同様に操作した後、上澄液を 80 メッシュのふるいをを用いてろ過し、フラスコには同量の洗浄液を加えて振り混ぜた後、同様に操作する。この操作を副腎切片が白色になるまで繰り返し、ろ液はそのつど遠心分離し、上澄液を捨て、沈殿した副腎細胞をトリプシンインヒビター溶液中に懸濁して保存する。用時、この液の適量を取り、トリプシンインヒビター溶液を加えて 1 mL あたり約 4×10^6 個の細胞を含むように調製し、副腎細胞液とする。

(11) 操作法 標準溶液 S_1, S_2, S_3, S_4 及び試料溶液 T_1, T_2, T_3, T_4 それぞれ 0.1 mL ずつをシリコン処理した遠心沈殿管に正確に量り、それぞれに副腎細胞液 0.90 mL を加えて混和し、酸素/二酸化炭素混合ガス (19 : 1) で置換し、シリコン栓で密封し、37 ℃ で 2 時間振り混ぜる。以後の操作はすべて 4 ℃ で行う。この液に n ヘキサン 3 mL を加えて 10 秒間振り混ぜた後、遠心分離し、上層を捨てる。次にジクロルメタン 3.50 mL を加えて 20 秒間振り混ぜた後、遠心分離し、上層を捨てる。更に希水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて 5 秒間振り混ぜた後、遠心分離し、上層を捨てる。ジクロルメタン層 2 mL を別の遠心沈殿管に正確に量り、硫酸/エタノール混液 (7 : 3) 2.50 mL を加えて 10 秒間振り混ぜた後遠心分離し、下層をとり、室温で約 30 分間放置し、各種濃度の標準溶液及び試料溶液から得た各種濃度の測定用標準溶液及び測定用試料溶液とする。別にコルチコステロン標準溶液及び水それぞれ 1 mL ずつをシリコン処理した遠心沈殿管に正確に量り、 n ヘキサン 3 mL を加え、以下同様に操作して得た液をそれぞれ測定用コルチコステロン標準溶液及び空試験液とする。各種濃度の測定用標準溶液、各種濃度の測定用試料溶液、測定用コルチコステロン標準溶液及び空試験液につき、蛍光光度法により試験を行い、励起波長 436 nm 又は 470 nm, 蛍光波長 535 nm における相対蛍光の強さ F_S, F_T, F_C 及び F_0 を測定する。各種濃度の標準溶液又は試料溶液によって生成したコルチコステロンの量 (mg)

$$= \text{コルチコステロンの量 (mg)} \times \frac{F - F_0}{F_C - F_0} \times 25$$

$F : F_S$ 又は F_T

(12) 計算法 各種濃度の標準溶液及び試料溶液につき、それぞれ 3 回のコルチコステロンの量の平均値を y_{S1}, y_{S2}, y_{S3} ,

y_{S4} 及び $y_{T1}, y_{T2}, y_{T3}, y_{T4}$ とし、各種濃度の標準溶液及び試料溶液の濃度の常用対数値を $x_{S1}, x_{S2}, x_{S3}, x_{S4}$ 及び $x_{T1}, x_{T2}, x_{T3}, x_{T4}$ とするとき、次式によって計算された相対力価 (%) は 80 % 以上である。

本品の相対力価 (%) = $\text{antilog } M \times 100$

$$M = x_S - x_T - \frac{y_S - y_T}{b}$$

ただし、次式により F 及び λ を計算するとき、 F が 7.71 を、また、 λ が 0.15 を超えてはならない。

$$F = \frac{S_{DP}}{S^2}, \lambda = \frac{S}{b}$$

$$b = \frac{S_{xy_S} + S_{xy_T}}{S_{xx_S} + S_{xx_T}}$$

$$S^2 = [S_{yy_S} - \frac{(S_{xy_S})^2}{S_{xx_S}} + S_{yy_T} - \frac{(S_{xy_T})^2}{S_{xx_T}}] \times \frac{1}{4}$$

$$S_{DP} = \frac{(S_{xy_S})^2}{S_{xx_S}} + \frac{(S_{xy_T})^2}{S_{xx_T}} - \frac{(S_{xy_S} + S_{xy_T})^2}{S_{xx_S} + S_{xx_T}}$$

また、 $x_S, x_T, y_S, y_T, S_{xy_S}, S_{xy_T}, S_{xx_S}, S_{xx_T}, S_{yy_S}$ 及び S_{yy_T} はそれぞれ以下の式に従って計算する。

$$\bar{x} = \frac{X}{4} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4}{4}$$

$$\bar{y} = \frac{Y}{4} = \frac{y_1 + y_2 + y_3 + y_4}{4}$$

$$S_{xy} = x_1y_1 + x_2y_2 + x_3y_3 + x_4y_4 - \frac{XY}{4}$$

$$S_{xx} = x_1^2 + x_2^2 + x_3^2 + x_4^2 - \frac{X^2}{4}$$

$$S_{yy} = y_1^2 + y_2^2 + y_3^2 + y_4^2 - \frac{Y^2}{4}$$

定量法 本品及び酢酸テトラコサクチド標準品（あらかじめ本品と同様の方法で水分及び酢酸含量を測定しておく）約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれ水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L をとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれのピーク高さ H_T 及び H_S を求める。

酢酸テトラコサクチド

($C_{136}H_{210}N_{40}O_{31}S \cdot 6CH_3COOH$) の量 (mg)

= テトラコサクチドに換算した

酢酸テトラコサクチド標準品の量 (mg)

$$\times \frac{H_T}{H_S} \times 1.123$$

操作条件

検出器：紫外外部吸収検出器 (280 nm)

カラム：内径約 2.1 mm、長さ 0.5 ~ 1 m のステンレスカラムに陰イオン交換固定相を附着した表面多孔性ガラスビーズを充てんする。

カラム温度：室温

移動相及び流量：リン酸二水素カリウム 2.72 g 及び無水硫酸ナトリウム 102.07 g に水を加えて溶かし、1000 mL とする。毎分 0.45 ~ 0.55 mL の間の一定量。

前処理操作：本品 0.02 g に水を加えて溶かし 5 mL とする。この液に移動相溶液を加えて 200 mL とした後、分離管を通す。次いで薄めた氷酢酸 (1 : 10) 300 mL

を同様に分離管を通し洗浄する。

貯法

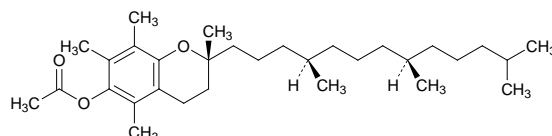
保存条件 冷所に保存する。

容器 気密容器。

110650

酢酸 $d\alpha$ トコフェロール

$d\alpha$ Tocopherol Acetate



$C_{31}H_{52}O_3$: 472.74

本品は定量するとき、酢酸 $d\alpha$ トコフェロール ($C_{31}H_{52}O_3$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は無色～黄色澄明の粘性の液で、冷却するとき固化することがあり、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はエタノール (99.5) 又はヘキサノールと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は空気及び光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、75 $^{\circ}$ C で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいたい色を呈する。

(2) 本品及び酢酸 $d\alpha$ トコフェロール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (284 nm): 41.0 ~ 45.0 (0.01 g, エタノール (99.5), 100 mL)。

屈折率 n_D^{20} : 1.494 ~ 1.499

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ ($d\alpha$ トコフェロール換算値): +24 $^{\circ}$ 以上

本品約 0.22 g をナスフラスコに精密に量り、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 : 50) 50 mL を加えて溶かし、還流冷却器を付けて 3 時間還流する。冷後、水 100 mL を加え、ジエチルエーテル 50 mL ずつで 3 回抽出する。ジエチルエーテル層を分液漏斗に合わせ、水 50 mL を加え、静かに 2 ~ 3 回倒立した後、静置し、分離した水層を除く。更に水 50 mL ずつで、回の進むにつれて次第に強く振り、3 回洗う。水層を除き、ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウムを 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かした液 (1 : 10) 40 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を除く。ジエチルエーテル層を水 50 mL ずつで 4 回洗った後、三角フラスコに移す。分液漏斗はジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナスフラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をナスフラスコに合わせ、約 40 $^{\circ}$ C の水浴中でロータリーエバポレ

ーターを用いて、減圧下、液量が 7 ~ 8 mL になるまで濃縮する。その後、熱を加えずに減圧下、溶媒を留去し、残留物に直ちにイソオクタン 10 mL を正確に加えて溶かす。この液につき、旋光度測定法により試験を行い、層長 100 mm で測定する。

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{1000 \times}{W \times P \times 0.911}$$

：偏向面を回転した角度（°）

W：試料の採取量（g）

P：試料中の酢酸 $d\alpha$ トコフェロールの含量（%）

0.911： $d\alpha$ トコフェロール換算の係数

比重 d_4^{20} ：0.952 ~ 0.966

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(3) α トコフェロール 本品 0.10 g をとり、ヘキサソに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品 0.050 g をとり、ヘキサソに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサソを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 500）を均等に噴霧した後、更に 2,2-ピピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 200）を均等に噴霧して 2 ~ 3 分間放置するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより大きくなく、かつ濃くない。

定量法 本品及び酢酸トコフェロール標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール（99.5）に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液の酢酸 $d\alpha$ トコフェロール及び標準溶液の酢酸トコフェロールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する。

酢酸 $d\alpha$ トコフェロール（ $C_{31}H_{52}O_3$ ）の量（mg）

$$= \text{酢酸トコフェロール標準品の量（mg）} \times \frac{H_T}{H_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：284 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °C 付近の一定温度

移動相：薄めたメタノール（49 50）

流量：酢酸トコフェロールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール（99.5）50 mL に溶かす。この液 20 μ L につ

き、上記の条件で操作するとき、トコフェロール、本品の順に溶出し、その分離度が 2.6 以上のものを用いる。試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、酢酸トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

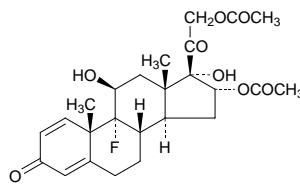
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107422

酢酸トリアムシノロン

Triamcinolone Diacetate



$C_{25}H_{31}FO_8$ ：478.51

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酢酸トリアムシノロン（ $C_{25}H_{31}FO_8$ ）96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又はジオキサンにやや溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1.5 mg にエタノール 40 mL を加えて溶かし、2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾールのエタノール溶液（1 100）5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 20）5 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 50 分間加熱するとき、淡赤褐色～淡赤紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液（1 10000）2 mL を共栓試験管にとり、塩酸フェニルヒドラジン試液 10 mL を加え、60 °C の水浴中で 20 分間加熱するとき、液は黄色を呈する。

(3) 無水クロム酸の飽和硫酸溶液 0.5 mL を直径約 6 mm、長さ約 50 mm の試験管に入れ、水浴上で 5 分間加熱するとき、溶液は直ちに管壁をぬらし、油脂状ではない。これに本品 2 ~ 3 mg を加え、再び水浴上で 5 分間加熱するとき、液は管壁をぬらさない。また、容易に管から流出しない。

(4) 本品の無水エタノール溶液（1 50000）につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 nm 付近に吸収の極大を示す。

(5) 本品及び酢酸トリアムシノロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと酢酸トリアムシノロン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もしこれらのスペクトルに差を認めるときは、本品及び酢酸トリアムシノロン標準品をメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (238 nm)：308 ~ 332（乾燥後、3 mg、無水エタノール、100 mL）。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (25 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.025 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、赤紫色の単一スポットを認めるか、異種スポットを認めても標準溶液のスポットより濃くない。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 60 $^{\circ}$ C, 減圧, 3 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び酢酸トリアムシノロン標準品それぞれ 0.025 g を精密に量り、クロロホルム 150 mL を加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて正確に 250 mL とする。それぞれの液 10 mL ずつを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及びクロロホルム 15 mL ずつを正確に量り、それぞれ 25 mL の褐色メスフラスコに入れ、それぞれに正確にブルーテトラゾリウム試液 1 mL ずつを加えて混和し、2 分間間隔で正確にテトラメチルアンモニウムヒドロキシドエタノール試液 1 mL ずつを加え、直ちにエタノールを加えて正確に 25 mL とする。テトラメチルアンモニウムヒドロキシドエタノール試液を加えてから 15 分間後に、それぞれの液につき、クロロホルム/エタノール混液 (3:2) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_B を測定する。

酢酸トリアムシノロン ($C_{25}H_{31}FO_8$) の量 (mg)

$$= \text{酢酸トリアムシノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B}$$

貯法

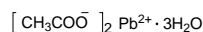
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

001264

酢酸鉛

Lead Acetate



$C_4H_6O_4Pb \cdot 3H_2O$: 379.33

本品は定量するとき、酢酸鉛 ($C_4H_6O_4Pb \cdot 3H_2O$) 99.5 ~ 102.5 % を含む。

性状

本品は光沢のある無色の結晶又は白色の結晶性の塊で、わずかに酢酸のにおいがある。

本品は水又はグリセリンに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくい。

本品の水溶液 (1:5) の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

本品は空気中で風解しやすく、二酸化炭素を吸収して、水に澄明に溶けなくなる。

確認試験

本品の水溶液 (1:10) は鉛塩及び酢酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に新たに煮沸し、冷却した水 10 mL 及び酢酸 0.1 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 銅又は鉄 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、フェロシアン化カリウム試液 3 mL を加えるとき、生じた沈殿は赤褐色又は青緑色を呈しない。

(3) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g を水 100 mL 及び氷酢酸 1 mL に溶かし、硫化水素を通じて沈殿を完結させ、ろ過する。初めのろ液 25 mL を除き、次のろ液 50 mL を正確に量り、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、更に強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

定量法

本品約 0.8 g を精密に量り、水 100 mL 及び氷酢酸 2 mL に溶かし、ヘキサミン 5 g を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 3 滴)、ただし、滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

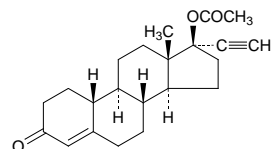
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 18.967 mg $C_{22}H_{26}O_3 \cdot Pb \cdot 3H_2O$

貯法 容器 気密容器。

104649

酢酸ノルエチステロン

Norethisterone Acetate



$C_{22}H_{26}O_3$: 340.46

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ノルエチステロン ($C_{22}H_{26}O_3$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、アセトン、クロロホルム、ジオキサソラン又はテトラヒドロフランに溶けやすく、エタノール又はエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg にエタノール/硫酸混液 (1:1) 2 mL を加えて溶かすとき、液は赤紫色を呈し、赤色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム/エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2:7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品 0.03 g に水酸化カリウムのエタノール溶液 (1

100) 6 mL を加え, 1 分間穏やかに煮沸する。冷後, 0.05 mol/L 硫酸 30 mL を加え, 生じた沈殿をガラスろ過器 (G 4) で吸引ろ過し, 洗液が中性になるまで水で洗い, エタノールから再結晶し, 105 °C で 3 時間乾燥するとき, その融点は 199 ~ 206 °C である。

(4) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3242 cm^{-1} , 2110 cm^{-1} , 1751 cm^{-1} , 1666 cm^{-1} , 1226 cm^{-1} 及び 903 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (239 nm): 490 ~ 520 (乾燥後, 1 mg, エタノール, 100 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -32 ~ -38° (乾燥後, 0.2 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 158 ~ 164 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.50 g にジオキサン 10 mL を加えて溶かすとき, 液は無色 ~ 微黄色澄明である。

(2) 他のステロイド 本品 0.020 g にメタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする。この液につき, 薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9:2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, テトラヒドロフラン 40 mL を加えて溶かし, 硝酸銀溶液 (10) 10 mL を加え, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 34.046 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_3$

貯法

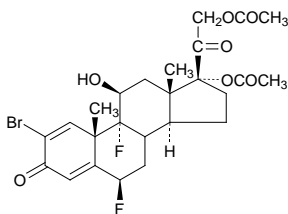
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109419

酢酸ハロプレドン

Halopredone Acetate



$\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{BrF}_2\text{O}_7$: 559.39

本品を乾燥したものは定量するとき, 酢酸ハロプレドン ($\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{BrF}_2\text{O}_7$) 96.0 ~ 104.0 % を含み, また, フッ素 (F: 19.00) 6.1 ~ 7.5 % 及び臭素 (Br: 79.90) 12.8 ~ 15.7 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末ではない。

本品はジオキサン又はアセトンにやや溶けにくく, メタノール又はエタノールに極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点: 約 290 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をとり, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法により分解した後, よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させて得た検液及び洗液を合わせ, 水を加えて正確に 100 mL とした液は, フッ化物 (2) の定性反応を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり, 過酸化ナトリウム溶液 (10) 0.5 mL 及び水 10 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法により分解した後, よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させる。この液 5 mL をとり, 希硝酸 2 mL 及び過マンガン酸カリウム約 0.1 g を加えて加熱する。発生するガスに, フルオレセインナトリウム溶液 (1 2000) で潤したる紙片を接触させ, 更に, このろ紙片をアンモニアガスにさらすとき, 淡赤色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (3 200000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 243 ~ 247 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3510 cm^{-1} , 1755 cm^{-1} , 1730 cm^{-1} , 1702 cm^{-1} , 1676 cm^{-1} , 1649 cm^{-1} 及び 1236 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -42 ~ -48° (乾燥後, 0.05 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.7 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (28 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.050 g をアセトン 3 mL に溶かし, メタノールを加えて 10 mL とし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトンを加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (7:2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法

(1) 酢酸ハロプレドン 本品を乾燥し, その約 0.025 g を精密に量り, メタノールに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 245 nm 付近の吸収極大波長における吸光度 A を測定する。

酢酸ハロブレドン (C₂₅H₂₉BrF₂O₇) の量 (mg)

$$= \frac{A}{222} \times \frac{50000}{3}$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。別に試料を用いないで同様に操作し、空試験液を調製する。検液及び空試験液をそれぞれ 100 mL のメスフラスコに移し、燃焼フラスコを水で洗い、洗液及び水を加えて正確 100 mL とし、試験液及び補正液とする。試験液 4 mL、補正液 4 mL 及びフッ素標準液 5 mL を正確に量り、それぞれ別の 50 mL のメスフラスコに入れ、よく振り混ぜながら、アセトン 20 mL 及びアルフッソソ溶液 (1/20) 8 mL を正確に加え、水を加えて正確に 50 mL とし、1 時間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試験液、補正液及び標準液から得たそれぞれの液の波長 620 nm における吸光度 A_T、A_C 及び A_S を測定する。

検液中のフッ素 (F) の量 (mg)

$$= \text{標準液 5 mL 中のフッ素の量 (mg)}$$

$$\times \frac{A_T - A_C}{A_S} \times 25$$

(3) 臭素 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、過酸化ナトリウム溶液 (1/10) 0.5 mL 及び水 10 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作を行い、検液及び空試験液について酸素フラスコ燃焼法の定量操作法、臭素に準じて試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硝酸銀液 1 mL} = 0.39952 \text{ mg Br}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

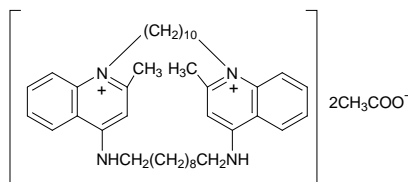
104377

酢酸ビスデクアリニウム

Bisdequalium Diacetate

N¹, N¹ デカメチレン N⁴, N⁴ デカメチレン

ビス 4 アミノキナルジニウム ジアセテート



C₄₄H₆₄N₄O₄ : 713.00

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ビスデクアリニウム (C₄₄H₆₄N₄O₄) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。

本品は氷酢酸又はエタノールに溶けやすく、メタノール又は *n* ブタノールにやや溶けやすく、水、クロロホルム又はプロピレングリコールに溶けにくく、エーテルに極めて溶け

にくい。

本品は吸湿性である。

融点 : 95 ~ 100 °C

確認試験

(1) 本品 0.05 g に希酢酸 5 mL を加えて溶かし、ライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.05 g にエタノール 1 mL 及び硫酸 2 mL を加えて加熱するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1/20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 216 ~ 221 nm, 231 ~ 234 nm, 243 ~ 246 nm 及び 331 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は淡黄褐色澄明である。

(2) 類縁物質 本品 0.030 g にメタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 5 µL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に約 10 分間放置するとき、褐色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 10.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間)。
強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の青色が青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

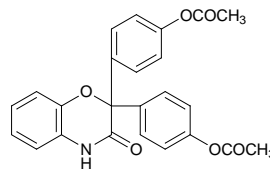
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 1 mL} = 35.650 \text{ mg C}_{24}\text{H}_{19}\text{NO}_6$$

貯法 容器 気密容器。

100941

酢酸ピソキサチン

Bisoxatin Acetate



C₂₄H₁₉NO₆ : 417.41

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ピソキサチン (C₂₄H₁₉NO₆) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、氷酢酸、エタノール又は無水エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 : 約 194 °C

確認試験

(1) 本品 0.03 g に硫酸 1 滴を加えるとき、直ちに紫色

を呈する。

(2) 本品の水酸化カリウム・メタノール試液溶液(100000)につき吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 251 nm 及び 286 ~ 288 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1765 cm^{-1} 及び 1196 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 1.5 g に、新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加えて振り混ぜ、ろ過し、試料溶液とする。試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL 及びプロムチモールブルー試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液の色は青色である。また、試料溶液 20 mL に 0.02 mol/L 塩酸 0.10 mL 及びプロムチモールブルー試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 5 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える(0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメチルエチルケトン/キシレン混液(1:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.15 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL に溶かし、これに還流冷却器を付け、1 時間加熱する。冷後、エタノール 30 mL 及び 1 mol/L 塩酸・エタノール試液 6 mL を加え、0.2 mol/L 塩酸・エタノール液で滴定する(電位差滴定法)。ただし、第 1 変曲点と第 2 変曲点の間の 0.2 mol/L 塩酸・エタノール液の消費量より求める。

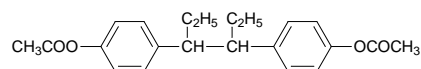
0.2 mol/L 塩酸・エタノール液 1 mL = 41.74 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_4$

貯法 容器 気密容器。

102807

酢酸ヘキサステロール

Hexoestrol Diacetate



$\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_4$: 354.44

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ヘキサステロール($\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はエーテルにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 2 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加え、水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加熱し、冷後、薄めたフォリン試液(1 5) 1 mL を加えるとき、液は黄緑色から徐々に青色に変わる。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱して溶かし、冷後、薄めた硫酸(2 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

融点 137 ~ 139 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加え、加熱して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g にエーテルを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 20 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/ヘキサン混液(1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 80 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、正確に 0.5 mol/L 塩酸 10 mL を加え、更に薄めたエタノール(3 5)を加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、薄めたエタノール(3 5)を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にヘキサステロール標準品約 0.1 g を精密に量り、薄めたエタノール(3 5)を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、薄めたエタノール(3 5)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄めたエタノール(3 5)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、278 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酢酸ヘキサステロール (C₂₂H₂₆O₄) の量 (mg)
= ヘキサステロール標準品の量 (mg)

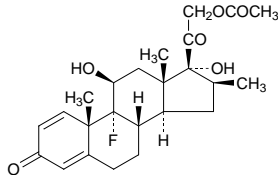
$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 1.3110$$

貯 法 容 器 気密容器。

100859

酢酸ベタメタゾン

Betamethasone Acetate



C₂₄H₃₁FO₆ : 434.50

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ベタメタゾン (C₂₄H₃₁FO₆) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色~微黄色の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール、アセトン又はジオキサンに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点 : 200 ~ 220 ℃ (分解, 乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 7 mg をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により試験を行う。燃焼ガスをよく振り混ぜて吸収させた後、その 2 mL をとり、アリザリンコプレキソン試液 0.5 mL、pH 4.5 の酢酸塩緩衝液 0.2 mL 及び水 1 mL を加えて混和し、硝酸第一セリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間煮沸し、冷後、薄めた硫酸 (2.7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのおいを発する。

(3) 本品及び酢酸ベタメタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、本品のスペクトルと酢酸ベタメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及び標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (240 nm) : 346 ~ 364 (乾燥後, 1 mg, メタノール, 100 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +120 ~ +125 ° (乾燥後, 0.20 g, ジオキサン, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品及び酢酸ベタメタゾン標準品 5 mg を正確に量り、エタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて溶かし、正確に 1 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットす

る。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (180 : 150 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 ℃ で 10 分間加熱するとき、本品及び標準品のスポットは青黒色を呈し、それらの R_f 値は等しい。また、本品はこれと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 4.0 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.3 % 以下 (0.1 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及び酢酸ベタメタゾン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.020 g ずつを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。また、内標準溶液として p-ニトロ臭化ベンジル 0.030 g にメタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、内標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL を正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加え、更にメタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の酢酸ベタメタゾン及び内標準物質のピーク面積を測定し、内標準物質の面積に対する酢酸ベタメタゾンの面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

酢酸ベタメタゾン (C₂₄H₃₁FO₆) の量 (mg)

$$= \text{酢酸ベタメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 50$$

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 254 nm 付近の一定波長)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 ℃ 付近の一定温度

移動相 : メタノール : 臭化テトラ n-ブチルアンモニウム/リン酸塩緩衝液混液 (3 : 2)

流量 : 酢酸ベタメタゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液につき、上記の条件で操作し、酢酸ベタメタゾン標準品と内標準物質の分離度を測定するとき、5.0 以上であり、それぞれのピークのテーリング係数を求めるとき、2.0 以下のカラムを用いる。

検出感度 : 標準溶液 5 μL から得られた酢酸ベタメタゾンのピーク高さが、フルスケールの約 80 % になるように調整する。

貯 法

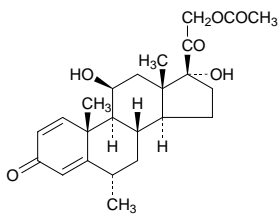
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

100202

酢酸メチルプレドニゾン

Methylprednisolone Acetate

 $C_{24}H_{32}O_6$: 416.51

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸メチルプレドニゾン ($C_{24}H_{32}O_6$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はジオキサソにやや溶けやすく、メタノール、エタノール、無水エタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 215 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は濃赤色を呈し、蛍光を発しない。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、だいたい色～赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発する。

(4) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 242 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品及び酢酸メチルプレドニゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと酢酸メチルプレドニゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及び酢酸メチルプレドニゾン標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +97 ~ +105° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサソ, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.15 g をとり、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1, 2 ジクロルエタン/メタノール/水混

液 (470 : 30 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び酢酸メチルプレドニゾン標準品を乾燥し、それぞれ約 0.01 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液のそれぞれ 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 243 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酢酸メチルプレドニゾン ($C_{24}H_{32}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{酢酸メチルプレドニゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

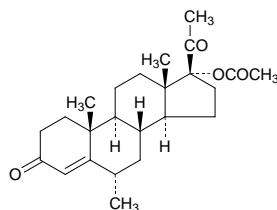
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

100205

酢酸メドロキシprogesteron

Medroxyprogesterone Acetate

 $C_{24}H_{34}O_4$: 386.52

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸メドロキシprogesteron ($C_{24}H_{34}O_4$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトン又はジオキサソにやや溶けやすく、アセトニトリル又は n 塩化ブチルにやや溶けにくく、メタノール、無水エタノール又はエーテルに溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に硫酸 2 mL を加えて溶かし、10 分間放置するとき、液は黄色を呈する。これに水 3 mL を注意して加え、振り混ぜるとき、液は青紫色に変わる。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 239 ~ 243 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及び酢酸メドロキシprogesteron標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと酢酸メドロキシprogesteron標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及び酢酸メドロ

キシプロゲステロン標準品を無水エタノールに溶かした後、無水エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

融点 204 ~ 209 °C

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +45 ~ +51° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサソ, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.75 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.028 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.8 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (25 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.020 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸メドロキシプロゲステロン標準品 0.010 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び酢酸メドロキシプロゲステロン標準品を乾燥し、その約 0.04 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液としてプロゲステロンの移動相溶液 (1 4000) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の酢酸メドロキシプロゲステロン及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対する酢酸メドロキシプロゲステロンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

$$\begin{aligned} & \text{酢酸メドロキシプロゲステロン (C}_{24}\text{H}_{34}\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{酢酸メドロキシプロゲステロン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \end{aligned}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 塩化 n ブチル/ヘキサソ/アセトニトリル混液

(70:30:7)

流量: 酢酸メドロキシプロゲステロンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作し、分離度を求め、3 以上のものを用いる。

貯法

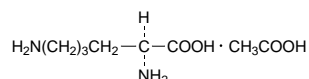
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

110012

酢酸 L リジン

L Lysine Acetate



C₆H₁₄N₂O₂ · C₂H₄O₂: 206.24

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸 L リジン (C₆H₁₄N₂O₂ · C₂H₄O₂) 98.5 % 以上を含む。

性状

本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、わずかに酸味がある。

本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は潮解性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 2000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1578 cm⁻¹, 1474 cm⁻¹, 1400 cm⁻¹ 及び 1290 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 20) 2 mL は酢酸塩の定性反応 (2) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +8.5 ~ +10.0° (乾燥後, 25 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし、希塩酸 1.9 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g を水 50 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/強アンモニア水混液 (67 : 33) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を 100 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後, 80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 80 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 酢酸 3 mL に溶かし, 氷酢酸 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.312 mg $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器。

110577

サケカルシトニン(合成)

Calcitonin Salmon (Synthesis)

Cys-Ser-Asn-Leu-Ser-Thr-Cys-Val-Leu-Gly-Lys-Leu-Ser-Gln-Glu-Leu-His-Lys-Leu-Gln-Thr-Tyr-Pro-Arg-Thr-Asn-Thr-Gly-Ser-Gly-Thr-Pro-NH₂

$C_{145}H_{240}N_{44}O_{48}S_2$: 3431.85

本品は定量するとき, ペプチド 1 mg 当たりサケカルシトニン(合成)($C_{145}H_{240}N_{44}O_{48}S_2$) 4000 国際単位以上を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく, エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

確認試験 本品 1 mg を希酢酸 1 mL に溶かした液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 236 ~ 239 nm 及び波長 273 ~ 276 nm に吸収の極大を示し, 波長 280 nm 付近に吸収の肩を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (275nm) : 3.3 ~ 4.0 (1 mg, 希酢酸, 1 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -24 ~ -32 $^{\circ}$ (0.025 g, 薄めた酢酸 (100) (1 : 2), 10 mL, 100 mm)。

構成アミノ酸 本品約 1 mg を精密に量り, 硬質試験管に入れ, 薄めた塩酸 (1 : 2) 0.5 mL を加えて溶かし, ドライアイス・アセトン浴で凍結し, 減圧下で融封した後, 110 \pm 2 $^{\circ}$ C で 24 時間加熱する。冷後, 開封し, 減圧下で蒸発乾固する。残留物に pH 2.2 のクエン酸緩衝液適量を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液につき, アミノ酸自動分析計を用いて試験を行うとき, 得られるクロマトグラムには 13 種のアミノ酸のピークを認める。また, 得られたアミノ酸分析

値 (μ mol/mL) からロイシンの値を 5 としてモル比を求めるとき, リジンは 1.9 ~ 2.3, ヒスチジンは 0.8 ~ 1.1, アルギニンは 0.9 ~ 1.1, アスパラギン酸は 1.9 ~ 2.1, トレオニンは 4.5 ~ 4.9, セリンは 3.2 ~ 3.8, グルタミン酸は 2.8 ~ 3.1, プロリンは 1.9 ~ 2.4, グリシンは 2.7 ~ 3.3, 1/2 シスチンは 1.5 ~ 2.5, バリンは 0.9 ~ 1.0 及びチロジンは 0.8 ~ 1.0 である。

ペプチド含量 本品は構成アミノ酸の項で得られたアミノ酸分析値 (μ mol/mL) から次の式によりペプチド含量を求めるとき, 80.0 % 以上である。

$$\text{ペプチド含量 (\%)} = 3431.85 \times \frac{V}{W} \times \frac{A}{11} \times 100$$

A : バリン, ロイシン, グリシン及びプロリンのアミノ酸分析値の合計 (μ mol/mL)

V : 試料溶液の採取量 (mL)

W : 試料の採取量 (μ g)

11 : サケカルシトニン(合成) 1 分子当たりのバリン, ロイシン, グリシン及びプロリンの理論残基数の合計

純度試験

(1) 酢酸 本品約 2 mg を精密に量り, 内標準溶液 1 mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液とする。別に酢酸 (100) 約 0.05 g を精密に量り, 内標準溶液に溶かし, 正確に 1000 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき, 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対する酢酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定し, 次の式により酢酸の量を求めるとき, 7.0 % 以下である。

$$\text{酢酸の量 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

W_T : 試料の採取量 (mg)

W_S : 酢酸 (100) の量 (mg)

内標準溶液 酪酸の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 20000)

操作条件

検出器 : 水素炎イオン検出器

カラム : 内径 3 mm, 長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ケイソウ土にガスクロマトグラフ用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 80 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : 酢酸の保持時間が 4 ~ 6 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 2 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 酢酸, 内標準物質の順に流出し, その分離度が 3 以上のものを用いる。

(2) 他のペプチド 本品 1 mg を希酢酸 1 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 20 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, 主ピーク以外のピークの合計面積は 3 % 以下である。

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 210 nm)

カラム : 内径 3 ~ 5 mm, 長さ 20 ~ 40 cm のステン

レス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 1% トリエチルアミンリン酸緩衝液/アセトニトリル混液 (27:13)

流量：サケカルシトニン (合成) の保持時間が 8 ~ 10 分になるように調整する。

カラムの選定：パラオキシ安息香酸メチル 5 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル 7 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす。この液 20 μ L につき上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

面積測定範囲：サケカルシトニン (合成) の保持時間の約 2 倍の範囲

水分 10.0% 以下 (0.02 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(i) 試験動物 体重 55 ~ 180 g の栄養状態の良い健康なラットを 1 群 8 匹以上とし、各群同数とする。ただし、試験前 24 時間絶食し、水を自由摂取させる。

(ii) 標準溶液 サケカルシトニン (合成) 標準品 1 アンブルに 0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし、その液 1 mL 中に 0.050 及び 0.025 国際単位を含むように正確に薄め、高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(iii) 試料溶液 本品の表示単位に従いその適量を精密に量り、0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし、1 mL 中に 0.050 及び 0.025 国際単位を含むように正確に薄め、高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(iv) 注射量 試験動物 1 匹当たり 0.3 mL を注射する。

(v) 操作法 標準溶液及び試料溶液を各試験動物の尾静脈又はエーテル麻酔下で頸背部皮下に投与する。投与 1 時間後、エーテル麻酔下で腹部大動脈から採血し、その血液を常温で約 30 分間放置した後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離して血清を得る。

(vi) 血清カルシウムの測定 血清 0.1 mL を正確に量り、ストロンチウム試液 6.9 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、試料溶液とする。別に原子吸光度用塩化カルシウム標準液適量を正確に量り、ストロンチウム試液を加えて正確に 1000 mL とし、1 mL 中にカルシウム (Ca: 40.08) 0.5 ~ 2 μ g を含むように薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のカルシウム含量を求める。

血清カルシウム値 (mg/100 mL)

$$= \text{試料溶液のカルシウム含量 (ppm)} \times 7$$

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：カルシウム中空陰極ランプ

波長：422.7 nm

(vii) 計算式 S_H 、 S_L 、 T_H 及び T_L 投与群の各血清カルシウム値をそれぞれ y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 とする。更に各群の

y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 を投与群ごとにそれぞれ合計して Y_1 、 Y_2 、 Y_3 及び Y_4 とする。

本品のペプチド換算 1 mg 中の単位数

(国際単位/mg ペプチド)

$$= \text{antilog } M \times \frac{b}{a} \times \frac{1}{c} \times 5$$

$$M = 0.3010 \times \frac{Y_a}{Y_b}$$

$$Y_a = - Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a ：試料の採取量 (mg)

b ：試料に 0.1% ウシ血清アルブミン含有酢酸緩衝液を加えて溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量 (mL)

c ：ペプチド含量 (%)

ただし、次の式によって計算される F は F より小さい。また、次の式によって L ($P = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.20 以下である。もし、 F が F を、また L が 0.20 を超えるときは、この値以下になるまで試験動物の数を増加し、又は実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$F = \frac{(- Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2}{4 f s^2}$$

f ：各群の試験動物数

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y^2}{f}}{n}$$

Σy^2 ：各群の y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し、合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4(f - 1)$$

$$L = 2 \sqrt{(C - 1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$$C = \frac{Y_b^2}{Y_a^2 - 4 f s^2 t^2}$$

$t^2 = F$ ：確率 = 0.05, 自由度 1 = 1, 自由度 2 = n に対する F 分布の値

貯法

保存条件 遮光して、10 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

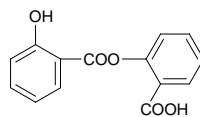
容器 密封容器。

106229

サザピリン

Sasapyrine

サリチロサリチル酸



$C_{14}H_{10}O_5$: 258.23

本品を乾燥したものは定量するとき、サザピリン ($C_{14}H_{10}O_5$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はメタノール、エタノール、アセトン又はエーテルに

溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点：133 ~ 144 °C

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液(1 : 500) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン・エタノール飽和溶液 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 0.2 mL を加え、水浴上で沸騰するまで穏やかに加熱する。冷後、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及び塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、2 ~ 3 分間煮沸する。冷後、希硫酸を加えて酸性にすると、白色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取り、水 5 mL で洗った後、100 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 158 ~ 161 °C である。

(3) 本品のメタノール溶液(1 : 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 233 ~ 237 nm 及び 306 ~ 309 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL にアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.016 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.8 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にアセトン 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.030 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(5) サリチル酸 本品 2.5 g をとり、水 25 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1.0 mL を、新たに製した希硫酸第二鉄アンモニウム試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え、30 秒間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：サリチル酸 0.100 g に水を加えて溶かし、氷酢酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。この液 1.0 mL をとり、新たに製した希硫酸第二鉄アンモニウム試液 1 mL に水を加えてネスラー管中で 50 mL とした液に加え、30 秒間放置する。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, シリカゲル, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、エタノール 50 mL を加えて溶かし、正確に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を加え、二酸化炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて 1 時間穏やかに煮沸する。冷後、直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定する(指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様

の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 64.56 mg $C_{14}H_{10}O_5$
貯法 容器 密閉容器。

106225

サトトネリコ樹皮エキス

Japanese Ash Bark Extract

樹皮エキス

製法 サトトネリコ *Fraxinus japonica* Blume (*Oleaceae*)

の樹皮を乾燥したものの細切 1 kg にメタノール 4 L を加え、3 日間冷浸し、布ごした後、更にメタノール 4 L を加えて 7 日間冷浸し、布ごする。ろ液を合わせ、60 °C 以下の減圧で濃縮し、乾燥し、砕いて乾燥エキスとする。

本品 1.0 g はサトトネリコの乾燥樹皮約 13 g に相当する。

性状 本品は黄褐色～赤褐色の粉末又は塊で、特異なにおいがあり、味は苦く、渋い。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品 0.1 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液(20 : 6 : 3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、 R_f 値 0.33 付近に淡青色の蛍光スポット、 R_f 値 0.40 付近に淡青緑色の蛍光スポット、 R_f 値 0.23 付近に淡青色の蛍光スポット、 R_f 値 0.15 付近に淡青色の蛍光スポット及び R_f 値 0.08 付近に淡青色の蛍光スポットを認め、かつ、蛍光の強さは R_f 値 0.33 付近のスポット、 R_f 値 0.40 付近のスポット、 R_f 値 0.23 付近のスポット、 R_f 値 0.15 付近のスポット及び R_f 値 0.08 付近のスポットの順に弱くなる。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) メタノール 本品を粉末とし、その 10.0 g をとり、蒸留フラスコに入れ、エーテル 10 mL を加えて密栓し、氷水中で振り混ぜ、30 分間放置した後、沸騰石を入れ、氷水を循環させた冷却器に接続する。受器には氷水中で冷却した 10 mL のメスフラスコを用い、80 °C の水浴中で留液がなくなるまで蒸留する。留液は室温に戻した後、エーテルを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にメタノール 0.20 g をとり、エーテルを加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のメタノールのピーク高さは、標準溶液のメタノールのピーク高さより低い。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管に充てん剤としてポリエチレングリコールモノパラオクチルフェニルエーテルを 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：70 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度試料気化室温度：100 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：メタノールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 6 時間)。

灰分 1.0 % 以下。

貯法容器 気密容器。

106226

サトネリコ樹皮末

Powdered Japanese Ash Bark

樹皮末

本品はサトネリコ *Fraxinus japonica* Blume (*Oleaceae*) の樹皮を乾燥し，細末又は微末としたものである。

性状 本品は淡黄褐色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なおいがあり，味はわずかに苦く，渋い。

本品を鏡検するとき，主として柔細胞の破片，繊維の破片及び微細なシュウ酸カルシウムの結晶を認め，更に石細胞，コルク細胞の破片及び径 3 ~ 10 μm のでんぷん粒を認める。

確認試験 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加えて振り混ぜ，24 時間放置した後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする。試料溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (20 : 6 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき， R_f 値 0.33 付近に淡青色の蛍光スポット， R_f 値 0.40 付近に淡青緑色の蛍光スポット， R_f 値 0.23 付近に淡青色の蛍光スポット， R_f 値 0.15 付近に淡青色の蛍光スポット及び R_f 値 0.08 付近に淡青色の蛍光スポットを認め，かつ蛍光の強さは R_f 値 0.33 付近のスポット， R_f 値 0.40 付近のスポット， R_f 値 0.23 付近のスポット， R_f 値 0.15 付近のスポット及び R_f 値 0.08 付近のスポットの順に弱くなる。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 15.0 % 以下 (5 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 5 時間)。

灰分 5.0 % 以下。

酸不溶性灰分 1.0 % 以下。

エキス含量 本品約 2 g を精密に量り，メタノール 70 mL

を加え，時々振り混ぜて 5 時間浸出し，更に 16 ~ 20 時間放置した後，ろ過する。残留物は，ろ液が 100 mL になるまでメタノールで洗う。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固し，105 $^{\circ}\text{C}$ で 6 時間乾燥し，デシケーター (シリカゲル) で放冷後，その質量を精密に量り，2 を乗じてエキスの量とする。乾燥減量によって得た数値より乾燥物に換算した本品の量に対し，エキス含量 (%) を算出するとき，8.0 % 以上である。

貯法容器 気密容器。

109073

サナクターゼ L

Sanactase L

本品はアスペルギルス・ニガー (*Aspergillus niger*)，アスペルギルス・アワモリ (*Aspergillus awamori*)，アスペルギルス・ウサミイ (*Aspergillus usamii*) などの黒麹菌が産生する耐酸性 α アミラーゼを主とする酵素で，でんぷん消化力を有する。

本品は 1 g 中ででんぷん糊精化力 3000 ~ 4000 単位を含む。通例，適当な賦形剤で薄めてある。

性状

本品は黄白色～淡褐色の粉末で，わずかに特異なおいがあり，味はない。

確認試験

本品の水溶液 (1 : 250) 1 mL をサナクターゼ M μL 用バレイショデンプン試液 10 mL に加えて振り混ぜ，37 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間放置する。この液 1 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 中に加えてよく振り混ぜる。この液 0.5 mL をとり，0.0002 mol/L ヨウ素試液 10 mL を加える。

別に空試験として，試料の水溶液の代わりに水 1 mL を加え，同様に操作を行う。試料溶液は青色を呈しないか，呈しても空試験の呈する青色より濃くない。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 15.0 % 以下 (1 g)。

でんぷん糊精化力 本品約 0.1 g を精密に量り，pH 4.5 の 0.0002 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，pH 4.5 の 0.0002 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする。サナクターゼ M μL 用バレイショデンプン試液 10.0 mL を量り，37 \pm 0.5 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間放置した後，試料溶液 1 mL を正確に加え，直ちに振り混ぜる。この液を 37 \pm 0.5 $^{\circ}\text{C}$ で正確に 10 分間放置した後，この液 1 mL を正確に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 10.0 mL 中に注入し，直ちに振り混ぜる。この液 0.5 mL を正確に量り，0.0002 mol/L ヨウ素試液 10.0 mL を加え

で振り混ぜた後、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に試料溶液の代わりに水を加え、以下同様に操作して吸光度 A_B を測定する。

$$\text{でんぷん糊精化力 (単位/g)} = \frac{1}{W} \times \frac{A_B - A_T}{A_B}$$

W: 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

でんぷん糊精化力単位: アミラーゼがバレイショデンプン 100 mg に 37 °C で作用するとき、反応初期の 1 分間にバレイショデンプンのヨウ素による青色を 10 % 減少させる酵素量を、1 でんぷん糊精化力単位とする。

貯法

保存条件 30 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

109074

サナクターゼ M

Sanactase M

本品はアスペルギルス・ニガー (*Aspergillus niger*)、アスペルギルス・アワモリ (*Aspergillus awamori*)、アスペルギルス・ウサマイ (*Aspergillus usamii*) などの黒麹菌が産生する耐酸性 α アミラーゼを主とする酵素で、でんぷん消化力を有する。

本品は 1 g 中ででんぷん糊精化力 5500 ~ 7500 単位を含む。通例、適当な賦形剤で薄めてある。

性状

本品は黄白色～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味はない。

確認試験

本品の水溶液 (1 : 500) 1 mL をサナクターゼ M L 用バレイショデンプン試液 10 mL に加えて振り混ぜ、37 °C で 10 分間放置する。この液 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 中に加えてよく振り混ぜる。この液 0.5 mL をとり、0.0002 mol/L ヨウ素試液 10 mL を加える。

別に空試験として、試料の水溶液の代わりに水 1 mL を加え、同様に操作を行う。試料溶液は青色を呈しないか、呈しても空試験の呈する青色より濃くない。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 15.0 % 以下 (1 g)。

でんぷん糊精化力 本品約 0.1 g を精密に量り、pH 4.5 の 0.0002 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 4.5 の 0.0002 mol/L 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。サナクターゼ M, L 用バレイショデンプン試液 10.0 mL を量り、37 ± 0.5 °C

で 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 10 分間放置した後、この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10.0 mL 中に注入し、直ちに振り混ぜる。この液 0.5 mL を正確に量り、0.0002 mol/L ヨウ素試液 10.0 mL を加えて振り混ぜた後、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に試料溶液の代わりに水を加え、以下同様に操作して吸光度 A_B を測定する。

$$\text{でんぷん糊精化力 (単位/g)} = \frac{1}{W} \times \frac{A_B - A_T}{A_B}$$

W: 試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)

でんぷん糊精化力単位: アミラーゼがバレイショデンプン 100 mg に 37 °C で作用するとき、反応初期の 1 分間にバレイショデンプンのヨウ素による青色を 10 % 減少させる酵素量を、1 でんぷん糊精化力単位とする。

貯法

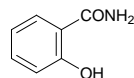
保存条件 30 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

001273

サリチルアミド

Salicylamide


 $C_7H_7NO_2$: 137.14

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチルアミド ($C_7H_7NO_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、プロピレングリコールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水又はクロロホルムに溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にエタノール 1 mL 及び水 2 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 滴及び希塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 80000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm 及び 297 ~ 301 nm に吸収の極大を、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極小を示す。

融点 139 ~ 143 °C

純度試験

(1) アンモニウム 本品 1.0 g に水 40 mL を加えて振り混ぜた後、あらかじめ水でよく洗ったろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 20 mL をネスラ

一管にとり、水を加えて 30 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアンモニウム標準液 2.5 mL をネスラー管にとり、水を加えて 30 mL とする。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。別にジメチルホルムアミド 70 mL に水 15 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

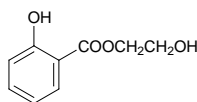
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 13.714 mg C₉H₁₀O₄

貯法 容器 密閉容器。

005005

サリチル酸グリコール

Glycol Salicylate



C₉H₁₀O₄ : 182.17

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、サリチル酸グリコール (C₉H₁₀O₄) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色澄明の粘性の液で、においはない。

本品はメタノール、エタノール、エーテル又はクロロホルムと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 滴に水 5 mL を加え、1 分間よく振り混ぜた後、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 3 滴をメタノール 5 mL に溶かし、ヒドロキシルアミン試液 0.5 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 0.4 mL を加え、沸騰するまで水浴上で加熱する。冷後、2 mol/L 塩酸試液 0.7 mL を加えて酸性とし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 3 滴にメタノール 5 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 0.4 mL を加え、沸騰するまで水浴上で加熱する。冷後、希硫酸 0.7 mL で中和する。これに過ヨウ素酸カリウム試液 10 mL 及び硝酸 1 滴を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に硝酸銀試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じる。

(4) 本品のメタノール溶液 (3 : 250000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 304 ~ 308 nm に吸収の極大を示し、258 ~ 264 nm に吸収の極小を示す。

屈折率 n_D²⁰ : 1.540 ~ 1.550

比重 d₄²⁰ : 1.240 ~ 1.255

純度試験

(1) 酸 本品 5.0 mL に新たに煮沸し冷却した水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加え、1 分間よく振り混ぜる。これにフェノールレッド試液 2 滴を加え、液の赤色が黄色になるまで 0.1 mol/L 塩酸で滴定するとき、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 0.45 mL 以下である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 1.0 g をクロロホルム 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/クロロホルム/氷酢酸混液 (100 : 100 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 2 時間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 0.20 % 以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 50 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で 90 分間加熱し、冷後、0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 : フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

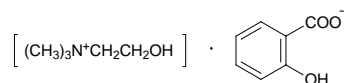
0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 91.09 mg C₉H₁₀O₄

貯法 容器 気密容器。

101432

サリチル酸コリン

Choline Salicylate



C₉H₁₄NO · C₇H₅O₃ : 241.28

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸コリン (C₉H₁₄NO · C₇H₅O₃) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶で、においはないか、又はわずかにアミン臭がある。

本品は水又はエタノールに極めて溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) は、ほとんど中性である。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL にライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき、赤紫色リン片状の沈殿を生じる。

融点 49.0 ~ 52.0 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g を量り水 100 mL を加えて溶かす。この液 5 mL をとり、これに希硝酸 6 mL 及びエタノール 30 mL を加えた後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、0.01 mol/L 塩酸 0.7 mL に希硝酸 6 mL 及びエタノール 30 mL を加えた後、水を加えて 50 mL とする (0.497 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 鉄 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希塩酸 2.5 mL を加えて 10 分間放置した後、ガラスろ過器 (G 4) を用いて吸引ろ過し、残留物を水 10 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、これにフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、更に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 45 mL とする。この液に過硫酸アンモニウム 0.04 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 2 mL を加えるとき液の色は比較液より濃くない。比較液は、鉄標準液 1.0 mL に水 30 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加えて以下試料と同様に操作する (10 ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 1.0 g を磁製のつぼに入れ、硫酸少量を加えて試料を潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化した後、更に硫酸で潤して、強熱 (450 ~ 550 °C) し、残留物が完全に灰化したとき、つぼをデシケーター (シリカゲル) で放冷した後、塩酸 2 mL を加え水浴上で加熱して蒸発乾固し、残留物を塩酸 1 滴で潤し、熱湯 5 mL を加えて 2 分間加温し、これを検液とし、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。
- (6) 遊離サリチル酸 本品 1.0 g にエーテル 50 mL を加え、ときどき振り混ぜながら 30 分間放置し、ろ過する。残留物をエーテル 10 mL で洗い、先のろ液に合わせる。水浴上でエーテルを留去し、残留物にエタノール 10 mL を加えて溶かす。これに硝酸第二鉄試液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき、液の色は、次の比較液より濃くない (0.2 % 以下)。

比較液: サリチル酸 0.10 g にエタノール 200 mL を加えて溶かす。この 4 mL をとり、エタノール 6 mL、硫酸第二鉄液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.45 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

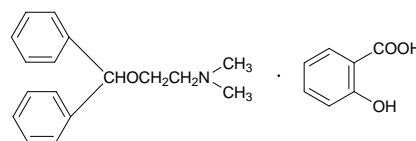
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 24.128 \text{ mg } C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_6O_3$$

貯法 容器 気密容器。

101924

サリチル酸ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine Salicylate


 $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_6O_3 : 393.48$

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸ジフェンヒドラミン ($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_6O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は初めはないが、後にわずかに苦く舌を麻痺する。

本品はメタノール、氷酢酸又はアセトンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

- (1) 本品の飽和水溶液 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品のエタノール溶液 (1 : 50) 5 mL にピクリン酸試液 10 mL を滴加し、2 時間放置するとき、沈殿を生じる。沈殿をろ取し、希エタノールから再結晶し、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 128 ~ 133 °C である。
- (3) 本品の飽和水溶液 10 mL に塩化第二鉄試液 3 ~ 5 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

融点 107 ~ 109 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g に薄めたメタノール (1 : 2) 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g にアセトン 25 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1, 2 ジクロルエタン/ジオキサン/強アンモニア水混液 (12 : 7 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 : 2) を均等に噴霧し、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2～3 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.348 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_5O_3$

貯法

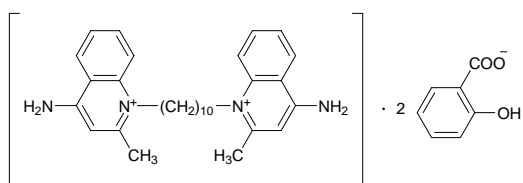
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101724

サリチル酸デカリニウム

Dequalinium Salicylate



$C_{30}H_{40}N_4 \cdot 2C_7H_5O_3$: 730.90

本品を乾燥したものは定量するとき、サリチル酸デカリニウム ($C_{30}H_{40}N_4 \cdot 2C_7H_5O_3$) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品 1.5 g に新たに煮沸し冷却した水 30 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過した液の pH は 5.7～6.7 である。

融点：約 255 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の薄めたエタノール (4 5) 溶液 (1 400) 2 mL に水 3 mL、ナフトキノンスルホン酸カリウム試液 5 滴及び水酸化ナトリウム試液 5 滴を加えるとき、液は紫色を呈し、放置するとき、暗紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品の飽和水溶液 5 mL に希塩化第二鉄試液 1～2 滴を加えるとき、液は紫色を呈し、希塩酸を滴加するとき、液の色は消える。

(3) 本品の薄めたエタノール (4 5) 溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240～243 nm 及び 328～330 nm に吸収の極大を、波長 268～272 nm に吸収の極小を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度 A_1 及び A_2 を測定するとき、 A_2/A_1 は 0.53～0.61 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に薄めたエタノール (4 5) 40 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.10 g をとり、薄めたエタノール (4 5) 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL に薄めたエタノール (4 5) 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.248 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 4 アミノキナルジン 本品 1.0 g をとり、水 45 mL を正確に加えて 5 分間振り混ぜた後、希硝酸 5 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜ、ろ過する。ろ液 20 mL を正確に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、エーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、水 10 mL で洗った後、1 mol/L 塩酸試液 20 mL ずつで 2 回、5 mL で 1 回抽出する。塩酸抽出液を合わせ、1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、1 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 318 nm 及び 326 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定し、4 アミノキナルジンの量を次の式により求めるとき、その量は 1.0 % 以下である。ただし、 A_1/A_2 は 1 以上である。

$$\begin{aligned} &4 \text{ アミノキナルジンの量 (\%)} \\ &= (0.396 A_1 - 0.315 A_2) \times 1.25 \end{aligned}$$

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.272 mg $C_{30}H_{40}N_4 \cdot 2C_7H_5O_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001278

サリチル酸ナトリウム・テオブロミン

Sodium Salicylate and Theobromine

ジウレチン

本品はテオブロミンナトリウム及びサリチル酸ナトリウムのほぼ等モルからなる混合物で、乾燥したものは定量するとき、テオブロミン ($C_7H_5N_3O_2$: 180.16) 46.0 % 以上、サリチル酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_3$: 160.10) 41.0 % 以上及びサリチル酸ナトリウム以外のナトリウム (Na : 22.99) 6.9 % 以下を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに溶けにくく、メタノールに極めて溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 20) はアルカリ性である。

本品は徐々に二酸化炭素を吸収し、テオブロミンを遊離して水に溶けにくくなる。

本品は光及び空気中の二酸化炭素により変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 10) 2 mL に希塩酸 0.2 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、少量の水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥する。この乾燥物 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発

乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(2) (1) で得た乾燥物 0.01 g を希酢酸 15 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とし、その 5 mL をとり、ピリジン溶液 (1 : 10) 5 mL を加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液 (1 : 5) 2 mL を加え、1 分間放置する。これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) (1) で得たる液をアンモニア試液で中和した液はサリチル酸塩の定性反応 (3) を呈する。

(4) (1) で得たる液はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.2 g を水 30 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、液の赤色が消えるまで希塩酸を加えた後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL、エタノール 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に、希硝酸 6 mL、エタノール 15 mL、フェノールフタレイン試液 1 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.015 % 以下)。

(3) 炭酸塩 本品 0.10 g を硫酸 1 mL に溶かすとき、泡だたない。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) カフェイン 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 ~ 6 滴及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム層をとり、水浴上でほとんど蒸発させた後、80 °C で 4 時間乾燥するとき、その残留物は 5.0 mg 以下である。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 C より濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (3 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法

(1) サリチル酸ナトリウム以外のナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 75 mL に溶かし、0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え、穏やかに 5 分間煮沸する。冷後、過量の硫酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールレッド試液 2 ~ 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 2.2990 mg Na

(2) テオブロミン

(1) の滴定後の液に 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加え、振り混ぜた後、遊離した硝酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴)。同様の方法で (1) の空試験の滴定後の液について空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 18.016 mg $C_7H_6NaO_2$

(3) サリチル酸ナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 10 mL に溶かし、フェノールレッド試液 1 滴を加え、希塩酸を加えて酸性とし、次にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし、時々振り混ぜながら 10 ~ 20 °C で 3 時間放置した後、ろ過する。沈殿を水 5 mL ずつで 4 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸 5 mL を加えた後、遊離したサリチル酸をクロロホルム/エーテル混液 (3 : 2) 20 mL ずつで 4 回抽出する。全抽出液を合わせ、水 10 mL で洗い、洗液をクロロホルム/エーテル混液 (3 : 2) 5 mL ずつで 2 回抽出し、先の抽出液に合わせ、エーテル及びクロロホルムを留去し、残留物を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液でフェノールレッド試液に対し中性としたエタノール 10 mL に溶かし、水 20 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールレッド試液 2 ~ 3 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 16.010 mg $C_7H_6NaO_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105639

酸化プロピレン

Propylene Oxide

本品は定量するとき、酸化プロピレン (C_3H_6O : 58.08) 14.26 ~ 17.61 vol % (18.0 ~ 22.0 %) を含む。

本品は酸化プロピレンを二酸化炭素 (CO_2 : 44.01) で希釈したものである。

性状 本品は無色のガスで、エーテル臭がある。

本品 1 mL は水に極めて溶けやすい。

本品 1000 mL は温度 0 °C、気圧 101.3 kPa で、約 2.065 g である。

本品の水溶液は、わずかに酸性である。

確認試験

(1) 本品 10 mL を酸化プロピレン検知管に通じるとき、検知剤のだいだい色は緑色に変わる。

(2) 本品 1000 mL を 10 mL の水に吸収させ、炭酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL ガンマー (パラニトロベンジル) ピリジンのアセトン水溶液 (1 : 50) 1 mL を加え、5 分間放置するとき青色を呈する。

(3) 本品 10 mL を二酸化炭素検知管に通じるとき、検知剤の青紫色は薄桃色に変わる。

(4) 本品は二酸化炭素 (日局) の確認試験 (2) を呈する。

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間、18 ~ 22 °C に保った後、20 °C で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとす。

(1) アルデヒド あらかじめ水浴中で 0 ~ 10 °C に冷却した水 150 mL を共栓吸収瓶中にとり、これに本品 75.000 mL を 300 mL/min で通じアルデヒドを吸収させる。この液を 500 mL の共栓三角フラスコにうつし、正確に 25 mL の亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1 : 500) を加え、栓をして

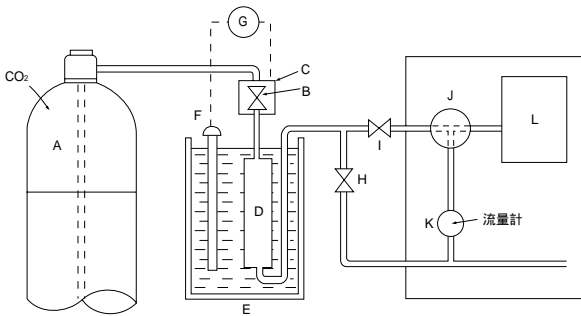
混和し、氷水浴中に 15 分間放置する。次にあらかじめ 0 ~ 10 ℃ に冷却した水 150 mL 及びデンプン試液約 2 mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素液でわずかに黄色を呈するまで滴定し、更に 0.05 mol/L ヨウ素液で青色が 1 分以内で消えてなくなるまで滴定する。ついで炭酸ナトリウム約 1 g を加え混和した後、0.005 mol/L ヨウ素液で液の淡青色が 1 分以内に消えなくなるまで滴定する (0.01 % 以下)。

アルデヒド含有量 (%)

$$= \frac{0.005 \text{ mol/L ヨウ素液の滴定量 (mL)} \times 0.00029}{\text{試料の重さ (g)}} \times 100$$

(2) 酸素及び窒素

(i) 装置 図に示すものを用いる。A は試料ガス (サイホン管耐圧金属製密封容器)、B は流量調整用ニードル弁、C 及び F はヒーター、D はコイル状気化器 (内径 3 mm、長さ 3 m)、E は恒温槽、G はヒーター調整用抵抗器、H は試料ガス放出弁、I はガスサンプラー入口弁、J はガスサンプラー、K は流量計、L はガスクロマトグラフ。



(ii) 操作法 G の抵抗器で C と F のヒーターを加熱して (C は 25 ~ 30 ℃、F は 65 ~ 75 ℃ の間の一定温度に調整)、コイル状気化器弁またガスクロマトグラフ装置を加熱し、ガスサンプラー、流量計を 45 ~ 55 ℃ にする。温度が一定となった後、弁 B、H、I を徐々に開き、コイル状気化器、配管内の空気を試料ガスで追い出し、次に弁 H を閉じて流量計 K の流量を弁 B の操作で 10 ~ 20 mL の一定値に調整し、ガスサンプラー J によって 1 回 1 ~ 5 mL の間の一定量をガスクロマトグラフに試料ガスを導入し、次の条件で試験を行う。空気のピーク面積 X を半値幅法によって求める。

別に混合ガス調整器に窒素 0.05 mL を採取し、更にキャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混和した後、試料と同様に操作し、窒素のピーク面積 X_s を半値幅法によって求めるとき、X は X_s より小さい。また、そのほかにピークを認めない。

検出器：熱伝導型検出器 (感度 1 mV)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 3 m のカラムに 177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用フルシン T (デメチルスルホラン 20 %) を充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分 20 ~ 50 mL 間の一定量、試料ガスサンプル管 1 ~ 5 mL の間の一定量。

水分 本品の水分測定には水分測定法を用いる。気体用吸収フラスコに水分測定用水分吸収剤 50 mL をとり、これをあらかじめ水分測定用試液で終点まで滴定してフラスコ内を無

水の状態にしておく。次に本品 300 mL/min の流量で約 50,000 mL 吸収フラスコへ通じ、水分を吸収させ、水分測定用試液で滴定する。(0.01 % 以下)

水 (H₂O) %

$$= \frac{\text{水分測定用試液の量 (mL)} \times \text{水分測定用試液の力価}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 100$$

定量法 酸化プロピレンの純度試験 (2) の酸素及び窒素の試験法を準用する。

別に標準酸化プロピレン (100 %) を同様の方法で試験を行う。

酸化プロピレン (vol %))

$$= \frac{\text{混合ガス中の酸化プロピレンチャートの面積}}{\text{標準酸化プロピレンチャート面積}} \times 100$$

貯法

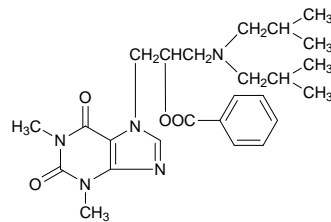
保存条件 室温で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。

109075

ジイソブチルアミノベンゾイルオキシプロピルテオフィリン

7 (3 Diisobutylamino 2 benzoyloxypropyl) theophylline



C₂₅H₃₅N₅O₄ : 469.58

本品を乾燥したものは定量するとき、ジイソブチルアミノベンゾイルオキシプロピルテオフィリン (C₂₅H₃₅N₅O₄) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸、酢酸エチル、アセトン又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 滴を加え、振り混ぜて溶かした液に、ヨウ素試液 3 滴を加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 60000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 230 nm 及び 272 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。

融点 102 ~ 106 ℃

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.50 g に希塩酸 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 0.60 g に水 20 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.015 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 0.50 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (3:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。
- (6) 硫酸呈色物 本品 0.20 g について、試験を行うとき、液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

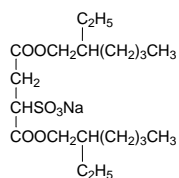
0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.479 mg $C_{20}H_{37}NaO_7S$

貯法 容器 密閉容器。

120006

ジオクチルソジウムスルホサクシネート

Diocetyl Sodium Sulfosuccinate



$C_{20}H_{37}NaO_7S$: 444.56

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ジオクチルソジウムスルホサクシネート ($C_{20}H_{37}NaO_7S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色のろう状又は樹脂状物質で、オクチルアルコールのような特異なにおいがある。

本品はエーテルに極めて溶けやすく、エタノール又はクロ

ロホルムに溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくい。本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品を赤外吸収スペクトル測定用の塩化ナトリウム窓板にとり、アセトン 1 滴を加えた後、速やかに他の 1 枚をかぶせる。2 枚の塩化ナトリウム窓板をよくこすり合わせた後、2 枚を離し、アセトンを蒸発させる。この試料につき、赤外吸収スペクトル測定法の薄膜法により測定するとき、波数 2940 cm^{-1} , 2860 cm^{-1} , 1729 cm^{-1} , 1218 cm^{-1} 及び 1044 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (2) 本品 1 g を強熱して灰化し、冷後、残留物に水 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 12.5 g をエタノール 50 mL に溶かし、密栓して放置するとき、液は 24 時間以内には濁らない。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸のメタノール溶液 (1:2) を均等に噴霧し、130 ~ 140 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 2.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 14.5 ~ 17.5 % (脱水物に換算して 1 g)。

定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、クロロホルム 50 mL に溶かす。これにソルト試液 50 mL 及びブロムフェノールブルー試液 0.5 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.005 mol/L ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム液で滴定し、終点より約 1 mL 前で密栓して約 2 分間激しく振り混ぜる。滴定は 2 滴ずつ滴加し、その度に密栓して約 10 秒間激しく振り混ぜた後、約 10 秒間放置する。ただし、滴定の終点はクロロホルム層が青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

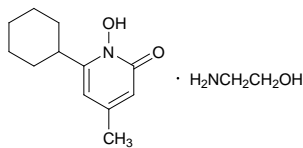
0.005 mol/L ヨウ化テトラ *n* ブチルアンモニウム液 1 mL = 2.2228 mg $C_{20}H_{37}NaO_7S$

貯法 容器 気密容器。

101468

シクロピロクスオラミン

Ciclopirox Olamine

 $C_{12}H_{17}NO_2 \cdot C_2H_7NO : 268.35$

本品を乾燥したものは定量するとき、シクロピロクスオラミン ($C_{12}H_{17}NO_2 \cdot C_2H_7NO$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦く、舌を麻ひする。

本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく、ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にメタノール 5 mL を加えて溶かし、希酢酸 1 mL を加えて振り混ぜ、硫酸第一鉄試液 5 滴を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 0.5 g に希水酸化ナトリウム試液 15 mL を加えて溶かし、希塩酸 30 mL を加えた後、エーテル 50 mL ずつで 2 回抽出する。抽出液を合わせ、水 30 mL で洗い、無水硫酸ナトリウム 2 g を加え、よく振り混ぜながら 10 分間放置した後、ろ過し、水浴上でエーテルを留去する。残留物を *n* ヘキサンから再結晶し、80 °C で 4 時間乾燥するとき、その融点は 141 ~ 144 °C である。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 231 nm 及び 301 ~ 305 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (303 nm): 260 ~ 280 (乾燥後, 0.01 g, メタノール, 1000 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用ポリアミド (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/0.2 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム・水酸化ナトリウム試液/ジオキサン/メチルエチルケトン/アンモ

ニア試液混液 (8 : 8 : 2 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.15 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

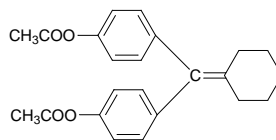
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 26.835 mg $C_{12}H_{17}NO_2 \cdot C_2H_7NO$

貯法 容器 気密容器。

101625

シクロフェニル

Cyclofenil

 $C_{23}H_{24}O_4 : 364.43$

本品を乾燥したものは定量するとき、シクロフェニル ($C_{23}H_{24}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルム又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 : 1000) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール飽和溶液及び水酸化ナトリウムのエタノール飽和溶液 0.5 mL ずつを加え、水浴上で 1 分間加温して溶かし、冷後 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて酸性とし、塩化第二鉄溶液 (1 : 100) 0.1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の氷酢酸溶液 (1 : 500) 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき試液の赤色は直ちに消える。

(3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm に吸収の極大を示す。

融点 37 ~ 141 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びジ

メチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える。(20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g にクロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にこの液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L を正確に量り、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に四塩化炭素/酢酸エチル混液 (6:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (10 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 245 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

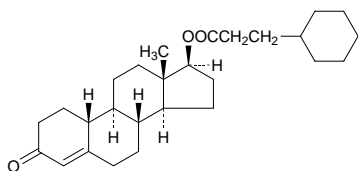
$$\text{シクロフェニル (C}_{23}\text{H}_{24}\text{O}_4\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{467} \times 10000$$

貯法 容器 気密容器。

104426

シクロヘキシルプロピオン酸 ナンドロロン

Nandrolone Cyclohexanepropionate



C₂₇H₄₀O₃: 412.60

本品を乾燥したものは定量するとき、シクロヘキシルプロピオン酸ナンドロロン (C₂₇H₄₀O₃) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、酢酸エチル又はエーテルに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、ヘキ

サンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g にエタノール/硫酸混液 (1:1) 15 mL を加えて溶かし、この液に紫外線を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) の吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D²⁰: +39 ~ +43 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.2 g, エタノール, 10 mL, 100 mm)。

融点 78 ~ 81 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 酸 本品 0.5 g にプロムチモールブルー試液に対して中性としたエタノール 10 mL を加えて溶かし、プロムチモールブルー試液 2 滴を加え、直ちに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液の色は淡青色である。

(2) 重金属 本品 2.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (8 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキササン混液 (1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.05 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

シクロヘキシルプロピオン酸ナンドロロン

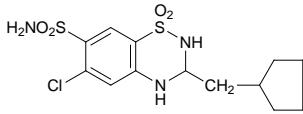
$$\text{(C}_{27}\text{H}_{40}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{422} \times 10000$$

貯法 容器 密閉容器。

101627

シクロペンチアジド

Cyclopenthiiazide

 $C_{13}H_{16}ClN_3O_4S_2$: 379.88

本品を乾燥したものは定量するとき、シクロペンチアジド ($C_{13}H_{16}ClN_3O_4S_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、ジオキサン又はジメチルスルホキシドにやや溶けやすく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 237 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のアセトン溶液 (1 : 5000) 1 mL に希塩酸 3 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、水 3 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (271 nm) : 550 ~ 610 (乾燥後, 1 mg, エタノール, 100 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 100 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 芳香族第一アミン 本品 0.10 g をとり、ジオキサンを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 10 mL を正確に量り、ジオキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、氷冷しながら 2 mol/L 塩酸試液 20 mL を加える。更に亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えて振り混ぜた後、氷冷しながら 3 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 2.0 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置した後、シウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 50 mL とし、5 分間放置した液につき、ジオキサン 20 mL に 2 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 525 nm における吸光度を測定するとき、0.085 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ジメチルスルホキシド 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウム

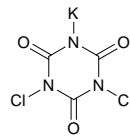
ヒドロキシド液 1 mL = 18.994 mg $C_{13}H_{16}ClN_3O_4S_2$

貯法 容器 気密容器。

005207

ジクロロイソシアヌール酸カリウム

Potassium Dichloroisocyanurate

 $C_3Cl_2KN_3O_3$: 236.05

本品を定量するとき、有効塩素 (Cl : 35.45) 58.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粉末で、強い塩素臭のにおいがある。

本品は水に溶けやすく、アセトンに溶けにくい。

本品は吸湿すると徐々に分解する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にヨウ化カリウム試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は黄色～黄褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g をとり、水 5 mL を加えて溶かし、*n*-ブチルアミン 1 mL 及び硫酸銅試液 3 滴を加えるとき、赤紫色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 : 1000) はカリウム塩の定性反応 (3) 及び (4) を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 5.8 ~ 6.2 である。

定量法 本品約 1.0 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かす。これにヨウ化カリウム試液 50 mL 及び希塩酸 10 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬：デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.5453 mg Cl

貯法

保存条件 なるべく乾燥した冷所に保存する。

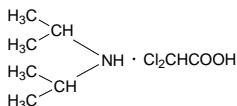
容器 密閉容器。

109076

ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン

Diisopropylamine Dichloroacetate

ジイソプロピルアミン ジクロロ酢酸塩

 $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2 : 230.13$

本品を乾燥したものは定量するとき、ジクロロ酢酸ジイソプロピルアミン ($C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状

本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水、メタノール又は氷酢酸に極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.2 g にアセトアルデヒド溶液 (1 → 20) 5 滴、ニトロプルシドナトリウム試液 1 滴及び炭酸ナトリウム試液 3 ~ 5 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g を水 10 mL に溶かし、抱水ヒドラジン溶液 (1 → 10) 1 mL を加え、沸騰水浴中で 15 分間加熱する。冷後、レゾルシン硫酸試液 2 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、水 5 mL 及び酢酸エチル 10 mL を加えて 5 分間振り混ぜ、遠心分離する。酢酸エチル層をとり、これに炭酸ナトリウム試液 2 mL を加え、5 分間振り混ぜて放置した後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、水層は黄緑色の蛍光を発する。

(3) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 mL を加え、水浴上で 20 分間加熱し、冷後、水 5 mL 及び硝酸を加えて酸性とした液は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 7.0 である。

融点 120 ~ 124 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える (0.018 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.30 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/氷酢酸混液 (2 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒ

ドリン試液を均等に噴霧した後、105 °C で 20 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

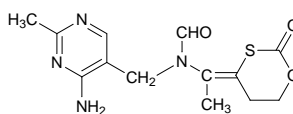
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.013 mg $C_6H_{15}N \cdot C_2H_2Cl_2O_2$

貯法 容器 気密容器。

005210

シコチアミン

Cyclothiamine

 $C_{13}H_{16}N_4O_3S : 308.36$

本品を乾燥したものは定量するとき、シコチアミン ($C_{13}H_{16}N_4O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール、アセトン又はクロロホルムにやや溶けにくく、水又はエタノールに溶けにくい。

本品の飽和水溶液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

融点: 約 180 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 10 mL 及び希塩酸 0.5 mL を加えて溶かし、ピクリン酸試液 20 mL を加え、時々振り混ぜながら 20 分間放置する。生じた沈殿をろ取り少量の水で洗った後、105 °C で 30 分間乾燥するとき、その融点は約 209 °C (分解) である。

(2) 本品 5 mg に酢酸鉛試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 1 mL の混液を加えて加温するとき、液は褐色を呈し、放置するとき黒褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 5 mg に新たに煮沸し冷却した水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えて溶かし、水酸化バリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じ、更に希塩酸を加えるとき、沈殿は溶ける。

(4) 本品 5 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、500 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 243 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とするとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g に炭酸ナトリウム試液 5 滴を加えて潤し、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱して炭化し、更に強熱して灰化し、冷後、希硝酸 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を

行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に炭酸ナトリウム試液 5 滴を加え、水浴上で蒸発乾固した後、更に強熱し、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.053 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 遊離チアミン 本品 0.10 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、5 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 5 mg をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/塩酸混液 (200 : 200 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもそのだいたい色より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザリニン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.836 mg $C_{13}H_{16}N_4O_5S$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

103874

シコンエキス

Lithospermum Root Extract

本品は定量するとき、シコン系色素〔シコン ($C_{16}H_{16}O_5$: 288.30) として〕 30.0 ~ 65.0 % を含む。

製法

本品はムラサキ〔*Lithospermum erythrorhizon* Siebold et Zuccarini (*Boraginaceae*)〕の乾燥根シコンを粗切し、エーテルで抽出して得たエキスである。

性状 本品は濃赤色～黒色の液状又はペースト状で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をエタノール 5 mL に溶かすとき、液は赤色～暗赤色を呈する。この液に水酸化カリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色～濃青紫色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 15 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製し

た薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/ギ酸混液 (850 : 150 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。試料溶液及び標準溶液から得たさえた赤紫色のスポットの R_f 値は等しい。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、以下第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 5.0 mL を加える (50 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をるつばにとり、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点化して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) テラクリルシコニン 本品 0.15 g をとり、クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にテラクリルシコニン標準品 1.0 mg をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/ギ酸混液 (850 : 150 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のさえた赤紫色のスポットより濃くない。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

灰分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水酸化カリウム試液 20 mL ずつで 3 回抽出し、抽出液を合わせ、水酸化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、ヘキサン 5 mL ずつで 3 回抽出し、抽出液を合わせ、ヘキサンを加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にシコニン標準品を 105 $^{\circ}C$ で 3 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、ヘキサンに溶かし、正確に 500 mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、ヘキサンを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 517 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シコニン系色素〔シコニン ($C_{16}H_{16}O_5$) として〕の量 (mg)

$$= \text{シコニン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 5$$

貯法 容器 気密容器。

002184

次サリチル酸ビスマス

Bismuth Subsalicylate

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスマス (Bi : 208.98) 55.6 ~ 59.2 % を含む。

性状 本品は白色～微帯黄白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は酢酸に溶けにくく、水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、希硝酸又は希硫酸に温時溶ける。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を強熱するとき、炭化して最後に黄色の物質を残す。この残留物はビスマス塩の定性反応を呈する。

(2) 本品はサリチル酸塩の定性反応(1)を呈する。また、本品 0.1 g に希塩化第二鉄試液 10 mL を加え、よく振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 5.0 g をるつぼにとり、強熱して得た残留物を注意しながら硝酸 5 mL に加温して溶かした後、蒸発乾固する。冷後、残留物に塩酸 5 mL を加えて溶かし、水 50 mL を加えた後、アンモニア試液で中和する。生じた沈殿をろ過し、水で洗い、ろ液及び洗液を合わせて 100 mL とする。この液 40 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液として、試験を行う。比較液は硝酸 2 mL を蒸発乾固し、冷後、塩酸 2 mL 及び水 20 mL を加え、アンモニア試液で中和した後、0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.024 % 以下)。

(2) 硝酸塩 本品 0.05 g にサリチル酸ナトリウム 0.10 g 及び水 5 mL を加え、よく振り混ぜ、これを硫酸 5 mL 上に注意して層積するとき、接界面は赤褐色を呈しない。

(3) 銅 本品 0.5 g をるつぼにとり、強熱して得た残留物を水浴上で加温しながら硝酸 5 mL を加えて溶かした後、水を加えて 25 mL とする。この液にアンモニア試液 25 mL を加えてアルカリ性とし、生じた沈殿をろ過するとき、ろ液は青色を呈しない。

(4) 鉛 本品 1.0 g をるつぼにとり、強熱して得た残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし、小火炎を用いて蒸発乾固する。冷後、残留物に水酸化カリウム溶液(16) 5 mL を加え、注意しながら 2 分間煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液を試験管にとり、クロム酸カリウム試液 10 滴を加え、氷酢酸 0.6 mL を加えて酸性にすると、液は混濁又は黄色の沈殿を生じない。

(5) 銀 本品 1.0 g をるつぼにとり、硫酸少量を加えて潤して徐々に加熱し、白煙が生じなくなった後、強熱して得た残留物を水浴上で加温しながら硝酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 20 mL とする。この液に希塩酸 2～3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(6) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に酢酸 40 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し、直ちに硫化水素をじゅうぶんに通じた後、生じた沈殿をろ過し、残留物を水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

(7) ヒ素 本品 0.40 g を水酸化カルシウム 0.20 g とよく混ぜ、強熱して得た残留物に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行

う(5 ppm 以下)。

(8) サリチル酸 本品 1.0 g にクロロホルム 20 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を常温で蒸発し、デシケーター(シリカゲル)で 2 時間乾燥するとき、残留物は 5.0 mg 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、希硝酸 10 mL を加え、15 分間振り混ぜ、エタノール 5 mL を加えて遊離したサリチル酸を溶かした後、水 50 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する(指示薬:キシレノールオレンジ試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 4.180 mg Bi

貯法

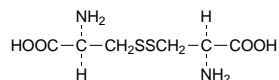
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

103758

L シスチン

L Cystine



$\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$: 240.30

本品を乾燥したものは定量するとき、L シスチン

($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の飽和水溶液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、80 °C で 2 分間加熱するとき、液は紫色～赤紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1622 cm^{-1} 、1585 cm^{-1} 、1487 cm^{-1} 及び 1408 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -215 ~ -230 °(乾燥後, 1 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.6 g を希塩酸 5 mL に溶かし、水を加えて 45 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える(0.028 % 以下)。

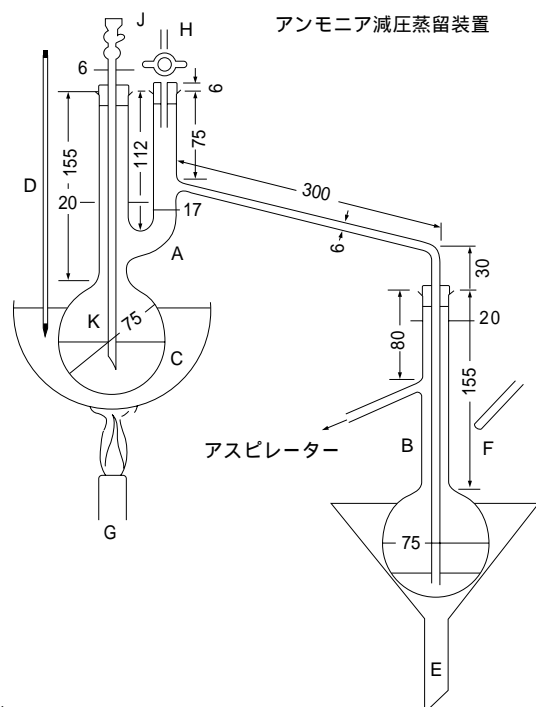
(3) アンモニウム 本品 0.25 g を減圧蒸留用フラスコ A にとり、水 140 mL 及び酸化マグネシウム 2 g を加え、減圧蒸留装置を連結する。受器 B には吸収液としてホウ酸溶液(1/200) 20 mL を入れ、減圧蒸留用フラスコの枝

の先端を吸収液に浸し、60℃の水浴中で、留液 60 mL を得るまで蒸留する。枝の先端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、水を加えて 100 mL とし、検液とする。比較液はアンモニウム標準液 5.0 mL を量り、減圧蒸留用フラスコ A にとり、以下検液の調製法と同様に操作する。検液及び比較液につき、試験を行う (0.02 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のアミノ酸 本品 0.20 g をとり、0.5 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層



単位 mm

A : 減圧蒸留用フラスコ 200 mL

B : 受器フラスコ 200 mL

C : 水

D : 温度計

E : 漏斗

F : 冷却水

G : ガスバーナー

H : ガラスコック

J : スクリューコック付きゴム管

K : 突沸防止用ガラス管

クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/強アンモニア水混液 (67 : 33) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100℃で 30 分間乾燥する。これにニヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80℃で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

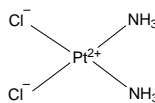
0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.2015 mg $C_6H_{12}N_2O_4S_2$

貯法 容器 気密容器。

108582

シスプラチン

Cisplatin



$H_2Cl_2N_2Pt$: 300.05

本品を乾燥したものは定量するとき、シスプラチン ($H_2Cl_2N_2Pt$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、水又は生理食塩液に溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 2000) 5 mL に塩化第一スズ溶液 (1 : 100) 2 ~ 3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 : 1000) 溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 299 ~ 303 nm に吸収の極大を示し、244 ~ 250 nm に吸収の極小を示し、265 ~ 280 nm に吸収の肩を示す。

(3) 本品及びシスプラチン標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとシスプラチン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 2000) は塩化物の定性反応 (1) を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (309 nm) : 5.5 ~ 5.8 (乾燥後, 0.01 g, ジメチルホルムアミド, 10 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) アンミニトリクロロ白金酸アンモニウム 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。定量法の項で得た試料溶液を用いる。別にアンミニトリクロロ白金酸アンモニウム標準品を 80℃で 3 時間乾燥し、その 0.010 g を正確に量り、塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 : 1000) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 : 1000) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確に量り、以下定量法に記載の方法により試験を行う。それぞれの液のアンミニトリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積 A_T 及び A_S を比較するとき、 A_T は A_S を超えない。

乾燥減量 0.1 % 以下 (0.5 g, 105℃, 4 時間)。

定量法 本品及びシスプラチン標準品を乾燥し、その約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれを塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (9 : 1000) に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び

標準溶液 25 μ L ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のシスプラチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{シスプラチン (H}_6\text{Cl}_2\text{N}_2\text{Pt) の量 (mg)} \\ &= \text{シスプラチン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：210 nm）
 カラム：内径約 8 mm，長さ約 50 cm のステンレス管に約 20 μ m の液体クロマトグラフ用ポリヒドロキシメタクリレート系樹脂を充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：生理食塩液
 流量：シスプラチンの保持時間が約 25 分になるように調整する。
 カラムの選定：シスプラチン標準品及びアンミントリクロロ白金酸アンモニウム標準品 5 mg ずつを塩化ナトリウムの 0.01 mol/L 塩酸試液溶液（9 1000）20 mL に溶かす。この液 25 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アンミントリクロロ白金酸アンモニウム、シスプラチンの順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

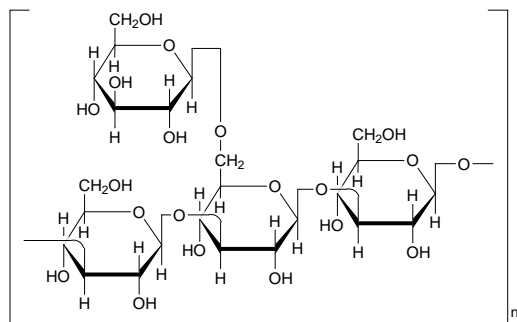
試験の再現性：標準溶液 25 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 0.6 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

108940

シゾフィラン

Sizofiran



(C₂₄H₄₀O₂₀)_n

本品は *Schizophyllum commune* Fries により生産された抗腫瘍性多糖類の糖鎖を短縮したもので、1 3 結合を主鎖とし、1 6 結合の側鎖を有する高分子グルカンで、平均分子量は約 450000 である。

本品を乾燥したものは定量するとき、シゾフィラン ((C₂₄H₄₀O₂₀)_n) 95 ~ 105 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の繊維状、薄板状又は平板状の塊片で、におい及び味はない。

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、水にやや溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品を新たに煮沸し冷却した水に溶かした液（1 100）の pH は 4.5 ~ 7.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液（1 1000）1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗緑色に変化する。

(2) 本品の水溶液（1 400）2 mL にホウ酸ナトリウム（1 20）2 mL 及び塩化セチルピリジニウム（1 1000）10 mL を加えて振り混ぜるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.07 g にコンゴレッド溶液（1 2500）1 mL を加え、更に 0.14 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、全量を 25 mL とする。この液につき吸収スペクトル測定法により試験を行うとき、波長 506 ~ 516 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品をデシケーター（減圧，五酸化リン）で、16 時間乾燥し、その 3 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm⁻¹，2940 cm⁻¹，1250 cm⁻¹，1050 cm⁻¹ 及び 890 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(5) 本品 0.01 g に pH 4.0 の McIlvaine 緩衝液 1 mL を加えて溶かし、これに exo 1.3 グルカナーゼを 1 単位加え、40 $^{\circ}$ C の恒温槽中で 1 時間振り混ぜた後、水浴中で 1 分間加熱し、試料溶液とする。別に、ブドウ糖 0.050 g 及びゲンチオピオース 0.050 g を正確に量り、pH 4.0 の McIlvaine 緩衝液に溶かして 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のブドウ糖及びゲンチオピオースのピーク面積を自動積分法により測定し、次の式に従い R を求めるとき 0.9 ~ 1.2 である。

$$R = \frac{A_S - \text{Glc}}{A_S - \text{Gen}} \times \frac{A_T - \text{Gen}}{A_T - \text{Glc}}$$

$A_S - \text{Glc}$ ：標準溶液のブドウ糖のピーク面積

$A_S - \text{Gen}$ ：標準溶液のゲンチオピオースのピーク面積

$A_T - \text{Glc}$ ：試料溶液のブドウ糖のピーク面積

$A_T - \text{Gen}$ ：試料溶液のゲンチオピオースのピーク面積

操作条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用プロピルアミノ化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液（13 : 7）

流量：ブドウ糖の保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定：ブドウ糖及びゲンチオピオース 0.050 g ずつを量り、pH 4.0 の McIlvaine 緩衝液を加えて溶かし、10 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ブドウ糖、ゲンチオピオースの順に溶出し、その分離度を求め 1.5 以上のものを用いる。

旋光度 [α]_D²⁰：+18.0 ~ +24.0 $^{\circ}$ （乾燥後，1 g，水，100 mL，100 mm）。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う、比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う、比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える (0.036 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g に硫酸マグネシウム水溶液 (1 4) 4 mL を加えて混和し、水浴上で蒸発乾固した後、徐々に加熱して炭化する。冷後、硫酸 1 mL を加え、注意して加熱した後、強熱し、灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 2 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液を 1 滴加えた後、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は硫酸マグネシウム水溶液 (1 4) 4 mL に硫酸 1 mL 及び 2 mL を加え、注意して加熱した後、強熱する。冷後、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g に硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 10) 20 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(6) 窒素 本品を乾燥し、その約 2.0 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N: 14.007) の量は 0.020 % 以下である。ただし、分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし、加える水酸化ナトリウム溶液 (2 5) の量は 45 mL とする。

(7) 還元性物質 本品を乾燥し、その 0.30 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖を 105 °C で 6 時間乾燥し、その 0.30 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて 50 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り、アルカリ銅試液*5 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1 40) 1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え、0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する。(指示薬: デンプン試液 2 mL)。

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である。

(8) ブドウ糖 本品 0.20 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖 0.02 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄

層板にスポットし、風乾する。次に、イソプロパノール/水/n ブタノール混液 (12:4:3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにフェノール溶液 (1 20) を均等に噴霧した後、薄めた硫酸 (1 2) を均等に噴霧し、110 °C で 30 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは褐色を呈し、試料溶液から得た原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(9) アセトン アルコール数測定法の第 1 法の装置を準用し、本品 1.0 g を正確に量り、蒸留フラスコに入れ、水 30 mL を加え、沸騰石を入れた後、注意して蒸留する。留液はあらかじめ氷水で冷却した共栓メスシリンダーに約 8 mL をとり、更に水を加えて、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にアセトン 0.50 g を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μL ずつをとり、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のアセトンのピーク高さは標準溶液のそれより小さい。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス製カラムにポリオキシエチレン (10) オクチルフェニルエーテルを 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 70 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: アセトンの保持時間が約 2 分になるように調整する。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 16 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

粘 度

(1) シゾフィラン 本品を乾燥し、その 5 mg ~ 0.15 g の間の適当な量を精密に量り、水を加えて溶かして正確に 20 mL とし、試料溶液とする。ただし、試料溶液濃度 (g/100 mL) は、相対粘度 η_{rel} が 1.1 ~ 1.8 の範囲にあるように調製する。試料溶液及び水につき、25 °C で粘度測定法第 1 法により試験を行い、試料溶液及び水の流下時間 (秒) を測定する。ただし、粘度計は、その概略の定数 $K = 0.005$ (mm²/s²) の粘度計を用いる。

次の式を用いて本品の水溶液中における極限粘度 [] を計算するとき、[] は 3.0 ~ 6.0 の範囲にある。

$$[] = \frac{1 - \sqrt{1 - 0.32 \ln \frac{\text{試料溶液の流下時間 (秒)}}{\text{水の流下時間 (秒)}}}{0.16 \times \text{試料溶液の濃度 (g/100 mL)}}$$

(2) 高分子分画 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とした後、25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 5 ~ 15 % の沈殿を得るのに必要な量のアセトン (通例、25 ~ 35 mL を徐々に加える。次に温度を 50 °C まで上げて沈殿を溶かした後、徐々に温度を下げ、25 ± 1 °C で 15 時間以上放置して再び生成させた後、遠心分離して上澄液を除く、得られた沈殿を水に溶かして凍結乾燥し、更にデシケーター (減圧, 五酸化リ

ン)で、16 時間乾燥し、乾燥物につき、(1)を準用して極限粘度を測定するとき、9.0 以下である。

(3) 低分子分画 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とした後、 25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 85 ~ 95 % の沈殿を得るのに必要なアセトン(通例、40 ~ 55 mL)を徐々に加える。次に温度を 50 °C まで上げて沈殿のほとんどを溶かした後、徐々に温度を下げ、 25 ± 1 °C で 15 時間以上放置して再び沈殿を生成させた後、遠心分離して沈殿を除き、上澄液を減圧で留去する。得られた残量物を水に溶かして凍結乾燥し、更にデシケーター(減圧、五酸化リン)で、16 時間乾燥し、乾燥物につき、(1)を準用して極限粘度を測定するとき、0.5 以上である。

抗原性試験 本品 1.0 g をとり、生理食塩液に溶かし 100 mL とし、試料溶液とする。

体重 250 ~ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い、第 1 日目及び第 3 日目、第 5 日目に試料溶液 1.0 mL を腹腔内に注射する。別に対照として、同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する。第 15 日目に 2 匹、第 22 日目に残りの 2 匹に、試料溶液を注射したモルモットには試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する。注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難、虚脱又は致死を観察するとき、本品によって感作したモルモットは前記の症状を示さない。

ただし、馬血清によって感作されたモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難または虚脱を示し、3 匹以上が死亡する。

毒性試験 本品 1.0 g をとり、生理食塩液を加えて溶かし、100 mL とし、試料溶液とする。

体重約 20 g の栄養状態のよい健康なマウス 5 匹を使用し、それぞれに試料溶液 0.4 mL を静脈内に注射するとき、注射後 72 時間以内にいずれも死亡しない。注射後 72 時間以内に死亡したものがあるときは、更に体重 19.5 ~ 20.5 g のマウス 10 匹につき、試験を繰り返し、72 時間以内にそのいずれもが生ずる。

発熱性物質試験 本品 1.0 g をとり、生理食塩液を加えて溶かし 100 mL とする。この液につき試験するとき、発熱性物質陰性である。ただし、試験用量はウサギ体重 1 kg につき 1 mL とする。

抗腫瘍試験 体重 20 ~ 25 g の栄養状態のよい健康な Jcl : ICR マウスを試験群、対照群それぞれ 10 匹以上ずつ同数を用いる。Jcl : ICR マウスで継代した Sarcoma 180 の細胞(1 週間後の腹水)約 2×10^6 個をリン酸塩等張緩衝液で希釈し、0.1 mL とした液を試験群及び対照群のマウスの鼠径部皮下に移植する。試験群は腫瘍移植後 24 時間に、マウスの体重 1 kg につき本品 10 mg になる量を取り、生理食塩液を加えて溶かし 0.05 mL とした液を、大腿部に筋肉注射する。対照群は腫瘍移植後 24 時間に、生理食塩液 0.05 mL を大腿部に筋肉注射する。腫瘍移植後 31 日に腫瘍を摘出して質量を計り、各群の平均質量を求め、次の式によって計算するとき、抑制率は 80 % 以上である。

$$\text{抑制率}(\%) = \left(1 - \frac{\text{試験群の平均腫瘍質量}(\text{g})}{\text{対照群の平均腫瘍質量}(\text{g})}\right) \times 100$$

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水

25 mL を加えて時々振り混ぜながら溶かし、16 時間放置した後、更に水を加えて全量を正確に 50 mL とし、A 液とする。A 液及び水それぞれ 5 mL ずつを正確に共栓付遠沈管にとり、ホウ酸ナトリウム溶液(1 : 20)5 mL ずつを正確に加えてよく振り混ぜ、更に塩化セチルピリジニウム溶液(1 : 1000)10 mL 及び 0.01 mol/L 硫酸ナトリウム溶液 10 mL ずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後、30 分間放置(30 ± 1 °C)する。それぞれの液を遠心分離(12000 min^{-1} , 30 分間, 25 ± 3 °C)し、上澄液 1 mL ずつを正確に量り、水を加えて全量を正確に 5 mL とし、それぞれ試料溶液(T)及び空試験液(B)とする。別に、シゾフィラン標準品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、以下、本品と同様に操作して得られた液を標準溶液(S)とする。試料溶液、空試験液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 259 nm における吸光度 A_T 、 A_B 及び A_S を測定する。

シゾフィラン($(\text{C}_{24}\text{H}_{40}\text{O}_{20})_n$)の量(mg)

$$= \text{シゾフィラン標準品の量}(\text{mg}) \times \frac{A_B - A_T}{A_B - A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

100940

次炭酸ビスマス

Bismuth Subcarbonate

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスマス(Bi : 208.98)80.0 ~ 82.5 % を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の粉末で、におい及び味はない。本品は水、酢酸、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は塩酸又は硝酸に泡だって溶ける。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品はビスマス塩の定性反応を呈する。

(2) 本品は炭酸塩の定性反応(1)を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 2 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし、これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は硝酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 5.0 g に塩酸 8 mL を加えて溶かし、水 50 mL を加えた後、アンモニア試液で中和する。生じた沈殿をろ過し、水で洗い、ろ液及び洗液を合わせて 100 mL とする。この液 40 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3.2 mL に水 20 mL を加え、アンモニア試液で中和した後、0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.024 % 以下)。

(3) 硝酸塩 本品 0.10 g に薄めた硫酸第一鉄試液(1 : 2)5 mL を加えて振り混ぜ、これを硫酸 5 mL 上に注意して層積するとき、接界面は赤褐色を呈しない。

(4) 銅 本品 0.5 g に希塩酸 25 mL を加えて溶かす。この液にアンモニア試液 25 mL を加えてアルカリ性とし、

生じた沈殿をろ過するとき、ろ液は青色を呈しない。

(5) 鉛 本品 1.0 g をとり、水酸化カリウム溶液(1/6) 5 mL を加え、注意しながら 2 分間煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液を試験管にとり、クロム酸カリウム試液 10 滴を加え、氷酢酸 0.6 mL を加えて酸性にすると、液は混濁又は黄色の沈殿を生じない。

(6) 銀 本品 1.0 g に硝酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 20 mL とする。この液に希塩酸 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(7) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に酢酸 40 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し、直ちに硫化水素をじゅうぶんに通じた後、生じた沈殿をろ過し、残留物を水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

(8) ヒ素 本品 0.40 g に塩酸 2 mL 及び水 3 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う(5 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、薄めた硝酸(2/5) 5 mL を加え、加温して溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 200 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する(指示薬: キシレノールオレンジ試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 4.180 mg Bi

貯法

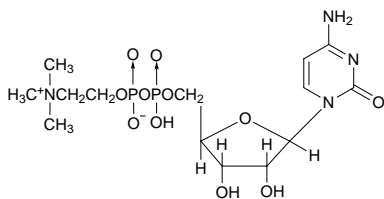
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

005212

シチコリン

Citicoline



$C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$: 488.32

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、シチコリン($C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール、アセトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1 mg に希塩酸 3 mL 及び臭素試液 1 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱し、空気を吹き込んで臭素を除

いた後、オルシンのエタノール溶液(1/10) 0.2 mL を加え、次いで硫酸第二鉄アンモニウムの塩酸溶液(1/1000) 3 mL を加え、水浴中で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水浴中で 60 分間加熱した後、水冷し、ライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.2 g をろつばにとり、水酸化ナトリウム試液 4 滴を加えて潤し、注意しながら弱く加熱して炭化する。次に希硝酸 10 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱した後、水 10 mL を加え、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム試液を加えて中和した液は、リン酸塩の定性反応を呈する。

(4) 本品 3 mg に 0.01 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて溶かした液の吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 2.5 ~ 3.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 8 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 10.0 mL を用いる(0.05 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) 遊離リン酸 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かし、これにモリブデン酸アンモニウムの 0.5 mol/L 硫酸溶液(1/40) 1 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 0.5 mL を加え、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液の色より濃くない。

比較液: リン酸標準液 4.0 mL に水を加えて 10 mL とし、以下同様に操作する。

(6) 5 シチジル酸 定量法の試料溶液調製後のイオン交換樹脂カラムにつき、100 mL のメスフラスコを受器として 0.01 mol/L 塩酸で溶離する。通過液を合わせ正確に 100 mL とした後、試料と同様に操作して調製した空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T を測定する。 A_T 、定量法で採取した試料量(W_T mg) 及び標準品の量(W_S mg)、定量法で求めた標準品についての吸光度(A_S) 並びに標準品の乾燥減量(L_S %) 及び試料の乾燥減量(L_T %) から、次の式によって計算するとき、5 シチジル酸の量は 1.0 % 以下である。

$$5 \text{ シチジル酸 } (C_8H_{14}N_2O_6P) \text{ の量 } (\%) = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{100 - L_S}{100 - L_T} \times 50 \times 0.6618$$

乾燥減量 5.0 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 100 °C, 4 時間)。

定量法 本品及びシチコリン標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれ水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。それぞれの各液 3 mL ずつを正確に量り、強塩基性イオン交換樹脂カラムに通し、次に、あらかじめ 0.1 mol/L 塩酸

試液 20.0 mL を入れた 200 mL のメスフラスコを受器として、薄めた 0.1 mol/L 塩化ナトリウム試液 (1 : 10) で溶解し、通過液を合わせて、正確に 200 mL とし、それぞれ試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、試料及びシチコリン標準品と同様の操作を行って得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シチコリン ($C_{14}H_{28}N_4O_{11}P_2$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したシチコリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 冷所に保存する。

容器 気密容器。

108683

シデフェロン

Cideferron

本品はデキストリン及びクエン酸が配位した水酸化第二鉄の高分子錯体である。

本品を乾燥したものは定量するとき、鉄 (Fe : 55.85) 39.0 ~ 45.8 % を含む。

性状 本品は褐色の粉末で、におい及び味はない。

本品は熱湯にやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水に徐々に溶解する。

本品は塩酸に溶ける。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希硫酸 25 mL 及び水 25 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL に α ナフトールのエタノール溶液 (1 : 50) 5 mL 及び硫酸 3 mL を滴加するとき、液は紫色を呈する。

(2) (1) の試料溶液は第二鉄塩の定性反応を呈する。

(3) 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、水浴中で 1 時間加熱して溶かし、冷後、塩酸 1 mL 及びメタノール 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を水 1 mL に溶かした液はクエン酸塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、水浴中で 1 時間加熱して溶かし、冷却した液の pH は 7.6 ~ 8.8 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとり、水 10 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 1 時間加熱して溶かした液は濃い褐色である。冷後、この液をろ過し、ろ紙を水 20 mL で洗った後、観察するとき、ろ紙上に残留物を認めない。

(2) 遊離クエン酸 本品 1.5 g をとり、水 20 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 1 時間加熱して溶かし、冷後、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別にクエン酸 0.10 g をとり、水 25 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/強アンモニア水/水混液 (25 : 4 : 3) を展開溶媒と

して約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに重クロム酸カリウム・硫酸試液^{*}を均等に噴霧するとき、試料溶液には標準溶液から得たスポットと同じ位置にスポットを認めない。

(3) 塩化物 本品 0.10 g をとり、水 25 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした後、硝酸 3 mL を加え、澄明になるまで加熱し、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に硝酸 3 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.160 % 以下)。

(4) 重金属 本品 0.5 g をとり、水 20 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 30 分間加熱して溶かした後、硝酸 3 mL を加え、5 分間穏やかに煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液をとり、沈殿を希硝酸 10 mL ずつで 2 回洗い、毎回遠心分離し、上澄液及び洗液を磁製皿に入れ、水浴上で蒸発乾固する。残留物を王水 3 mL に溶かし、再び水浴上で蒸発乾固する。残留物を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、エーテル 40 mL ずつで 2 回、次に 20 mL で振り混ぜた後、静置し、分離したエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、強アンモニア水を滴加して液の pH を 3 ~ 4 に調整した後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製皿に鉛標準液 2.0 mL を量り、王水 3 mL を加え、以下同様に操作する (40 ppm 以下)。

(5) 第一鉄塩 本品約 0.10 g を精密に量り、少量の水で潤し、塩酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に硫酸第一鉄アンモニウム約 0.14 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、塩酸 10 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 1 mL ずつを共栓試験管 T 及び T に正確に量り、それぞれにリン酸 1.0 mL を加えて振り混ぜた後、T には α, α ジピリジル溶液 (1 : 250) 2.0 mL を加えて振り混ぜた後、クエン酸ナトリウム試液 5.0 mL を加えて振り混ぜる。T には水 2.0 mL を加えて振り混ぜた後、クエン酸ナトリウム試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、それぞれ 1 時間放置する。別に標準溶液 1 mL ずつを共栓試験管 S 及び S に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 524 nm における吸光度 A_T 、 A_T 、 A_S 及び A_S を測定するとき、第一鉄塩の量は 1.0 % 以下である。

第一鉄塩の量 (mg)

$$= \text{硫酸第一鉄アンモニウムの量 (mg)}$$

$$\times \frac{A_T - A_T}{A_S - A_S} \times \frac{1}{20} \times 0.1424$$

(6) ヒ素 本品 2.0 g を分解フラスコにとり、硝酸 6 mL、水 10 mL 及び硫酸 4 mL を加え、沈殿を生じるまで注意して加熱する。冷後、水 10 mL を加え、再び沈殿を生じるまで加熱する。冷後、水 10 mL を加え、加熱して沈殿を溶かした後、亜硫酸水 10 mL を加え、二酸化イオウのにおいを発しなくなるまで加熱し、冷後、水を加えて 20 mL

とする。この液 10 mL をとり、アスコルビン酸 1.0 g を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色：本品を用いないで同様に操作した後、この液 10 mL を発生瓶に入れ、ヒ素標準液 2 mL を正確に加え、更にアスコルビン酸 1.0 g を加えて溶かし、以下検液の試験と同様に操作する（2 ppm 以下）。

(7) 遊離デキストリン 本品 0.15 g をとり、水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 1 時間加熱して溶かす。冷後、この液を振り混ぜながらコロイド滴定用メチルグリコールキトサン液（1 500）を沈殿が生じなくなるまで滴加し、更に 0.5 mL を加える。次に液を振り混ぜて静置するとき、上澄液が無色澄明になるまでコロイド滴定用ポリビニル硫酸カリウム溶液（1 2500）を滴加し、ろ過する。水 10 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、6 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 4 時間加熱する。冷後、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて中和し（指示薬：メチルオレンジ試液 2 滴）、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器（G 4）を用いてろ過し、更にフラスコ内の沈殿を湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸第二鉄試液 20 mL に溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、ガラスろ過器を水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80 ℃ に加熱した後、0.1 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は 7.1 mL 以下である。

乾燥減量 4.0 % 以下（1 g, 105 ℃, 4 時間）。

毒性試験 本品に水を加え、水浴中で 1 時間加熱して溶かし、冷後、その 1 mL 中に定量法から得た値に基づき鉄（Fe）0.025 g を含むように調製し、試料溶液とする。体重 1 kg 当たり試料溶液 12 mL を、体重 20 ~ 25 g の栄養状態のよい健康な雄のマウス 10 匹の尾静脈に 8 ~ 12 秒間で注射する。注射後、7 日以内にいずれのマウスも死亡しない。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、少量の水で潤し、塩酸 10 mL を加えて溶かし、水 30 mL 及びヨウ化カリウム 3 g を加えて密栓してよく振り混ぜ、暗所に 30 分間放置した後、水 100 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示液：デンプン試液 1 mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

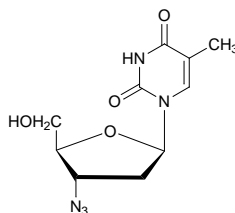
0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 5.585 mg Fe

貯法 容器 気密容器。

109005

ジドブジン

Zidovudine



$C_{10}H_{13}N_5O_4$: 267.24

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ジドブジン（ $C_{10}H_{13}N_5O_4$ ）97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

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

確認試験 本品及びジドブジン標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとジドブジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +60.5 ~ +63.0°（脱水物に換算したもの 0.50 g, エタノール（99.5）, 50 mL, 100 mm）。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(2) 類縁物質

(i) 薄層クロマトグラフ法 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。液体クロマトグラフ用チミン、薄層クロマトグラフ用 1 [(2 R 5 S) 2 5 ジヒドロ 5 (ヒドロキシメチル) 2 フリル] チミン及び薄層クロマトグラフ用トリフェニルメタノールを各々 0.020 g をとり、試料溶液 1 mL を加え、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液に対し 1.0 % の標準溶液とする。1.0 % の標準溶液 5 mL, 2.5 mL 及び 1 mL をとり、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液に対し 0.5 % , 0.25 % 及び 0.1 % の標準溶液とする。試料溶液及び各標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び各標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液（9 : 1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し、試料溶液及び標準溶液から得られるスポットの濃度を比較するとき、1 [(2 R 5 S) 2 5 ジヒドロ 5 (ヒドロキシメチル) 2 フリル] チミンは、0.5 % 以下であり、チミン及びジドブジン以外のスポットは、ジドブジンの濃度と比較するとき、各々 0.5 % 以下である。更に、これにパニリンの硫酸溶液（1 100）を均等に噴霧し、試料溶液及び標準溶液から得られるスポットの濃度を比較するとき、トリフェニルメタノールは、0.5 % 以下である。

(ii) 液体クロマトグラフ法 液体クロマトグラフ用チミン 約 0.02 g を精密に量り、メタノール 100 mL を加えて溶かし、移動相を加えて、正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。定量法で得た試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、以下の式に従いチミンの量を求めるとき、2.0 % 以下である。また、試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジドブジンに対する保持時間の比が 1.2 の 3 クロロ 3 デオキシチミジンの順に溶出し、その分離度が 1.4 以上であり、ジドブジンのテーリングファクターが 1.5 以下のものを用いる。

チミンの量 (%)

= 液体クロマトグラフ用チミンの量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S \times W_T} \times 20$$

W_T : 試料の採取量 (mg)

A_T : 試料溶液から得たチミンのピーク面積

A_S : 標準溶液から得たチミンのピーク面積

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: カラムの選定の液 10 μ L から得た 3 クロロ 3 デオキシチミジンのピーク高さがフルスケールの 3 ~ 6 % になるように調整する。

面積測定範囲: ジドブジンの保持時間の約 2 倍の範囲

(iii) 総類縁物質 上記の (i) 及び (ii) で得られた全類縁物質を合計するとき、3.0 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (0.25 g, 電量滴定法)。

強熱残分 0.25 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びジドブジン標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれに移動相を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のジドブジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ジドブジン ($C_{10}H_{13}N_5O_4$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したジドブジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 265 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 薄めたメタノール (1 : 5)

流量: ジドブジンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定: ジドブジン標準品 0.10 g を移動相 100 mL に溶かす。別に、カラム選定用 3 クロロ 3 デオキシチミジン 5 mg を移動相 50 mL に溶かす。これ

らの液をそれぞれ 10 mL 及び 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジドブジン、3 クロロ 3 デオキシチミジンの順に溶出し、その分離度が 1.4 以上であり、ジドブジンのテーリングファクターが 1.5 以下のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作し、試験を 6 回繰り返すとき、ジドブジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

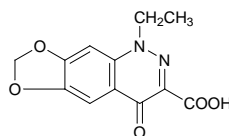
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108443

シノキサシン

Cinoxacin



$C_{12}H_{10}N_2O_5$: 262.22

本品を乾燥したものは定量するとき、シノキサシン ($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はジメチルホルムアミド又はクロロホルムに溶けにくく、無水エタノールに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 265 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に水 25 mL を加え、加温して溶かし、塩化第二鉄試液及び 1 mol/L 塩酸試液数滴を加えるとき、液は赤だいたい色を呈する。

(2) 本品 0.01 g を濃クロモトプロ酸試液 10 mL に溶かし、加温するとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 0.03 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 265 nm 及び 352 ~ 356 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.38 ~ 0.43 である。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1742 cm^{-1} , 1623 cm^{-1} , 1286 cm^{-1} , 879 cm^{-1} , 844 cm^{-1} 及び 818 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.20 g を希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過し、ろ液に水を加えて 50 mL とする。これを検液

とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL を加える (0.048 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.010 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/薄めたギ酸(18:25)混液(8:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール液で滴定する(指示薬:チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール液 1 mL

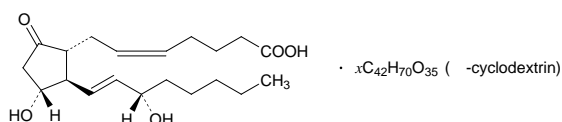
= 26.222 mg C₁₂H₁₀N₂O₅

貯法 容器 気密容器。

109209

ジノプロストン シクロデキストリン包接化合物

Dinoprostone Cyclodextrin Clathrate



本品はジノプロストン シクロデキストリン包接化合物で、定量するとき、ジノプロストン(C₂₀H₃₂O₅: 352.47) 6.5 ~ 8.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはない。

本品は水に溶けにくく、酢酸エチルにほとんど溶けない。

本品はエタノールに一部溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.07 g に水 20 mL を加えて溶かし、酢酸エチル 20 mL を加え、振り混ぜ機を用いて 5 分間振り混ぜた後、遠心分離して酢酸エチル層をとり、35 °C の水浴中で加温しながら窒素を送り、酢酸エチルを留去する。残留物に硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品 0.015 g に水 5 mL を加えて溶かし、酢酸エチル 5 mL を加え、振り混ぜ機を用いて 5 分間振り混ぜた後、

遠心分離して酢酸エチル層をとり、35 °C の水浴中で加温しながら窒素を送り、酢酸エチルを留去する。残留物にエタノール 5 mL を加えて溶かし、この液 1 mL に *m* ジニトロベンゼン試液 3 mL を加え、氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール溶液(17:100) 3 mL を加え、氷冷して暗所に 20 分間放置するとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 0.1 g にヨウ素試液 1 mL を加え、水浴中で加熱して溶かした後、常温に放置するとき、褐色の沈殿を生じる。

(4) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示さない。また、試料溶液 10 mL に 2 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL 及び薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を加えて 20 mL とし 15 分間放置した液は、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D²⁰: +120 ~ +140°(乾燥後, 0.1 g, 希エタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 0.5 g をとり、水 15 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.15 g に水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、酢酸エチル 20 mL を加え、5 分間振り混ぜ、遠心分離する。酢酸エチル層をとり、無水硫酸ナトリウム 4 g を加えて 5 分間振り混ぜ、上澄液をとり、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/テトラヒドロフラン/氷酢酸混液(10:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにリンモリブデン酸のエタノール溶液(1:10)を均等に噴霧し、100 °C で 5 分間加熱するとき、暗青色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 12.0 % 以下(0.5 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水 30 mL を正確に加えて溶かし、無アルデヒドエタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL を正確に量り、2 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL 及び薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を加えて正確に 20 mL とし、15 分間放置する。この液につき、2 mol/L 水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL に薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を加えて正確に 20 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 281 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_T を測定する。また、試料溶液 10 mL を正確に量り、薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を加えて正確に 20 mL とし、この液につき、薄めた無アルデヒドエタノール(7:10)を対照として同

様に吸光度 A_b を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ジノプロストン (C}_{20}\text{H}_{32}\text{O}_5\text{) の量 (mg)} \\ &= \frac{A_T - A_b}{670} \times 10000 \end{aligned}$$

貯 法

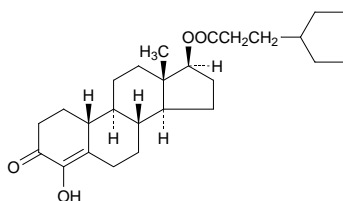
保存条件 シリカゲルを入れ、遮光して 5 ℃ 以下で保存する。

容 器 気密容器。

005214

シピオン酸オキサボロン

Oxabolon Cypionate



C₂₈H₃₈O₄ : 414.58

本品を乾燥したものは定量するとき、シピオン酸オキサボロン (C₂₈H₃₈O₄) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトン又はエーテルにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 160 ℃

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) 2 mL に塩化第二鉄溶液 (1 : 40) 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は直ちに暗青色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) 2 mL にイソニアジド試液 4 mL を加えて混和し、10 分間放置するとき、液は淡黄色を呈する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +28 ~ +32° (乾燥後, 0.5 g, クロロホルム, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.010 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 25 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にベンゼン/無水エタノール混液 (49 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、105 ℃ で 20 分間加熱する

とき、赤褐色 ~ 赤紫色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.50 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、エタノール 150 mL を加え、加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 276 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

シピオン酸オキサボロン (C₂₈H₃₈O₄) の量 (mg)

$$= \frac{A}{315} \times 40000$$

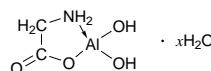
貯 法 容 器 気密容器。

005213

ジヒドロキシアルミニウム アミノアセテート

Dihydroxyaluminum Aminoacetate

アルミニウム グリシネート



C₂H₆AlNO₄ · xH₂O

本品を乾燥したものは定量するとき、酸化アルミニウム (Al₂O₃ : 101.96) 35.5 ~ 38.5 % 及び窒素 (N : 14.01) 9.9 ~ 10.6 % を含む。

性 状 本品は白色の粉末又は粒で、においはなく、味はわずかに甘い。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水 20 mL を加え、水酸化ナトリウム試液を加えて中和するとき、白色のゲル状沈殿を生じる。沈殿をろ取り、希塩酸に溶かした液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(2) (1) で得たる液 0.2 mL に水 5 mL を加え、ニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

純度試験

(1) 液性 本品 1.0 g に水 25 mL を加え、よく振り混ぜた液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える (0.178 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.60 mL を加える (0.288 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g に希塩酸 15 mL を加え、加温して溶かす。冷後、ろ過し、ろ液に酢酸ナトリウム試液 15 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを

検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 15 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (15 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.40 g に希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かす。冷後、これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 14.5 % 以下 (2 g, 130 ℃, 24 時間)。

制酸力 本品約 0.25 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 ± 2 ℃ で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品の換算した乾燥物 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 170 mL 以上である。

定量法

(1) 酸化アルミニウム 本品を乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、塩酸 15 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 50 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 2.5490 mg Al₂O₃

(2) 窒素 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、窒素定量法によって試験を行う。ただし、滴定には 0.01 mol/L 硫酸を用い、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

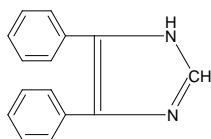
0.01 mol/L 硫酸 1 mL = 0.28013 mg N

貯法 容器 気密容器。

100163

ジフェニルイミダゾール

Diphenylimidazole



C₁₅H₁₂N₂: 220.27

本品を乾燥したものは定量するとき、ジフェニルイミダゾール (C₁₅H₁₂N₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、アセトン又はクロロホルムに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) スルファニル酸 0.05 g に希塩酸 2 mL を加えて加

温し、氷水で冷却し、振り動かしながら亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を徐々に加えた後、本品 1 mg を加え振り混ぜる。これに水酸化カリウム試液 6 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1606 cm⁻¹, 1596 cm⁻¹, 957 cm⁻¹, 761 cm⁻¹ 及び 697 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 234 ~ 236 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にメタノール 10 mL を加え加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.5 g にメタノール 80 mL を加え加温して溶かす。冷後、この液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL、メタノール 40 mL、希硝酸 6 mL 及びメタノールを加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g にメタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にこの液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μL を正確に量り、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (7:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

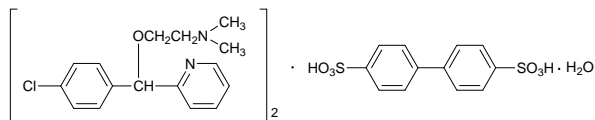
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.027 mg C₁₅H₁₂N₂

貯法 容器 気密容器。

101225

ジフェニルジスルホン酸 カルピノキサミン

Carbinoxamine Diphenyldisulfonate


 $(C_{16}H_{19}ClN_2O)_2 \cdot C_{12}H_{10}O_6S_2 \cdot H_2O : 913.93$

本品を乾燥したものは定量するとき、ジフェニルジスルホン酸カルピノキサミン〔 $(C_{16}H_{19}ClN_2O)_2 \cdot C_{12}H_{10}O_6S_2$ 〕895.91〕97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 158 °C (乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をとり、過酸化水素試液 15 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液 5 mL に塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の混濁又は沈殿を生じ、これに希硝酸を追加しても混濁又は沈殿は溶けない。

(2) 本品 0.1 g に水 20 mL を加え加温して溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) (2) の試料溶液 5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白濁し、油滴を生じる。

(4) 本品 0.1 g にエタノール 10 mL を加え、加温して溶かし、ピクリン酸試液 10 mL を滴加し、冷所に放置する。沈殿をろ取し、エタノールから再結晶し、デシケーター(シリカゲル)で 4 時間乾燥するとき、その融点は 170 ~ 175 °C (分解) である。

(5) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g に水 25 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 4.0 g に水 100 mL を加え、加熱して溶かし、氷水中で振り混ぜながら冷却した後、常温になるまで放置し、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 15 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える(0.036 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm

以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1 : 5) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させ、以下第 3 法を準用して検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エタノール 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液(100 : 8 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 44.80 mg $(C_{16}H_{19}ClN_2O)_2 \cdot C_{12}H_{10}O_6S_2$

貯法

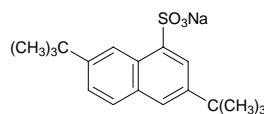
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101787

ジブナートナトリウム

Dibunate Sodium


 $C_{18}H_{23}NaO_3S : 342.43$

本品を乾燥したものは定量するとき、ジブナートナトリウム $(C_{18}H_{23}NaO_3S)$ 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく、水に溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 2 g を加えて混和し、水酸化ナトリウムがすべて融解するまで加熱する。冷後、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にスルファニル酸 0.02 g に薄めた塩酸(1 : 20) 2 mL を加えて溶かし、振り動かしながら亜硝酸ナトリウム試液 0.3 mL を徐々に加え、これに試料溶液 3 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 281 nm, 308 ~ 312 nm 及び 322 ~ 326 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品 0.5 g を磁製するつぼにとり、強熱して灰化し、冷後、残留物に水 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL、希硝酸 6 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (0.248 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (5 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 20.1 ~ 21.3 % (乾燥後, 1 g)。

定量法 本品及びジブナートナトリウム標準品をそれぞれ 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、279 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ジブナートナトリウム ($C_{10}H_{20}NaO_3S$) の量 (mg)

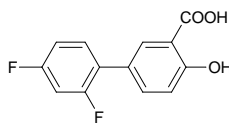
$$= \text{ジブナートナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

108832

ジフルニサル

Diflunisal



$C_{13}H_8F_2O_3$: 250.20

本品を乾燥したものは定量するとき、ジフルニサル ($C_{13}H_8F_2O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール又はエーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg をエタノール 10 mL に溶かし、硝酸第二鉄試液^{*} 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g 及び金属ナトリウム 0.05 g を試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、更に水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する。冷後、この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリン S 試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は消え、淡黄色となる。

(3) 本品のメタノール/塩酸混液 (110 : 1) 溶液 (1 : 125000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm, 249 ~ 253 nm 及び 313 ~ 317 nm に吸収の極大を示し、291 ~ 295 nm に吸収の極小を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (251 nm) : 543 ~ 577 [乾燥後, 0.04 g, メタノール/塩酸混液 (110 : 1), 5000 mL]。

融点 210 ~ 214 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/氷酢酸/クロロホルム混液 (17 : 3 : 2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.45 g を精密に量り、メタノール 80 mL を加えて溶かし、更に水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

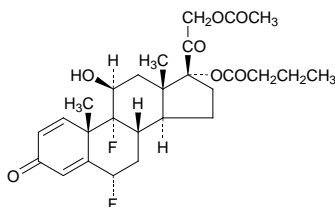
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 25.020 mg C₁₃H₈F₂O₃

貯 法 容 器 密閉容器。

108938

ジフルプレドナート

Difluprednate



C₂₇H₃₄F₂O₇ : 508.55

本品を乾燥したものは定量するとき、ジフルプレドナート (C₂₇H₃₄F₂O₇) 95.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリルに溶けやすく、エタノール(95)又は1,4ジオキサンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg をエタノール(95) 40 mL に溶かし、2, 6ジ t ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 40 分間加熱するとき、液は青色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2970 cm⁻¹, 1735 cm⁻¹, 1669 cm⁻¹, 1627 cm⁻¹, 1236 cm⁻¹ 及び 1066 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +29 ~ +34°(乾燥後, 0.2 g, 1,4ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g をエタノール(95) 40 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 1.5 mL にエタノール(95) 40 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(30 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.010 g を薄めたアセトニトリル(1:2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたアセトニトリル(1:2)を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。これらの液の各ピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の 21 酢酸 17 酪酸 6 α クロロ 9 フルオロプレドニゾン(ジフルプレドナートに対する相対保持時間約 1.4)のピーク面積は、標準溶液のジフルプレドナートのピーク面積より大きくなく、かつ、試料溶液のジフルプレドナート及び 21 酢酸 17 酪酸 6 α クロロ 9 フルオロプレドニゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液のジフルプレドナートのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 10 μL から得たジフルプレドナートのピーク高さがフルスケールの約 20 % になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からジフルプレドナートの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 減圧, 酸化リン(V), 4 時間)。
強熱残分 0.2 % 以下(0.2 g, 白金のつぼ)。

定 量 法 本品及びジフルプレドナート標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル 10 mL に溶かし、次に内標準溶液 4 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジフルプレドナートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ジフルプレドナート(C₂₇H₃₄F₂O₇)の量(mg)

$$= \text{ジフルプレドナート標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 ジフェニルのアセトニトリル溶液(1:625)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液(1:1)

流量: ジフルプレドナートの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ジフルプレドナート, ジフェニルの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するジフルプレドナートのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯 法

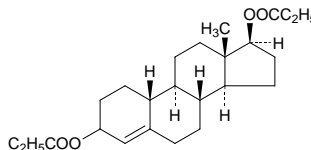
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

101001

ジプロピオン酸ボランジオール

Bolandiol Dipropionate



C₂₄H₃₆O₄ : 388.54

本品を乾燥したものは定量するとき、ジプロピオン酸ボラ

ンジオール (C₂₄H₃₆O₄) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトン、エーテル、又はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール又はヘキサンにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、炭酸カリウム溶液 (1 5) 1 mL を加え、還流冷却器を付け水浴上で 1 時間加熱した後、水 30 mL を加え、穏やかに加熱してメタノールを蒸発する。これに水 15 mL を加え、5 ~ 10 °C で 30 分間放置した後、析出した結晶をろ過し、洗液が中性となるまで冷水で洗い、80 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 168 ~ 173 °C である。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、234 ~ 238 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥したもののクロロホルム溶液 (3 100) につき、赤外吸収スペクトル測定法の溶液法により測定するとき、波数 2950 cm⁻¹, 1720 cm⁻¹, 1460 cm⁻¹, 1190 cm⁻¹ 及び 1080 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 89 ~ 95 °C

旋光度 [α]_D²⁰: -20 ~ -27° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 3, 5 ジエン体 定量法で得た試料原液につき、メタノールを対照とし、波長 235.5 nm における吸光度を測定するとき、0.3 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料原液とする。この液 10 mL を正確に量り、フラスコに入れ、メタノール 40 mL 及び薄めた塩酸 (3 5) 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 10 分間加熱し、冷後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、試料原液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、236 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 *A* を測定する。

ジプロピオン酸ボランジオール (C₂₄H₃₆O₄) の量 (mg)

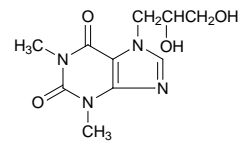
$$= \frac{A}{490} \times 100000$$

貯法 容器 気密容器。

002191

ジプロフィリン

Diprophylline



C₁₀H₁₄N₄O₄: 254.25

本品を乾燥したものは定量するとき、ジプロフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₄) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に塩酸 1 mL 及び塩素酸カリウム 0.1 g を加え、水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(2) 本品の水溶液 (1 20) 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき、沈殿を生じ、この沈殿は過量のタンニン酸試液を追加するとき、溶ける。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3456 cm⁻¹, 3330 cm⁻¹, 1651 cm⁻¹, 1242 cm⁻¹, 1059 cm⁻¹ 及び 1035 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 160 ~ 164 °C

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) テオフィリン 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、硝酸銀試液 5 mL を加えて振り混ぜ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.25 mL 及びプロムチモールブルー試液 10 滴を加えるとき、液の色は青色～緑色である。

(6) 類縁物質 本品 0.20 g を水 5 mL に溶かし、エタノールを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水/エタノール混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロ

クロホルム/メタノール/水混液(10:5:3)の下層を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、3個以下であり、かつ標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1 g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.10%以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.25 gを精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水20 mLを加えて溶かし、メタ過ヨウ素酸ナトリウム試液25 mLを正確に加え、更に氷酢酸20 mLを加え、25~30℃で暗所に30分間放置する。この液にヨウ化カリウム溶液(1:5)15 mLを加えてよく振り混ぜながら0.3 mol/Lチオ硫酸ナトリウム試液25 mLを正確に加え、0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬:デンプン試液1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

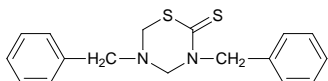


貯法 容器 密閉容器。

111634

ジベンズチオン

Dibenzthion



$\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S}_2$: 314.47

本品を乾燥したものは定量するとき、ジベンズチオン($\text{C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{S}_2$)98.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、アセトンに溶けやすく、エーテルに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品0.05 gにエタノール5 mLを加え、加温して溶かし、冷後、氷酢酸5滴を加え、ナトリウムペンタシアノアンミンフェロエート試液2 mLを加え、遮光して30分間放置するとき、液は青色を呈する。

(2) 本品0.1 gにアセトン5 mLを加えて溶かし、硝酸銀試液1 mLを加えるとき、黒色の沈殿を生じる。

(3) 本品のエタノール溶液(1:100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長247~251 nm及び289~294 nmに吸収の極大を、波長266~270 nmに吸収の極小を示す。

融点 100~104℃

純度試験

(1) 液性 本品0.5 gに水50 mLを加え、1時間強く振り混ぜた後、ろ過するとき、ろ液は中性である。

(2) 重金属 本品2.0 gを磁製のつばに量り、硫酸少量を加えて試料を潤し、ゆるくふたをし、弱く加熱して灰化する。冷後、薄めた硝酸(1:3)3 mLを加えて加熱溶解し、冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、わずかに酸性とな

るまで酢酸を滴加した後、希酢酸2 mLを加え、必要ならばろ過し、水10 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は薄めた硝酸(1:3)3 mLにアンモニア試液を加えて中性とし、わずかに酸性となるまで酢酸を滴加した後、希酢酸2 mLを加え、必要ならばろ過し、水10 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、鉛標準液2.0 mL及び水を加えて50 mLとする(10 ppm以下)。

(3) ヒ素 本品0.40 gに硝酸カリウム0.2 g及び無水炭酸ナトリウム0.12 gを加えてよく混ぜ、赤熱したるつぼ中に少量ずつ入れ、強熱する。冷後、残留物に希硫酸10 mLを加え、5分間煮沸した後、ろ過し、残留物を水10 mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、白煙が生じるまで加熱し、冷後、水を加えて5 mLとする。これを検液とし、装置Bを用いる方法により試験を行う(5 ppm以下)。

(4) 類縁物質 本品0.10 gをとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に10 mLとし、試料溶液とする。試料溶液1 mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に20 mLとする。この液1 mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエンを展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に約3分間入れ、槽より取り出して、直ちに観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 5時間)。

強熱残分 0.10%以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.2 gを精密に量り、エタノール30 mLを加え、加温して溶かし、強アンモニア水10 mLを加える。次に銀ジアミンクロリド試液30 mLを加え、還流冷却器を付け、30分間水浴上で穏やかに加熱する。冷後、ガラスろ過器(G4)でろ過する。残留物を水10 mLずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、冷却しながら硝酸25 mLを加え、次に0.1 mol/L硝酸銀液50 mLを正確に加え、沈殿をガラスろ過器(G4)でろ過する。残留物は水10 mLずつで3回洗い、洗液をろ液に合わせ、硫酸第二鉄アンモニウム試液8 mLを加え、0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

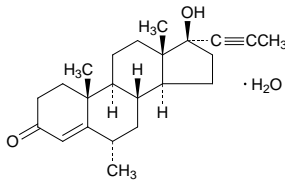


貯法 容器 気密容器。

100200

ジメチステロン

Dimethisterone

C₂₃H₃₂O₂ · H₂O : 358.51

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ジメチステロン (C₂₃H₃₂O₂ : 340.50) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール、無水エタノール又はアセトンに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

融点：約 110 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg にエタノール 1 mL を加えて溶かし、*m* ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化カリウム溶液 (16) 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.025 g に、塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g にメタノール 25 mL を加えて溶かした液 3.5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 5 時間加熱する。冷後、水 15 mL を加え、生じた沈殿をろ取り、水 1 ~ 2 mL で洗い、薄めたメタノール (710) から再結晶し、デシケーター (減圧、五酸化リン) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 230 ~ 236 ℃ (分解) である。

旋光度 [α]_D²⁰ : +16.0 ~ +21.5° (脱水物換算, 0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 3.5 ~ 5.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.01 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 240 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する。

$$\text{ジメチステロン (C}_{23}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{467} \times 10000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

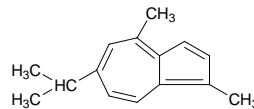
容器 気密容器。

101903

ジメチルイソプロピルアズレン

1,4-Dimethyl 7-isopropylazulene

グアiazulene

C₁₅H₁₈ : 198.30

本品は定量するとき、換算した脱水物に対しジメチルイソプロピルアズレン (C₁₅H₁₈) 97.0 ~ 102.5 % を含む。

性状 本品は暗青色の結晶又は液体で、わずかに特異なおいがある。

本品は、エタノール、エーテル又はクロロホルムに溶けやすく、石油ベンゼンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光により徐々に分解する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール 10 mL を加えて溶かし、ピクリン酸のエタノール溶液 (150) 6 mL を加え、水浴上で加温して蒸発濃縮した後、放冷する。生じた青紫色の結晶をろ取り、エタノール少量で洗い、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、その融点は 121 ~ 125 ℃ (分解) である。

(2) 本品の石油ベンゼン溶液 (12000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 604 ~ 608 nm に吸収の極大を示す。

融点 29 ~ 32 ℃ (第 2 法)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エーテルを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 3 μL につき次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、自動積分法によりピーク面積を測定するとき、溶媒及び主ピーク以外のピークの合計面積は主ピークの面積に対し 2 % 以下である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 4 mm，長さ約 1.5 m の管に，ポリエチレングリコール 6000 を，177 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % の割合に被覆させたものを充てんする。

カラム温度：180 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジメチルイソプロピルアズレンのピークが約 17 分後に現われるように窒素の流量を調節する。

感度：薄めた試料溶液（1 : 100）につき測定したクロマトグラムのジメチルイソプロピルアズレンのピーク高さが，記録計のフルスケールの約半分の高さを示すように感度を調節する。

水分 0.50 % 以下（2 g，容量滴定法，直接滴定）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り，石油ベンジンを加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液につき，石油ベンジンを対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 605 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

ジメチルイソプロピルアズレン ($C_{15}H_{18}$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{22.10} \times 1000$$

貯法

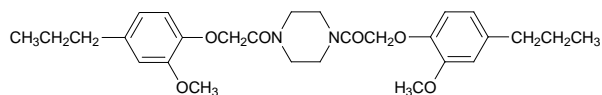
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

106586

シメトリド

Simetride



$C_{28}H_{38}N_2O_6$: 498.61

本品を乾燥したものは定量するとき，シメトリド

($C_{28}H_{38}N_2O_6$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないが，又はわずかに特異なおいがあり，味はない。

本品はクロロホルムに溶けやすく，ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，アセトンに溶けにくく，水，エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を小試験管にとり，過酸化ベンゾイルのアセトン溶液（1 : 10）2 滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，下端にクロモトプロ酸試液を付けたガラス棒をその小試験管にコルク栓で固定し，120 ~ 130 °C の浴中で数分間加熱するとき，クロモトプロ酸試液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.3 g に薄めた塩酸（1 : 3）2 mL を加え，還流冷却器を付け，直火で 1 時間穏やかに加熱する。冷後，水 20 mL を加えて過し，ろ液 5 mL にライネッケ塩試液 1 mL を加えるとき，淡赤紫色の沈殿を生じる。

(3) 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 276 ~ 279 nm 及び 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い，スペクトルを測定するとき，波数 1667 cm^{-1} ，1217 cm^{-1} 及び 1143 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 135 ~ 138 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.6 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加え，加温して溶かし，希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.024 % 以下）。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加え，加温して溶かし，希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする（0.032 % 以下）。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(6) 類縁物質 本品 0.25 g をとり，クロロホルムを加えて溶かし，正確に 25 mL とし，試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 20 mL とし，この液 1 mL を正確に量り，クロロホルムを加えて正確に 25 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液（30 : 1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後，薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g，105 °C，4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品及びシメトリド標準品を乾燥し，その約 0.1 g ずつを精密に量り，それぞれにエタノール 60 mL を加え，加温して溶かし，冷後，エタノールを加えて正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り，エタノールを加えて正確に 100 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき，エタノールを対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 281 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シメトリド ($C_{28}H_{38}N_2O_6$) の量 (mg)

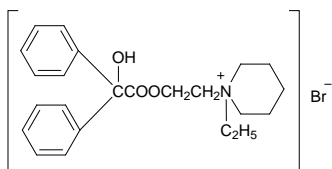
$$= \text{シメトリド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

105221

臭化エチルピペタナート

Pipethanate Ethobromide



$C_{23}H_{30}BrNO_3$: 448.39

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化エチルピペタナート ($C_{23}H_{30}BrNO_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタノールに溶けにくく、アセトン又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水酢酸、無水酢酸、エーテル又は石油エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 217 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に硫酸 1 mL を加えて溶かすとき、液はだいたい赤色を呈し、これに水 3 滴を加えるとき、紅色を呈し、更に水 10 mL を加えるとき、脱色する。
 - (2) 本品の飽和水溶液 2 mL に薄めた希硫酸 (1 : 4) 1 mL を加え、ライネック塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
 - (3) 本品 0.5 g に希硫酸 20 mL を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸する。冷後、エーテル 30 mL を加えてよく振り混ぜ、静置した後、エーテル層を分取し、水 5 mL ずつで 3 回洗った後、水浴上でエーテルをほとんど蒸発し、更に常温で空気を送りながら蒸発乾固し、残留物をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、その融点は 147 ~ 152 °C である。
 - (4) 本品の飽和水溶液は臭化物の定性反応 (1) を呈する。
- pH 本品 0.1 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20 g にメタノール 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 0.40 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) ベンジル酸 本品 0.40 g に水 50 mL 及び希塩酸 10 mL を加えて溶かし、エーテル 30 mL、次いで 20 mL で抽出する。エーテル抽出液は毎回同じ水 10 mL で順次洗う。全エーテル抽出液を合わせ、水浴上でエーテルを留去す

る。残留物にエタノール 30 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

- (6) 類縁物質 本品 0.045 g にメタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 105 °C で 30 分間乾燥する。冷後、これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、だいたい赤色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、無水酢酸 80 mL を加え、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.420 mg $C_{23}H_{30}BrNO_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001318

臭化カルシウム

Calcium Bromide

$CaBr_2 \cdot 2H_2O$: 235.92

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化カルシウム ($CaBr_2$: 199.89) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の塊又は粒状の結晶で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 : 20) はカルシウム塩及び臭化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした後の pH は 7.0 ~ 9.0 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g に水 25 mL を加えて溶かし、この液にアンモニア水を加えてわずかにアルカリ性とした後、更に水を加えて 50 mL とし、A 液とする。A 液 10 mL をとり、炭酸アンモニウム試液 20 mL を加えた後、硝酸銀試液* 20 mL を振り混ぜながら徐々に加え、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水を加えて 20 mL とし、硝酸 5 mL を加え、15 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない (0.100 % 以下)。

比較液：A 液 5 mL に塩化物標準溶液 0.1 mL を加え、水を加えて 10 mL とした後、炭酸アンモニウム試液 20 mL を加え、以下同様に操作する。
- (3) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液に

は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.01 % 以下)。

(4) ヨウ化物 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 2 ~ 3 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色 ~ 紫色を呈しない。

(5) 臭素酸塩 本品 1.0 g に新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加えて溶かし、ヨウ化カリウム試液 2 滴、デンプン試液 1 mL 及び希硫酸 5 滴を加え、穏やかに振り混ぜ、5 分間放置するとき、液は青色を呈しない。

(6) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(7) 鉄 本品 0.5 g をネスラー管にとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし、20 mL とし、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて順次振り混ぜた後、*n* ブタノール 15 mL を加えて 30 秒間激しく振り混ぜるとき、ブタノール層の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 1.0 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 20 mL とし、以下同様に操作する。

(8) バリウム 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かし、希硫酸 2 滴及び硫酸カリウム試液 2 mL を加え、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

(9) マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g に水 40 mL を加えて溶かし、塩化アンモニウム 0.5 g を加え、煮沸し、シュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる。これを水浴上で 1 時間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、よく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し、残留物を 450 ~ 550 °C で 2 時間強熱するとき、その量は 4.0 mg 以下である。

(10) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

水分 本品約 1 g をあらかじめ質量を精密に測定した 50 mL のメスフラスコに速やかにとり、栓をした後、この質量を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、試験を行う。別にメタノール 10 mL をとり、同様に操作し、空試験を行い補正するとき、水分は 17 % 以下である。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水 40 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え、次に NN 指示薬 0.1 g を加えた後、直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミノ四酢酸二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン

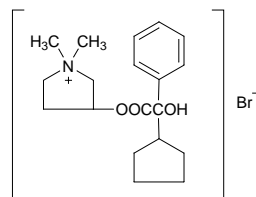
四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 3.9977 mg CaBr₂

貯法 容器 気密容器。

102551

臭化グリコピロニウム

Glycopyrronium Bromide

C₁₉H₂₈BrNO₃ : 398.33

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化グリコピロニウム (C₁₉H₂₈BrNO₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、氷酢酸又はエタノールにやや溶けやすく、アセトン又はクロロホルムに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.6 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL にライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 40) 20 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL を加え、よく振り混ぜた後、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、希塩酸 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をガラスろ過器 (G 4) を用いてろ取し、水 5 mL ずつで 5 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 146 ~ 149 °C である。

(3) 本品の水溶液 (1 : 1000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 252 nm, 256 ~ 259 nm 及び 262 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液 (1 : 200) は臭化物の定性反応を呈する。

融点 194 ~ 198 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、水 5 mL を加えて溶かし、硝酸 2 ~ 3 滴及び硝酸銀試液 10 mL を加えて 5 分間放置した後、ろ過する。沈殿を水で洗い、炭酸アンモニウム試液 5 mL で 10 分間浸出した後、ろ過し、水 10 mL を用いて 2 回洗う。洗液及びろ液を合わせ、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL をとり、希硝酸 8 mL 及び水を加えて 50 mL とし、5 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.80 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水 20 mL を加えた後、硝酸銀試液 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.709 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1.0 mL を正確にとり、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (4 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.24 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (4 : 1) 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

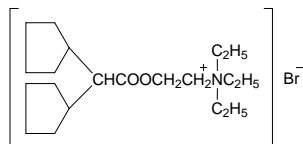
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.833 mg $C_{19}H_{28}BrNO_2$

貯法 容器 気密容器。

111958

臭化ジボニウム

Diponium Bromide



$C_{20}H_{38}BrNO_2$: 404.43

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ジボニウム ($C_{20}H_{38}BrNO_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、アセトン、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 6 ~ 7 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 10 mL にチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は青色を呈する。クロロホルム層を分取し、クロロホルムを対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 625 ~ 627 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) は臭化物の定性反応を呈する。

融点 185 ~ 188 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は

無色澄明である。

(2) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に水を加えて溶かし 100 mL とし、その 20 mL にフェノールフタレイン試液 3 滴を加えるとき、液は無色である。この液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (4 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、非水滴定用酢酸第二水銀試液 5 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

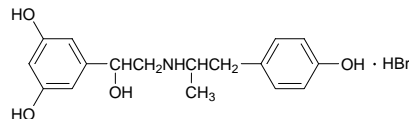
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.44 mg $C_{20}H_{38}BrNO_2$

貯法 容器 気密容器。

108879

臭化水素酸フェノテロール

Fenoterol Hydrobromide



$C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$: 384.26

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化水素酸フェノテロール ($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、ギ酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 25) は旋光性を示さない。

融点: 約 230 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg を水 2 mL に溶かし、*p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオルボレート溶液 (1 : 2000) 4 滴を加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 274 ~ 278 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1610 cm^{-1} , 1514 cm^{-1} , 1160 cm^{-1} , 864 cm^{-1} 及び 792 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 25) 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かした液の pH は 4.2 ~ 5.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液：色の比較液 O 1.5 mL に薄めた塩酸 (1 40) を加えて 200 mL とする。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える。検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、孔径 0.5 μm 以下、直径約 25 mm のメンブランフィルターを用いて吸引る過する。メンブランフィルターを取り出し、その着色を観察するとき、検液から得た着色は比較液から得た着色より濃くない (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 (I) ジアステレオマー 本品 0.025 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。フェノテロールのピークの面積 A_a 及びフェノテロールに対する保持時間の比が 1.1 ~ 1.4 のピークの面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_b / (A_a + A_b)$ は 0.03 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径 4 ~ 5 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：無水リン酸一水素ナトリウム 9.46 g を水 1000 mL に溶かした液 525 mL 及びリン酸二水素カリウム 9.08 g を水 1000 mL に溶かした液 5 mL を混ぜ、メタノール 230 mL を加える。

流量：フェノテロールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び硫酸オルシブレナリン (日局) 0.010 g ずつを水 10 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、オルシブレナリン、フェノテロールの順に溶出し、その分離度が 5.0 以上のものを用いる。

検出感度：上記の液 10 μL から得たフェノテロールのピーク高さがフルスケールの 30 ~ 60 % になるように調整する。

(4) 類縁物質 (II) 本品 0.10 g をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板を塩化ナトリウム飽和水溶液の入った密閉容器内の空間に 2 時間放置した後、試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつをこの薄層板にスポットする。次に直ちにクロロホルム/第二ブタノール/氷酢酸/エタノール/水混液 (9:5:3:2:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに *p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液 (1 2000) を均等に噴霧するとき、試料

溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ギ酸 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、無水酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.426 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{21}\text{NO}_4 \cdot \text{HBr}$

貯法

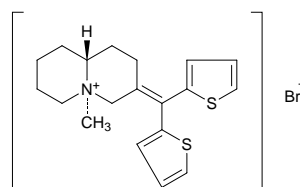
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109282

臭化チキジウム

Tiquizium Bromide



$\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{BrNS}_2$: 410.43

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化チキジウム ($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{BrNS}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又は無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品のクロロホルム溶液 (1 40) は旋光性を示さない。

融点：約 272 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 2 mL に無水炭酸ナトリウム溶液 (1 100) 2 mL、希ブロムフェノールブルー試液* 1 mL 及びジクロロメタン 5 mL を加え、激しく振り混ぜるとき、ジクロロメタン層は青色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 1000) 2 mL にニンヒドリン・硫酸試液* 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (3 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 252 nm 及び 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3100 cm^{-1} , 1414 cm^{-1} , 703 cm^{-1} 及び 693 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品のメタノール溶液 (1 20) は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜ、遠心分離して得た上澄液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) マグネシウム 本品 0.20 g に水 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、アンモニア試液 2 mL 及びリン酸一水素ナトリウム試液 2 mL を加え、5 分間放置するとき、液は混濁しない。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/テトラヒドロフラン/炭酸アンモニウム溶液 (1 : 10) 混液 (5 : 3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ニヒドリリン・硫酸試液を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。ただし、この試験に用いる薄層板は酢酸エチルを用いてあらかじめ上端まで展開し、風乾後、105 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥したものをを用いる。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、クロロホルム 20 mL に溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て淡黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.04 mg $C_{19}H_{24}BrNS_2$

貯法

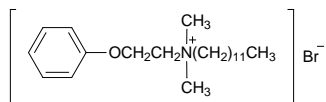
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

102022

臭化ドミフェン

Domiphen Bromide



$C_{22}H_{40}BrNO$: 414.46

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ドミフェン ($C_{22}H_{40}BrNO$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はエタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、水又はイソプロパノールに溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液は振ると泡だつ。

融点 : 112 ~ 116 $^{\circ}$ C

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 2 mL にブロムフェノールブルー溶液 (1 : 2000) 0.2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は青色を呈し、これにクロロホルム 4 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、その青色はクロロホルム層に移る。クロロホルム層を分取し、振り混ぜながらラウリル硫酸ナトリウム溶液 (1 : 1000) を滴加するとき、クロロホルム層は無色となる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 6000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm 及び 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 10) は臭化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 5.5 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水/イソプロパノール混液 (1 : 1) 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 70 $^{\circ}$ C, 6 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 75 mL を加えて溶かし、薄めた希塩酸 (1 : 2) を滴加して pH を 2.6 ~ 3.4 に調整し、メチルオレンジ試液 1 滴を加え、液が赤色を呈するまで 0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液で滴定する。

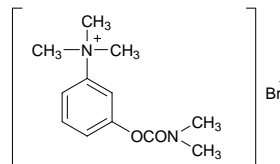
0.02 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 1 mL = 8.289 mg $C_{22}H_{40}BrNO$

貯法 容器 気密容器。

104495

臭化ネオスチグミン

Neostigmine Bromide



$C_{12}H_{19}BrN_2O_2$: 303.20

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ネオスチグミン ($C_{12}H_{19}BrN_2O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール、氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて加熱するとき、ジメチルアミンの不快なにおいを発する。

(2) 本品 1 mg に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、

水浴上で蒸発乾固した後、250 ℃ の油浴中で 30 秒間加熱する。冷後、水 0.5 mL に溶かし、氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液 1 mL を加えるとき、液はだいたい色を呈し、放置するとき、赤色に変わる。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1726 cm^{-1} 、 1608 cm^{-1} 、 1222 cm^{-1} 、 780 cm^{-1} 及び 753 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 10) 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応 (1) を呈し、また、本品の水溶液 (1 : 10) は臭化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 3 ジメチルアミノフェノール 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、氷冷しながらジアゾベンゼンスルホン酸試液 1 mL を加えるとき、液は呈色しない。

(3) 臭化 3 ヒドロキシフェニルトリメチルアンモニウム 本品 1.0 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 10 mL に溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

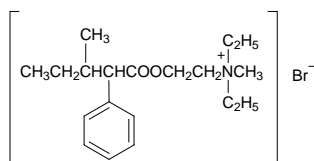
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 30.320 mg $\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{BrN}_2\text{O}_2$

貯法 容器 気密容器。

008003

臭化バレタメート

Valethamate Bromide



$\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{BrNO}_2$: 386.37

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化バレタメート ($\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{BrNO}_2$) 98.0 % 以上を含み、また臭素 (Br : 79.90) 20.2 ~ 21.1 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦しい。

本品は氷酢酸又はメタノールに極めて溶けやすく、水に溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

融点 : 約 123 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に希硫酸 2 滴及びライネッケ塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生

じる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 1000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 252 ~ 254 nm、258 ~ 260 nm 及び 264 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 20) 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は、臭化物の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 60 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 臭化バレタメート 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液 (8 : 1) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.637 mg $\text{C}_{19}\text{H}_{32}\text{BrNO}_2$

(2) 臭素 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、水 50 mL 及び希硫酸 10 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法, 銀電極)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

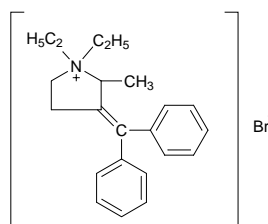
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 7.990 mg Br

貯法 容器 気密容器。

105603

臭化プリフィニウム

Prifinium Bromide



$\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{BrN}$: 386.37

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化プリフィニウム ($\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{BrN}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、氷酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸又はアセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は希硫酸に溶ける。

融点 : 約 218 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に希硫酸 5 mL を加えて溶かし、過マ

ンガン酸カリウム試液 1 ~ 2 滴を加えて振り混ぜるとき、液の色は消える。

(2) 本品の水溶液(1 100) 5 mL にライネツケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1 20000) 2 mL に水酸化ナトリウム溶液(1 10) 2 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 1 mL を加え、80 ℃ で 30 分間加熱し、冷後、薄めた硫酸(3 100) 2 mL 及びイソオクタン 10 mL を加え、10 分間激しく振り混ぜて静置する。分離したイソオクタン層をろ過し、ろ液につき、イソオクタンを対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 245 ~ 249 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液(1 50) は臭化物の定性反応(1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムの無水エタノール溶液(1 50)の代わりに硝酸マグネシウムのエタノール溶液(1 10)を用いる(2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メチルエチルケトン/水/ギ酸混液(5:3:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する。冷後、ヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置した後、観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外の褐色のスポットは、標準溶液から得た褐色のスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(7:3) 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: ニュートラルレッド試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤色が青紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

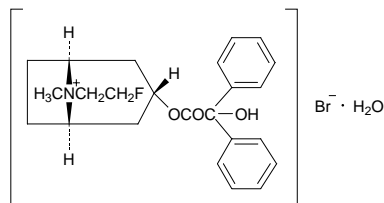
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.637 mg C₂₂H₂₈BrN

貯法 容器 密閉容器。

109415

臭化フルトロピウム

Flutropium Bromide



C₂₄H₂₈BrFNO₃ · H₂O : 496.41

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化フルトロピウム(C₂₄H₂₈BrFNO₃: 478.39) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は氷酢酸に極めて溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 200 ℃(分解、ただし、140 ℃, 5 時間乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応(2) を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(1 2000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm, 256 ~ 260 nm 及び 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3640 cm⁻¹, 3620 cm⁻¹, 3340 cm⁻¹, 1732 cm⁻¹, 1241 cm⁻¹, 1222 cm⁻¹, 1060 cm⁻¹, 759 cm⁻¹ 及び 701 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液(1 50) は臭化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g を白金のつぼにとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) (8 S) 臭化フルトロピウム異性体 本品 0.050 g をとり、移動相を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。フルトロピウムのピーク面積 A_a 及びフルトロピウムに対する保持時間の比が約 1.2 のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、A_b/(A_a + A_b) は 0.01 以下である。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 230 nm)

カラム: 内径約 6 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 30 ℃ 付近の一定温度

移動相: メタンスルホン酸カリウムの薄めたリン酸(1

2000) 溶液 (1 800) エタノール混液 (4 : 1)

流量：フルトロピウムの保持時間が約 25 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.04 g 及びエテンザミド 3 mg ずつを移動相 200 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エテンザミド、フルトロピウムの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 20 μ L から得たフルトロピウムのピーク高さがフルスケールの約 5 % になるように調整する。

面積測定範囲：フルトロピウムの保持時間の約 1.5 倍の範囲

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (4 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 3.0 ~ 4.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつば)。

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (19 : 1) 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

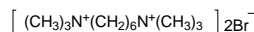
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 47.84 \text{ mg C}_{24}\text{H}_{25}\text{BrFNO}_3$$

貯法 容器 密閉容器。

102803

臭化ヘキサメトニウム

Hexamethonium Bromide



$\text{C}_{12}\text{H}_{30}\text{Br}_2\text{N}_2$: 362.19

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、臭化ヘキサメトニウム ($\text{C}_{12}\text{H}_{30}\text{Br}_2\text{N}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦く塩からい。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノールに溶けにくく、氷酢酸に極めて溶けにくく、無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

融点：約 275 $^{\circ}\text{C}$ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 50) 5 mL ずつに、ピクリン酸

試液 5 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。また、ヨウ素試液 5 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 50) 1 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品の水溶液 (1 50) は臭化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(3) アンモニウム 本品 0.20 g に炭酸ナトリウム試液 5 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/*n*-プロパノール/強アンモニア水混液 (15 : 5 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間乾燥する。冷後、噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 9.5 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

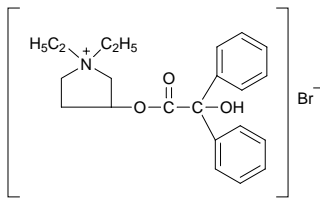
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 18.109 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{30}\text{Br}_2\text{N}_2$$

貯法 容器 気密容器。

100796

臭化ベンジロニウム

Benzilonium Bromide

 $C_{22}H_{28}BrNO_3$: 434.37

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化ベンジロニウム ($C_{22}H_{28}BrNO_3$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水又はエタノールに溶けやすく、エーテル又はクロロホルムに溶けにくい。

融点：約 198 ℃

確認試験

(1) 本品約 0.05 g に硫酸 1 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈し、これを水浴上で加熱するとき、濃赤色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 20) は臭化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.25 g をとり、水 5 mL を加えて溶かし、硝酸 2 ~ 3 滴及び過量の硝酸銀試液を加えてろ過し、沈殿を水で洗い、炭酸アンモニウム試液 5 mL で 10 分間浸出した後、ろ過し、ろ液に水を加えて 50 mL とする。この液 10 mL をとり、希硝酸 8 mL を加えて酸性とし、水を加えて 50 mL とし、5 分間放置するとき、液の混濁はつぎの比較液より濃くない。

比較液：0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、これに硝酸銀試液 1 mL を加えて混和し、5 分間放置する (0.71 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) アミン 本品 0.10 g をとり、水 5 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 3 mL を加え、注意して煮沸するとき、アミン臭のあるガスを発しない。またこのガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.45 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 43.44 mg $C_{22}H_{28}BrNO_3$

貯法

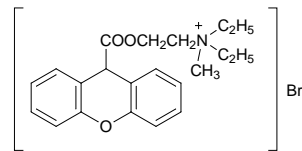
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

104132

臭化メタンテリン

Methantheline Bromide

 $C_{21}H_{26}BrNO_3$: 420.34

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化メタンテリン ($C_{21}H_{26}BrNO_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、においはなく、味は極めて苦い。

本品は水、メタノール、氷酢酸又はギ酸に極めて溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、1,2-ジクロロエタンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 20) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、沸騰するまで加熱し、更に 2 分間加熱を続けた後、60 ℃ に冷却し、希塩酸 5 mL を加える。冷後、生じた沈殿をろ取り、水 50 mL で洗い、希エタノールから再結晶し、105 ℃ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 217 ~ 222 ℃ である。

(2) (1) で得た結晶 0.01 g に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液はさえた黄色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 248 nm 及び 281 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1724 cm^{-1} , 1474 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 1245 cm^{-1} , 1155 cm^{-1} , 763 cm^{-1} 及び 755 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1 : 10) 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は臭化物の定性反応を呈する。

融点 171 ~ 177 ℃

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) キサンテン 9-カルボン酸及びキサントン 本品 0.020 g にクロロホルム 2.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にキサンテン 9-カルボン酸 1.0 mg 及びキサントン 1.0 mg にそれぞれクロロホルム 20.0 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入

り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に1,2ジクロロエタン/メタノール/水/ギ酸混液(50:10:1:1)を展開溶媒とし、約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもその紫色より濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.2%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.5gを精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(7:3)50mLを加えて溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

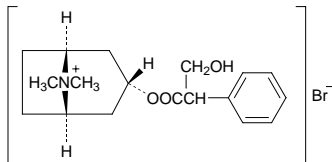
0.1mol/L過塩素酸 1mL = 42.03mg C₂₁H₂₆BrNO₃

貯法 容器 密閉容器。

100688

臭化メチルアトロピン

Atropine Methylbromide



C₁₈H₂₆BrNO₃: 384.31

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化メチルアトロピン(C₁₈H₂₆BrNO₃)99.0%以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、無水酢酸又はクロロホルムに極めて溶けにくい。

本品の水溶液(1:20)のpHは6.0~7.5である。

融点:約217℃(分解)。

確認試験

(1) 本品1mgに発煙硝酸3滴を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物にジメチルホルムアミド1mLを加えて溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液5~6滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1:50)2mLに塩化白金酸試液4~5滴を加えるとき、黄白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1:50)は臭化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品0.5gに水10mLを加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アポアトロピン 本品0.20gに水20mLを加えて溶かし、0.002mol/L過マンガン酸カリウム液0.60mLを加え、5分間放置するとき、液の赤色は消えない。

(3) 他のアルカロイド 本品0.10gに水2mLを加えて溶かし、振り混ぜながら水酸化ナトリウム溶液(1:10)1mLを滴加するとき、5分間以内に混濁しない。

乾燥減量 0.5%以下(1g, 105℃, 3時間)。

強熱残分 0.10%以下(1g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(4:1)100mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

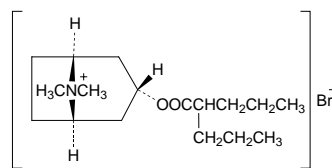
0.1mol/L過塩素酸 1mL = 38.431mg C₁₈H₂₆BrNO₃

貯法 容器 気密容器。

109079

臭化メチルオクタトロピン

Methyloctatropine Bromide



C₁₇H₃₂BrNO₂: 362.35

本品を乾燥したものは定量するとき、臭化メチルオクタトロピン(C₁₇H₃₂BrNO₂)98.0~102.0%を含み、また臭素(Br:79.90)21.4~22.4%を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はメタノールに溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点:約305℃(昇華)。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1:50)にライネッケ塩試液5mLを加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(2) 本品0.1gに水5mLを加えて溶かし、ピクリン酸試液10mLを加えるとき、黄色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、洗液が無色になるまで水で洗い、デシケーター(減圧、五酸化リン)で乾燥するとき、その融点は117~121℃である。

(3) 本品の水溶液(1:50)は臭化物の定性反応を呈する。

pH 本品1.0gに水100mLを加えて溶かした液のpHは5.0~7.0である。

純度試験

(1) 溶状 本品0.30gに水10mLを加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品1.0gをとり、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.50mLを加える(0.024%以下)。

(3) 重金属 本品1.0gをとり、第1法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

(4) ヒ素 本品1.0gをとり、第3法により検液を調製し、装置Bを用いる方法により試験を行う(2ppm以下)。

(5) 加水分解物 本品約0.5gを精密に量り、200mLの共栓三角フラスコに入れ、0.05mol/L水酸化ナトリウム液50mLを正確に加え、20~25℃で1時間放置する。次に0.05mol/L塩酸50mLを正確に加えた後、過量の塩酸を0.05mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬:

フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴). 同様の方法で空試験を行い補正する. 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 2.5 mL 以下である.

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり, メタノール 5 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次に水/イソアミルアルコール/氷酢酸混液 (3:3:2) の上層を展開溶媒として約 11 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法

(1) 臭化メチルオクタトロピン 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 無水酢酸/氷酢酸混液 (4:1) 80 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.235 mg $C_{17}H_{32}BrNO_2$

(2) 臭素 本品を乾燥し, その約 1.0 g を精密に量り, 水 100 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する [指示薬: エオシン溶液 (1 200) 2 ~ 3 滴]. ただし, 滴定の終点は液の赤色が紫色に変わるときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 7.990 mg Br

貯法

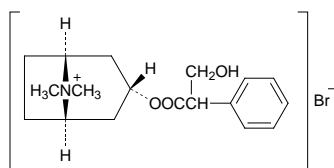
保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

103011

臭化メチルヒヨスチアミン

Hyoscyamine Methylbromide



$C_{18}H_{26}BrNO_3$: 384.31

本品を乾燥したものは定量するとき, 臭化メチルヒヨスチアミン ($C_{18}H_{26}BrNO_3$) 98.0 % 以上を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない.

本品は水に極めて溶けやすく, メタノールに溶けやすく, 氷酢酸又はエタノールにやや溶けにくく, 無水酢酸に溶けにくく, アセトンに極めて溶けにくく, クロロホルムにほとんど溶けない.

融点: 約 211 $^{\circ}$ C (分解).

確認試験

(1) 本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加え, 水浴上で蒸発乾固し, 残留物をジメチルホルムアミド 1 mL に溶かし, テ

トラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 5 ~ 6 滴を加えるとき, 液は赤紫色を呈する.

(2) 本品の水溶液 (1 50) 5 mL にライネツケ塩試液 5 mL を加えるとき, 淡赤色の沈殿を生じる.

(3) 本品の水溶液 (1 2000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 255 ~ 259 nm に吸収の極大を示す.

(4) 本品の水溶液 (1 10) 2.5 mL に希硝酸 1 mL を加えた液は臭化物の定性反応 (1) を呈する.

旋光度 [α]_D: -19.0 ~ -26.0 $^{\circ}$ (0.25 g, 水, 25 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 溶状 本品 0.30 g に水 10 mL を加えて溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり, 試験を行う. 比較液には, 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下).

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下).

(4) 他のアルカロイド 本品 0.25 g に, 薄めた塩酸 (1 10) 1 mL を加えて溶かし, 更に水を加えて 15 mL とし, 試料溶液とする.

(i) 試料溶液 5 mL に塩化白金酸試液 2 ~ 3 滴を加えるとき, 沈殿を生じない.

(ii) 試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加えて強く振り混ぜるとき, 液の混濁は次の比較液より濃くない.

比較液: 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 硝酸銀試液 1 mL を加え, その 7 mL をとり, 5 分間放置する.

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 非水滴定用水酢酸 20 mL 及び無水酢酸 80 mL を加えて溶かし, 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.215 mg $C_{18}H_{26}BrNO_3$

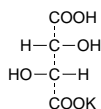
貯法 容器 気密容器.

002204

酒石酸水素カリウム

Potassium Bitartrate

重酒石酸カリウム



$C_4H_5KO_6$: 188.18

本品を乾燥したものは定量するとき, 酒石酸水素カリウム ($C_4H_5KO_6$) 98.5 % 以上を含む.

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においはなく, 清涼な酸味がある.

本品は熱湯にやや溶けやすく, 水に溶けにくく, エタノール

ル又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の飽和水溶液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g をとり、加熱するとき、分解し、砂糖を焼くようなにおいを発する。また、この残留物に水 5 mL を加えて振り混ぜた液は赤色リトマス紙を青変し、この液に希塩酸を加えるとき、泡だつ。

(2) 本品の飽和水溶液はカリウム塩の定性反応(1)及び(3)を呈する。

(3) 本品の飽和水溶液は酒石酸塩の定性反応(1)を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +32.5 ~ +35.5°〔乾燥後, 5 g, 薄めたアンモニア試液(1 : 5), 50 mL, 100 mm〕。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアンモニア試液 3 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(3) 重金属 本品 2.0 g に水 15 mL を加え、アンモニア試液 2.5 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、赤色が消えるまで希酢酸を滴加し、更に希酢酸 2 mL を加え、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は水 15 mL にアンモニア試液 2.5 mL を加え、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

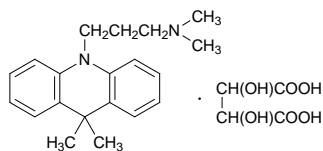
定量法 本品を乾燥し、その約 4 g を精密に量り、熱湯 100 mL を加えて溶かし、直ちに 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 188.18 mg C₄H₅KO₆。

貯法 容器 気密容器。

101878

酒石酸水素ジメタクリン

Dimetacrine Bitartrate



C₂₀H₂₆N₂ · C₄H₆O₆: 444.52

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸水素ジメタクリン(C₂₀H₂₆N₂ · C₄H₆O₆) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、わずかに酸味がある。

本品は水にやや溶けやすく、メタノール、氷酢酸にやや溶けにくく、エーテル、クロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 : 80)の pH は 3.5 ~ 4.0 である。

確認試験

(1) 本品約 5 mg に硝酸 1 mL を加えるとき、濃青色を呈する。

(2) 本品約 5 mg を 0.02 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 3 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液(1 : 50000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 288 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 1 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かし、加熱して冷後、ろ過する。そのろ液を 2 mol/L 塩酸試液で中和した液は、酒石酸塩の定性反応(2),(3)を呈する。旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +6.9 ~ +7.5°(乾燥後, 0.5 g, 水 10 mL, 100 mm)。

融点 152 ~ 155 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとり、水 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(30 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う(5 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n-ブタノール/水/氷酢酸混液(4 : 1 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、だいたい色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.10 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.10 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.45 mg C₂₀H₂₆N₂ · C₄H₆O₆

貯法

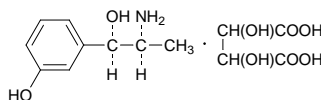
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

104117

酒石酸水素メタラミノール

Metaraminol Bitartrate



C₉H₁₃NO₂ · C₄H₆O₆: 317.30

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸水素メタラミノール(C₉H₁₃NO₂ · C₄H₆O₆) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、エタノール

ールに溶けにくく、エーテル、クロロホルム又は四塩化炭素にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 200 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 0.5 mL に炭酸ナトリウム試液 1 mL 及び薄めたフォリン試液(1 : 2) 1 mL を加え 5 分間放置するとき、液は濃青色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 4 mL に pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 5 mL 及びナフトキノンスルホン酸カリウム 5 mg を加えて溶かし、5 分間放置する。この液に塩化ベンザルコニウム溶液(1 : 100) 0.2 mL 及び四塩化炭素 5 mL を加えて振り混ぜるとき、四塩化炭素層は紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液(1 : 10)は酒石酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -11.0 ~ -13.0°(乾燥後, 1 g, 0.5 mol/L 塩酸試液, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 3.2 ~ 3.5 である。

融点 171 ~ 175 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.730 mg $C_6H_7NO_2 \cdot C_4H_6O_6$

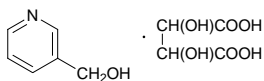
貯法 容器 気密容器。

120026

酒石酸ニコチンアルコール

Pyridylcarbinol *d* Tartrate

3 ピリジンメタノール *d* 酒石酸塩



$C_6H_7NO \cdot C_4H_6O_6$: 259.21

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸ニコチンアルコール($C_6H_7NO \cdot C_4H_6O_6$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水に溶けやすく、メタノール又は水酢酸にやや溶け

にくく、エタノールに溶けにくく、酢酸エチルに極めて溶けにくく、クロロホルムにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に 2,4 ジニトロクロルベンゼン 0.01 g を加えて混和し、穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液(1 : 30000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極大を、波長 228 ~ 232 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3315 cm^{-1} , 3271 cm^{-1} , 1613 cm^{-1} , 1555 cm^{-1} , 1059 cm^{-1} , 905 cm^{-1} 及び 790 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液(1 : 10)を水酸化ナトリウム試液で中和した液は、酒石酸塩の定性反応(1)を呈する。

融点 145 ~ 150 °C(分解, ただし乾燥後)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルメタン/ジオキサン/メタノール/強アンモニア水混液(25 : 15 : 8 : 2)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

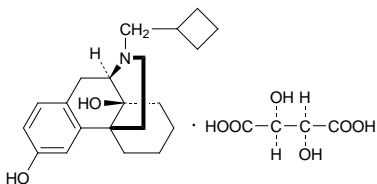
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.921 mg $C_6H_7NO \cdot C_4H_6O_6$

貯法 容器 気密容器。

108864

酒石酸ブトルファノール

Butorphanol Tartrate

 $C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$: 477.55

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、酒石酸ブトルファノール ($C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水、メタノール又は氷酢酸にやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} 、 3160 cm^{-1} 、 1708 cm^{-1} 、 1612 cm^{-1} 及び 1466 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50) は酒石酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-60 \sim -66^\circ$ (脱水物に換算したものの 0.04 g 、メタノール、 10 mL 、 100 mm)。

pH 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は $3.0 \sim 4.0$ である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL 及び 2 mL を正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) $5\text{ }\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に $1,2$ ジクロロエタン/酢酸エチル/強アンモニア水混液 ($125 : 125 : 2$) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) から得たスポット (それぞれ 1.0% 、 2.0% に相当) と比較して総量を求めるとき、 2.0% 以下である。

水分 2.0% 以下 (0.3 g 、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.1% 以下 (0.5 g)。

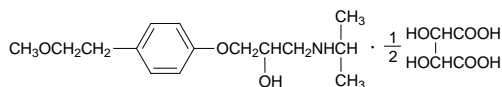
定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 75 mL に溶かし、 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 $1\text{ mL} = 47.75\text{ mg } C_{21}H_{29}NO_2 \cdot C_4H_6O_6$
貯法 容器 気密容器。

108475

酒石酸メトプロロール

Metoprolol Tartrate

 $C_{15}H_{25}NO_3 \cdot 1/2C_4H_6O_6$: 342.41

本品を乾燥したものは定量するとき、酒石酸メトプロロール ($C_{15}H_{25}NO_3 \cdot 1/2C_4H_6O_6$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール又は氷酢酸に溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 $274 \sim 278\text{ nm}$ 及び $281 \sim 285\text{ nm}$ に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3460 cm^{-1} 、 1513 cm^{-1} 、 1253 cm^{-1} 、 1115 cm^{-1} 及び 821 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 : 5) は酒石酸塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+6.5 \sim +10.5^\circ$ (乾燥後、 1.0 g 、水、 50 mL 、 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は $6.0 \sim 7.0$ である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。更にこの液 8 mL 、 6 mL 、 4 mL 及び 2 mL ずつを正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2)、標準溶液 (3)、標準溶液 (4) 及び標準溶液 (5) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3)、標準溶液 (4) 及び標準溶液 (5) $5\text{ }\mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い、酢酸エチル/メタノール混液 ($4 : 1$) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に標準溶液 (5) のスポットが明瞭に見えるまで放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットを標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3)、標準溶液 (4) 及び標準溶液 (5) のスポットと比較するとき、類縁物質の総量は 1.0%

以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 氷酢酸 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

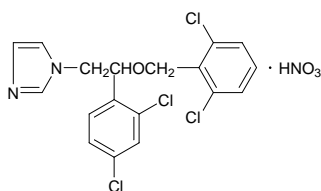
= 34.241 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O_3 \cdot 1/2C_6H_6O_6$

貯法 容器 密閉容器。

108393

硝酸イソコナゾール

Isoconazole Nitrate



$C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$: 479.14

本品を乾燥したものは定量するとき, 硝酸イソコナゾール ($C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく, 氷酢酸にやや溶けにくく, エタノールに溶けにくく, 水に極めて溶けにくく, エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 178 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 100) 1 mL にライネック塩試液 1 mL を加えるとき, 淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3120 cm^{-1} , 1543 cm^{-1} , 1384 cm^{-1} , 1095 cm^{-1} 及び 761 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色を呈する。

(4) 本品 0.025 g に水 5 mL を加えて振り混ぜた液は, 硝酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.75 g をメタノール 25 mL に溶かすとき, 液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をメタノール 40 mL に溶かし, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL にメタノール 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.062 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり, 強熱残分試験法を準用して強熱し, 以下第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし, 硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を用いる

(2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 6 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 10 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ヘキサン/クロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (60 : 30 : 10 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグエンドルフ試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.35 g を精密に量り, 氷酢酸 50 mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

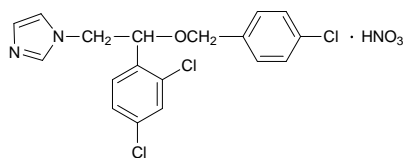
= 47.91 mg $C_{18}H_{14}Cl_4N_2O \cdot HNO_3$

貯法 容器 気密容器。

108161

硝酸エコナゾール

Econazole Nitrate



$C_{18}H_{15}Cl_3N_2O \cdot HNO_3$: 444.70

本品を乾燥したものは定量するとき, 硝酸エコナゾール ($C_{18}H_{15}Cl_3N_2O \cdot HNO_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく, 無氷酢酸又は氷酢酸にやや溶けにくく, エタノールに溶けにくく, 水又はエーテルに極めて溶けにくい。

融点: 約 164 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を 0.1 mol/L 塩酸試液/メタノール混液 (7 : 3) 5 mL に溶かし, ライネック塩試液 5 滴を加えるとき, 淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 262 ~ 266 nm, 268 ~ 272 nm 及び 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色を呈する。

(4) 本品 0.01 g に水 5 mL を加えて振り混ぜ, 氷水中で懸濁液を冷却する。懸濁液を冷却したまま, 塩化カリウム

溶液 (1 : 10) 0.4 mL 及びジフェニルアミン試液 0.1 mL を加え、振り混ぜながら、硫酸 5 mL を滴加するとき、液は濃い青色を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル/メタノール/薄めたギ酸 (17 : 20) 混液 (12 : 4 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 60 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板にリンモリブデン酸の無水エタノール溶液 (1 : 20) を均等に噴霧し、80 ~ 90 $^{\circ}$ C で 10 ~ 15 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (4 : 1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

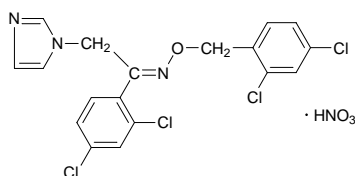
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 44.47 \text{ mg } \text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{Cl}_4\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HNO}_3$$

貯法 容器 密閉容器。

110485

硝酸オキシコナゾール

Oxiconazole Nitrate


 $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{Cl}_4\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HNO}_3 : 492.14$

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸オキシコナゾール ($\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{Cl}_4\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HNO}_3$) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール、無水酢酸又は氷酢酸にやや溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶け

ない。

融点: 約 142 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 5 mg を水/メタノール混液 (1 : 1) 5 mL に溶かし、ライネッケ塩試液 0.5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。
- (3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2600 cm^{-1} , 1390 cm^{-1} , 1042 cm^{-1} , 937 cm^{-1} 及び 827 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (4) 本品 2.0 g をジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とした液は硝酸塩の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) 異性体及びその他の類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に薄層クロマトグラフ用 2 A ジクロロ 2 イミダゾール 1 イルアセトフェノン (E) [O (2 A ジクロロベンジル) オキシム] 硝酸塩 0.020 g をメタノール 50 mL に溶かし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/酢酸エチル/ギ酸/エタノール/水混液 (45 : 40 : 10 : 5 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット及び標準溶液 (2) のスポット以外のスポットは、標準溶液 (1) より得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (1 : 1) 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 49.21 \text{ mg } \text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{Cl}_4\text{N}_3\text{O} \cdot \text{HNO}_3$$

貯法

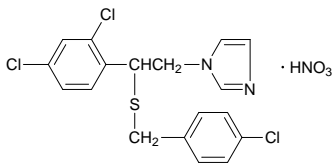
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

108819

硝酸スルコナゾール

Sulconazole Nitrate

C₁₈H₁₅Cl₃N₂S · HNO₃ : 460.76

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、硝酸スルコナゾール (C₁₈H₁₅Cl₃N₂S · HNO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、無水エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品のジメチルホルムアミド溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

本品 1 g に水 100 mL を加え、振り混ぜて得た懸濁液の pH は約 4 である。

融点：約 130 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に薄めたメタノール (1 : 2) 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ライネッケ塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.2 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水酸化ナトリウム試液 2 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水層が中性になるまで水洗する。水浴上で加温してクロロホルムを留去し、残留物に粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸 (1 : 2) 5 mL を加え、加熱するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。
- (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3110 cm⁻¹, 1572 cm⁻¹, 1490 cm⁻¹, 1382 cm⁻¹, 1090 cm⁻¹ 及び 804 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。
- (4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。
- (5) 本品のメタノール溶液 (1 : 50) は硝酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.5 g を希硝酸 6 mL 及びメタノール 40 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL, メタノール 40 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.050 g を薄めたメタノール (4 : 5) 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正

確に量り、薄めたメタノール (4 : 5) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の硝酸イオン及びスルコナゾール以外のピークの合計面積は、標準溶液のスルコナゾールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

移動相：メンブランフィルター (孔径約 0.4 μm) でろ過した酢酸アンモニウム溶液 (1 : 660) 330 mL にメタノール 670 mL を加え、1 mol/L 塩酸試液で pH 4.0 に調整する。

流量：スルコナゾールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸ブチル 4 mg ずつを移動相 30 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液から得たスルコナゾールのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 10 % になるように調整する。
面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルコナゾールの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 0.5 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

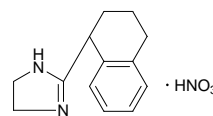
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 46.08 mg C₁₈H₁₅Cl₃N₂S · HNO₃

貯法 容器 密閉容器。

107214

硝酸テトラヒドロゾリン

Tetrahydrozoline Nitrate

C₁₃H₁₆N₂ · HNO₃ : 263.29

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸テトラヒドロゾリン (C₁₃H₁₆N₂ · HNO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、無水酢酸に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 50) の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 100) 5 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤紫色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の水溶液 (1 20) 10 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、エーテル 15 mL ずつで 2 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、水浴上でエーテルを蒸発する。残留物を 80 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 116 ~ 120 °C である。
- (3) 本品の水溶液 (1 100) は硝酸塩の定性反応を呈する。

融点 169 ~ 173 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20 g を水 10 mL 溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、エタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* プロパノール/水/強アンモニア水混液 (5:3:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、100 °C で 10 分間加熱する。これに塩化白金酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき、主スポット以外の赤紫色のスポットを認めない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 10 mL に溶かし、更に無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.329 mg C₂₄H₃₄N₆O₄S₂ · HNO₃

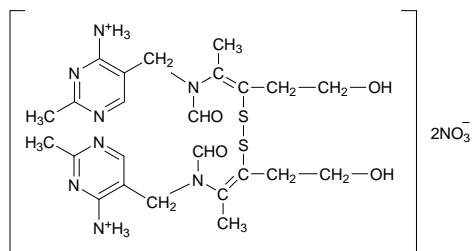
貯法 容器 気密容器。

107241

硝酸ビスチアミン

Bisthiamine Nitrate

硝酸チアミンジスルフィド



C₂₄H₃₄N₆O₄S₂ · 2HNO₃ : 688.73

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、硝酸ビスチ

アミン (C₂₄H₃₄N₆O₄S₂ · 2HNO₃) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 100) の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

融点 : 178 ~ 183 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 5 mg に水 10 mL を加えて溶かし、希水酸化ナトリウム試液を加えて微アルカリ性とした後、L 塩酸ステイン溶液 (1 500) 3 mL を加え、37 °C で 30 分間加熱する。1 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、チアミン定量用臭化シアン試液 2 mL、水酸化ナトリウム溶液 (3 10) 3 mL 及びイソブタノール 5 mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、放置するとき、イソブタノール層は紫青色の蛍光を発する。この蛍光は紫外線によって強くなり、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。
- (2) 本品 5 mg に酢酸鉛試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 10) 1 mL を加えて加熱するとき、液は黒褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。
- (3) 本品の水溶液 (1 200) 2 mL にピクリン酸試液 2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (4) 本品の水溶液 (1 50) は硝酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.053 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には、鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (6) チオクロム反応陽性物質 本品約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T 及び T に正確に量り、酸性塩化カリウム試液 3 mL ずつを加える。T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 10) 2 mL を速やかに加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液 (3 10) 2 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に塩酸チアミン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 S 及び S に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間

遠心分離した後、各イソブタノール層を別の試験管にとる。必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を加え、穏やかに振り混ぜた後、放置し、澄明なイソブタノール液をとる。これらの液につき、蛍光光度計を用い、370 nm 付近における励起の極大波長及び 440 nm 付近における蛍光の極大波長で蛍光強度 F_T , F_T , F_S 及び F_S を測定し、次の式によって得た数値及び乾燥減量で得た数値によって、対応する乾燥物に対するパーセント (%) に換算するとき、チオクロム反応陽性物質の量は 0.5 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{チオクロム反応陽性物質の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times \frac{1}{500} \end{aligned}$$

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 70 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及び塩酸チアミン標準品 (別途水分を測定しておく) 約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれ 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 5 mL を加え、更に塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 5 mL を加え、37 ± 2 °C で 30 分間加温し、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、それぞれ試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液 5 mL ずつを共栓試験管 T 及び T に正確に量り、T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 5.0 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜる。別に標準溶液 5 mL ずつを共栓試験管 S 及び S に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 368 nm における吸光度 A_T , A_T , A_S 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{硝酸ビスチアミン (C}_{24}\text{H}_{34}\text{N}_6\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{HNO}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{A_T - A_T}{A_S - A_S} \times 1.021 \end{aligned}$$

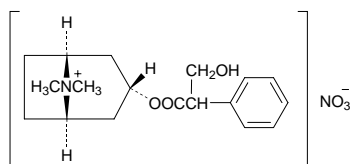
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

100689

硝酸メチルアトロピン

Atropine Metonitrate



$\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_6$: 366.41

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸メチルアトロピン ($\text{C}_{18}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品は水に極めて溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 1 mg に発煙硝酸 4 滴を加え、水浴上で蒸発乾固するとき、黄色の残留物を生じる。冷後、残留物にアセトン 2 mL を加えて溶かし、水酸化カリウムのメタノール溶液 (3 : 100) 4 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に塩酸 0.5 mL 及び塩化金酸試液 2 mL を加え、生じた沈殿をろ取り、塩酸を滴加して酸性とした熱湯から再結晶し、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は約 205 °C である。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 100) は硝酸塩の定性反応 (2) を呈する。

融点 166 ~ 168 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) ヒヨスチアミン 本品を乾燥し、その約 2.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 25 mL とする。この液につき、層長 200 mm で比旋光度を測定するとき、 $[\alpha]_D^{25}$ は -1.25 ~ +0.25 ° である。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 可溶性ハロゲン化物 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とし、塩化物試験法を準用する。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える。
- (5) 他のアルカロイド 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を加えるとき、沈殿を生じない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 36.641 \text{ mg C}_{18}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_6$$

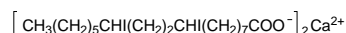
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

101154

ジヨードステアリン酸カルシウム

Calcium Diiodostearate



$\text{C}_{36}\text{H}_{66}\text{CaI}_2\text{O}_4$: 1110.60

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ素 (I : 126.90) 43.4 ~ 46.2 % 及びカルシウム (Ca : 40.08) 3.54 ~ 3.68 % を含む。

性状 本品は白色 ~ 淡黄色の塊又は粉末で、わずかに特異な

においがあり、味はほとんどない。

本品はエーテル又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール又は水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加え、数分間水浴中で加熱した後、水 10 mL を加え、更に塩酸を加えて酸性とし、塩素試液 5 滴及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に希塩酸 2 mL 及び水 5 mL を加え、水浴中で振り混ぜながら 5 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 3 mL にアンモニア試液を加えてわずかにアルカリ性とした液はカルシウム塩の定性反応(3)を呈する。

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g に無水エタノール/エーテル混液(1:1) 10 mL を加え、振り混ぜてろ過し、ろ液にフェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴を加え、更に 0.5 mol/L 水酸化カリウム液 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

(2) 遊離ヨウ素 本品 1.0 g をとり、クロロホルム 10 mL を加え、振り混ぜて溶かし、ヨウ化カリウム試液 10 mL 及びデンプン試液 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、水層は直ちに青紫色を呈しない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 6 時間)。

定量法

(1) ヨウ素 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、亜鉛末 0.5 g 及び氷酢酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け、1 時間煮沸した後、冷却器を通して熱湯 30 mL で洗い込み、熱時、脱脂綿を用いてろ過し、熱湯 20 mL ずつを用いて 2 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、氷酢酸 8 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ化カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.59 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、氷酢酸 10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り、それぞれにクロロホルム 5 mL を加えて強く振り混ぜた後、クロロホルム層を除く。更にこの操作を 3 回繰り返した後、水層を分取し、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及びクロロホルム 10 mL を正確に加えて直ちに強く振り混ぜた後、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する。クロロホルム層を分取し、無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて振り混ぜた後、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液につき、クロロホルムを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 512 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ヨウ素(1)の量(mg) = 定量用ヨウ化カリウムの量(mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \times 0.7645$$

0.7645 : I/KI の分子量比。

(2) カルシウム 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、希塩酸 10 mL 及び水 10 mL を加え、還流冷却器を付けて油層が澄明になるまで煮沸し、熱時、あらかじめ水で潤したろ紙を用いてろ過し、ろ紙上の残留物は熱湯 20 mL ずつで 2 回洗い、洗液はろ液に合わせ、冷後、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加えて 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する(指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.025 g)。ただし、滴定の終点は液の青色が赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.8016 mg Ca

貯法

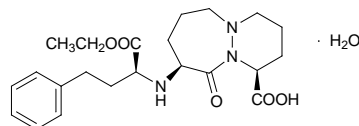
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

111013

シラザプリル

Cilazapril



$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$: 435.51

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$: 417.50) 98.5 % 以上を含む。

性状 白色~帯微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はジクロロメタンに極めて溶けやすく、エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は光によって変化する。

融点: 約 101 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 4 mg を水 4 mL に溶かし、ドラーゲンドルフ試液 2 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3610 cm^{-1} , 2930 cm^{-1} , 1739 cm^{-1} , 1667 cm^{-1} , 1193 cm^{-1} 及び 704 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D: -53 ~ -58 °(脱水物に換算したもの 0.2 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.009 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 40 mL 及び希塩酸 1.5 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 : 8) 10 mL を加えて混和し、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、ジクロロメタン 20 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 3 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (2) とする。別に、標準溶液 (1) 2 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (3) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1)、(2) 及び (3) 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/ヘキサン/酢酸 (100) /水混液 (62 : 15 : 10 : 10 : 3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を飽和させた槽中に 2 時間放置した後、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た R_f 値 0.40 付近の主スポット以外のスポットのうち、 R_f 値 0.17 付近のものは標準溶液 (1) から、及び R_f 値 0.44 付近のものは標準溶液 (2) から得たそれぞれのスポットより濃くなく、更にその他のスポットは 3 個以下で、これらのうち標準溶液 (3) より濃いものは、1 個以下でかつ標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

水分 3.5 ~ 5.0 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差適定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.350 mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$

貯法

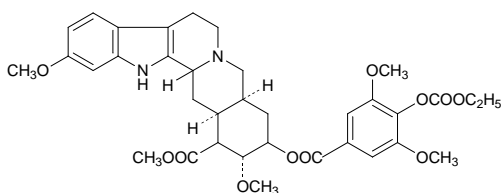
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107080

シロシゴピン

Syrosingopine



$C_{35}H_{42}N_2O_{11}$: 666.71

本品を乾燥したものは定量するとき、シロシゴピン ($C_{35}H_{42}N_2O_{11}$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色 ~ 淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、お

いはない。

本品はクロロホルム又は氷酢酸に溶けやすく、メタノール、エタノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって変色する。

融点: 約 209 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg にバニリン・塩酸試液 1 mL を加えて加温するとき、液はあざやかな赤紫色を呈する。

(2) 本品 1 mg にモリブデン酸ナトリウムの硫酸溶液 (1 : 1000) 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は黄色を呈し、放置すると徐々に青色に変わる。

(3) 本品 1 mg に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド 0.01 g を加え、氷酢酸 0.5 mL 及び硫酸 0.5 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈し、次に氷酢酸 2 mL を加えるとき、赤色に変わる。

(4) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 258 ~ 262 nm 及び 295 ~ 298 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (258 nm): 229 ~ 235 (乾燥後, 0.015 g, 無水エタノール, 1000 mL)。

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (298 nm): 138 ~ 144 (乾燥後, 0.015 g, 無水エタノール, 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -104 ~ -112 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.30 g に水 60 mL を加え、ときどき振り混ぜながら 70 $^{\circ}$ C で 20 分間加温する。冷後、ろ過し、ろ液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.044 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 他のアルカロイド 本品 1.5 mg に無水エタノール 100 mL を加えて溶かす。この液につき、無水エタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 258 nm 及び 298 nm における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 1.60 ~ 1.70 である。また、この液の吸収スペクトルを測定するとき、波長 384 nm に吸収の極大を認めない。また、直ちにこの液に紫外線を照射するとき、蛍光を認めることがあっても極めてわずかである。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.2 g, 減圧, 五酸化リン, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。

同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.334 mg C₃₅H₄₂N₂O₁₁

貯法

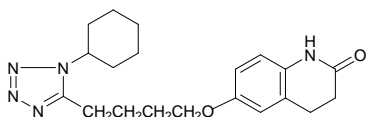
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109422

シロスタゾール

Cilostazol



C₂₀H₂₇N₅O₂ : 369.46

本品を乾燥したものは定量するとき、シロスタゾール (C₂₀H₂₇N₅O₂) 98.5 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミド又はベンジルアルコールにやや溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水又は無水エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品及びシロスタゾール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとシロスタゾール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 158 ~ 162 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.025 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、個々の類縁物質は 0.2 % 以下であり、それらの合計は 1.0 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 µm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：ジクロロメタン/*n* ヘキサン/メタノール混液 (20 : 10 : 1)

流量：シロスタゾールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 1 mL をとり、3-*A* ジヒドロ 6-ヒドロキシ (α(1*H*)) キノリノン 5 mg をメタノール 10 mL に溶かした液 1 mL を加え、移動相を加えて 100 mL とする。この液 5 µL につき、上記の条件で操作するとき、シロスタゾール、3-*A* ジヒドロ 6-ヒドロキシ (α(1*H*)) キノリノンの順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からシロスタゾールの保持時間の約 3 倍の範囲

検出感度：試料溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 100 mL とする。この液 5 µL につき上記の条件で操作するとき、シロスタゾールのピーク高さが 20 ~ 40 mm になるように調整する。

(4) メタノール 本品約 0.5 g を精密に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えて、ベンジルアルコールを加えて溶かした後、更にベンジルアルコールを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にメタノール 1 mL を正確にとり、ベンジルアルコールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確にとり、ベンジルアルコールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確にとり、内標準溶液 2 mL を正確に加え、ベンジルアルコールを加えて 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のメタノール及び内標準溶液のピーク面積を自動面積測定法によって測定し、内標準物質のピーク面積に対するメタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める (0.1 % 以下)。

$$\text{メタノール (CH}_3\text{O) の量 (\%)} = \frac{50}{W} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.787$$

W : 試料の秤取量 (mg)

0.787 : 25 °C におけるメタノールの比重

内標準溶液 *n* プロパノールのベンジルアルコール溶液 (1 : 5000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管に粒径 150 ~ 180 µm のガスクロマトグラフ用多孔性スチレンジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度：130 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：毎分約 50 mL の一定流量

カラムの選定：標準溶液 2 µL につき、上記の条件で操作するとき、メタノール及び *n* プロパノールの分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 2 µL から得たメタノールのピーク高さがフルスケールの 30 ~ 100 % になるように調整する。

乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し、その約

0.05 g ずつを精密に量り、メタノールを加えて溶かし、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とする。この液それぞれ 1 mL をとり、メタノールを加えて 10 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

シロスタゾール ($C_{20}H_{27}N_5O_2$) の量 (mg)

$$= \text{シロスタゾール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 ベンゾフェノンのメタノール溶液 (1 250)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/メタノール混液 (10 : 7 : 3)

流量：シロスタゾールの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シロスタゾール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

104104

水 銀

Mercury

Hg : 200.59

本品は定量するとき、水銀 (Hg) 99.5 % 以上を含む。

性状 本品は光沢のある銀白色の液状金属で、においはない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は硝酸に溶けるが、塩酸又は硫酸に溶けない。

本品は室温で徐々に揮散し、その蒸気は有毒である。

比重 d_4^{20} : 約 13.6

確認試験 本品 0.1 g に薄めた硝酸 (1 2) 1 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 1000 mL とする。この液 10 mL にジフェニルカルバゾンのエタノール溶液 (1 100) 1 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

純度試験

(1) 異物 本品は表面にくもりを認めない。また、本品を白紙上にころがすとき、紙上に跡を残さない。

(2) 他の重金属 強熱残分試験で得た残留物に塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に薄めた塩酸 (2 3) 2 mL を加えて加湿した後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、以下重金属試験法第 2 法により操作し、試験を行う。比較液は硝酸 5 mL 及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物に薄めた塩酸 (2 3) 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。この液 10 mL をとり、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 鉄 (2) の試料溶液 2.5 mL をとり、薄めた塩酸 (2 3) 0.9 mL 及び水を加えて 15 mL とし、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 10) 1 mL を加え、約 5 分間放置する。次に酢酸アンモニウム溶液 (1 4) 5 mL、*o*-フェナントロリン溶液 (1 500) 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし、20 ~ 35 $^{\circ}$ C で 15 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩酸 0.1 mL を水浴上で蒸発乾固し、残留物に薄めた塩酸 (2 3) 1 mL、鉄標準液 1.5 mL 及び水を加えて 15 mL とし、同様に操作する (0.006 % 以下)。

強熱残分 本品 5.0 g を磁製のつぼにとり、硝酸/水混液 (5 : 3) 8 mL を加え、時計皿で覆い、反応が完結した後、水浴上で蒸発乾固し、次に注意して恒量になるまで強熱するとき、残留物の量は 0.5 mg 以下である。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水/硝酸混液 (1 : 1) 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、液が無色となるまで加温を続ける。冷後、水を加えて全量を正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 50 mL 及びヘキサミン 3 g を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬：キシレノールオレンジ試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL

$$= 4.012 \text{ mg Hg}$$

貯法 容器 水銀によって侵食されない非金属製の気密容器。

100449

水酸化アルミニウム・炭酸水素ナトリウム共沈物

Aluminum Hydroxide Sodium Bicarbonate Co precipitate

本品は水酸化アルミニウムと炭酸水素ナトリウムの共沈乾燥物で、定量するとき、換算した乾燥物に対し、アルミニウム (Al : 26.98) 17.5 ~ 21.0 % 及びナトリウム (Na : 22.99) 12.0 ~ 16.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に泡だてて溶ける。

本品 1 g を水酸化ナトリウム溶液 (1 5) 20 mL と加熱すれば大部分溶ける。

確認試験

(1) 本品の希塩酸溶液 (1 20) はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(2) (1) の溶液にアンモニア試液を加えて弱アルカリ性とし、ろ過する。ろ液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

(3) 本品は炭酸水素塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 液性 本品 2.0 g に水 50 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、遠心分離して得た上澄液の pH は 8.0 ~ 10.0 である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え、沸騰するまで加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。

これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.284 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え、沸騰するまで加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g に希塩酸 18 mL を加え、加温して溶かす。冷後、ろ過し、ろ液に酢酸ナトリウム試液 18 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 18 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.40 g に希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かす。冷後、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 15.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37±2 °C で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品の換算した乾燥物 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 255 mL 以上である。

定量法

(1) アルミニウム 本品約 2 g を精密に量り、塩酸 15 mL を加え、30 分間水浴上で振り混ぜながら加熱して溶かす。冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 50 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色になるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 1.3491 mg Al

(2) ナトリウム 炎光光度計を用い、検量線法にしたがって定量する。

(i) 標準溶液及び検量線 塩化ナトリウム標準試薬を 500 ~ 650 °C で 40 ~ 50 分間乾燥し、その 2.5420 g を正確に量り、水 100 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 100 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はナトリウム (Na) 0.1 mg を含む。この液を用いて、1 mL 当り 0.01 mg, 0.05 mg 及び 0.09 mg のナトリウムを含む標準液を調製する。これらの標準液を炎光光度計にかけ、指針の振れを読みとる。縦軸に指針の読み、横軸に標準液のナトリウム濃度をとる、検量線を作成する。

(ii) 試料溶液 本品約 0.10 g を精密に量り、希塩酸 10 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。

(iii) 操作法 炎光光度計のフィルターを 589 nm に合わせ、ガスバーナーに点火し、ガス圧と空気圧を調整する。

水を入れたセルをホルダーにのせ、噴霧燃焼させながら指針が目盛 0 を示すように調整する。次に、1 mL 中にナトリウム 0.1 mg を含む溶液をセルに入れ、ホルダーにのせて噴霧燃焼させ、指針の振れが 100 になるように調整する。続いて、セルに入れた試料溶液を噴霧燃焼させ、指針の振れ目盛を読みとり、あらかじめ作成した検量線からナトリウム濃度 (Na mg/mL) を求め、次式によりナトリウム (%) を算出する。

$$\text{Na} (\%) = \frac{200 \times R}{W} \times 100$$

R: 検量線から求めた Na 濃度 (Na mg/mL)

W: 試料の採取量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

111027

水酸化アルミニウム・炭酸マグネシウム・炭酸カルシウム共沈物

Aluminum Hydroxide Magnesium Carbonate
Calcium Carbonate Co precipitate

本品は水酸化アルミニウム、炭酸マグネシウム及び炭酸カルシウムの共沈乾燥物であり、そのモル比は約 2 : 1 : 2 である。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酸化アルミニウム (Al_2O_3 : 101.96) 19.5 ~ 24.5 %, 酸化マグネシウム (MgO : 40.30) 9.5 ~ 14.5 % 及び酸化カルシウム (CaO : 56.08) 21.5 ~ 26.5 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒状で、におい及び味はない。本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に泡だって溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に希塩酸 10 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水 20 mL を加え、アンモニウム試液を加えて中性とし、生じた沈殿をろ過する。ろ液は確認試験 (2) に用いる。残留物に希塩酸を加えて溶かした液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(2) (1) で得たる液にシュウ酸アンモニウム試液を加え、生じた白色の沈殿をろ過して分取し、希塩酸に溶かした液はカルシウム塩の定性反応を呈する。

(3) (2) で得たる液の一部にリン酸一水素ナトリウム試液を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。また、ろ液の他の一部に水酸化ナトリウム試液を加えるとき、白色のゲル状の沈殿を生じ、過量の水酸化ナトリウム試液を加えても沈殿は溶けないが、ヨウ素試液を追加するとき、沈殿は暗褐色に染まる (マグネシウム塩)。

(4) 本品に希塩酸を加えるとき、泡だってガスを発生する。このガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、直ちに白色の沈殿を生じる (炭酸塩)。

純度試験

(1) 可溶性塩 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、かき混ぜながら沸騰するまで加熱する。冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL を正確にとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物を 120 °C で 3 時間乾燥するとき、その量は 0.030 g 以下である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え、沸騰するまで加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.284 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え、沸騰するまで加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g に希塩酸 12 mL を加え、加温して溶かす。冷後、ろ過し、ろ液に酢酸ナトリウム試液 12 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 12 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) 鉄 本品 1.0 g に希硝酸 20 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて正確に 250 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL を正確に量り、水 20 mL、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 3.0 mL に希硝酸 5 滴及び水を加えて 45 mL とし、同様に操作する。

(6) ヒ素 本品 0.20 g に希塩酸 5 mL を加え、加温して溶かす。冷後、これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

乾燥減量 17.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

制酸力 本品約 0.25 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37±2 °C で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品の換算した乾燥物 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 220 mL 以上である。

定量法

(1) 酸化アルミニウム 本品約 0.4 g を精密に量り、希塩酸 10 mL 及び希硝酸 5 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL を正確に量り、水 75 mL、pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 30 mL 及びアンモニア試液を加えて pH 3.0 とする。Cu PAN 試液 0.4 mL を加え、液がほとんど沸騰するまで加熱しながら、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。滴定の終点は液の赤色が黄色に変わり、1 分間以上赤色に戻らなくなったときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.5098 mg Al₂O₃。

(2) 酸化カルシウム (1) の試料溶液 25 mL を正確に量り、水 175 mL、トリエタノールアミン溶液 (1 2) 10 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.0 mL を加える。5 分間放置した後、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で、徐々に滴定する (指示薬: NN 指示薬 0.1 g)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色になるとき

とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.5608 mg CaO

(3) 酸化マグネシウム (1) の試料溶液 25 mL を正確に量り、水 60 mL、トリエタノールアミン (1 2) 10 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

この 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液の消費量から定量法 (2) で消費した酸化カルシウム (CaO) に対応する 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液の量を差し引いたものが、酸化マグネシウム (MgO) に対応する液量である。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.4030 mg MgO

貯法 容器 気密容器。

103940

水酸化マグネシウム

Magnesium Hydroxide

Mg(OH)₂: 58.32

本品を乾燥したものは定量するとき、水酸化マグネシウム [Mg(OH)₂] 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験 本品の希塩酸溶液 (1 50) はマグネシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アルカリ及び可溶性塩 本品 2.0 g をピーカーにとり、水 100 mL を加え、時計皿で覆い、水浴上で 5 分間加熱した後、直ちにろ過する。冷後、ろ液 50 mL をとり、メチルレッド試液 2 滴及び 0.05 mol/L 硫酸 2.0 mL を加えるとき、液の色は赤色である。また、ろ液 25.0 mL を蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.010 g 以下である。

(2) 炭酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて煮沸し、冷後、酢酸 5 mL を加えるとき、ほとんど泡立たない。

(3) 重金属 本品 1.0 g に希塩酸 20 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 35 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、ろ紙を水で洗い、洗液をろ液に合わせ、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 20 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL、鉛標準液 3.0 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする (30 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 0.050 g に希硝酸 7.5 mL を加えて溶かし、1 分間煮沸する。冷後、水を加えて 50 mL とし、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の

比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 2.0 mL に希硝酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とし、同様に操作する。

(5) 酸化カルシウム 本品約 0.35 g を精密に量り、希塩酸 6 mL を加え、加温して溶かす。冷後、水 300 mL 及び酒石酸溶液(1 5) 3 mL を加え、更にトリエタノールアミン溶液(3 10) 10 mL, 8 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL を加え、5 分間放置した後、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する(指示薬：NN 指示薬 0.1 g)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.5608 mg CaO

酸化カルシウム(CaO: 56.08)の量は 1.0 % 以下である。

(6) ヒ素 本品 0.40 g に希塩酸 10 mL を加え、加温して溶かす。冷後、これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う(5 ppm 以下)。

乾燥減量 2.0 % 以下(0.5 g, 105 ℃, 2 時間)。

強熱減量 30.0 ~ 33.0 % (0.5 g, 900 ℃, 恒量)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 10 mL 及び希塩酸 4.0 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する(指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

この 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液の量を差し引く。

0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 2.9160 mg Mg(OH)₂

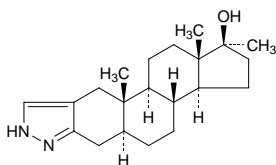
酸化カルシウム(CaO) 1 mg
= 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液
0.36 mL

貯法 容器 気密容器。

106911

スタノゾロール

Stanozolol



C₂₁H₃₂N₂O : 328.50

本品を乾燥したものは定量するとき、スタノゾロール(C₂₁H₃₂N₂O) 96 ~ 104 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、エタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく、アセトン又はエーテ

ルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 223 ~ 225 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3200 cm⁻¹, 2900 cm⁻¹, 1440 cm⁻¹, 1365 cm⁻¹, 1080 cm⁻¹, 960 cm⁻¹ 及び 930 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +34 ~ +40°(乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 230 ~ 242 ℃

純度試験 類縁物質 本品 0.015 g 及びスタノゾロール標準品 0.015 g を量り、それぞれエタノール 1 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液(19:1)を展開溶媒として 10 ~ 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにクロロホルム/硫酸/無水酢酸混液(2:1:1)を噴霧し、100 ℃ で 10 分間加熱するとき、本品及び標準品のスポットは紫紅色を呈し、それらの R_f 値は等しい。また本品は、これと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 1.0 % 以下(0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 100 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 15 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 224 nm における吸光度 A を測定する。

スタノゾロール(C₂₁H₃₂N₂O)の量(mg)

$$= \frac{A}{144} \times \frac{100000}{3}$$

貯法 容器 気密容器。

109082

ストレプトキナーゼ・ストレプトドルナーゼ

Streptokinase・Streptodornase

本品は *Streptococcus hemolyticus* H 46 A 株の培養で得られた産生物より分離精製した酵素剤である。

本品は定量するとき、その 1 mg 中にストレプトキナーゼ 1000 単位以上及びストレプトドルナーゼ 250 単位以上を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の粉末で、においはない。

本品につきストレプトキナーゼ 50000 単位当たり生理食塩液 20 mL を加えて溶かすとき、5 分間以内に澄清又はわずかに混濁して溶ける。

確認試験 本品 0.05 g に生理食塩液 20 mL を加えて溶かし、この液 1 mL をとり、希ゼラチン試液を加え、その 1 mL

中にストレプトキナーゼとして 10 単位を含むように調製する。この液 0.2 mL 及び希ゼラチン試液 (対照液) 0.2 mL をそれぞれ別の試験管にとり、25±0.1 ℃ の恒温水槽に入れ、各々にユーグロブリン試液 0.2 mL を加えて振り混ぜた後、4 分後にフィブリノーゲン試液 0.4 mL を加え、更にユーグロブリン試液添加 5 分後にトロンピン試液 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき、試料溶液は凝固するが、15 分間以内に溶解する。また、対照液も凝固するが、1 時間以内に溶解しない。

pH 本品 0.25 g に生理食塩液を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 6.5 ~ 8.5 である。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 五酸化リン, 恒量)。

力価試験

1) ストレプトキナーゼの力価試験

(1) ストレプトキナーゼ標準溶液の調製 ストレプトキナーゼ標準品に生理食塩液を適量加えて穏やかに振り混ぜて溶かし、1 mL 当たり 10000 単位を含むように調製する。この液に希ゼラチン試液を加え、それぞれ (1 500), (1 750), (1 1000), (1 1500), (1 2000) 及び (1 3000) の標準溶液を調製する。

(2) 試料溶液の調製 本品約 0.5 g を精密に量り、生理食塩液を加えて穏やかに振り混ぜて溶かし、正確に 200 mL とする。この液に希ゼラチン試液を加え、ストレプトキナーゼ標準溶液の調製と同様にして試料溶液を調製する。

(3) 操作法 標準溶液及び試料溶液〔通常 (1 500) ~ (1 3000) の 6 系列〕の 0.2 mL ずつを試験管 (長さ 100 mm × 径 10 mm) に量り、25±0.1 ℃ の恒温水槽に入れ、各々にユーグロブリン試液 0.2 mL を加えて振り混ぜた後、4 分後にフィブリノーゲン試液 0.4 mL を加え、更にユーグロブリン試液添加 5 分後にトロンピン試液 0.1 mL を加えて振り混ぜ、トロンピン試液添加後の凝固物の溶解時間 (秒) を記録する。凝固物の溶解は試験管を傾斜し、液面が水平になり、繊維素の残留物がほとんどなくなったときとする。

(4) 力価計算 両対数グラフに標準溶液及び試料溶液の溶解時間を縦軸に、希釈倍数を横軸にプロットして直線をつくる。この直線が溶解時間 10 分の線と交わる点から希釈倍数を求める。

$$1 \text{ mg 中のストレプトキナーゼ単位} = \text{ストレプトキナーゼ標準溶液の単位 (10000)} \times \frac{\text{試料溶液の希釈倍数}}{\text{標準溶液の希釈倍数}} \times \frac{200}{\text{試料の採取量 (mg)}}$$

2) ストレプトドルナーゼの力価試験

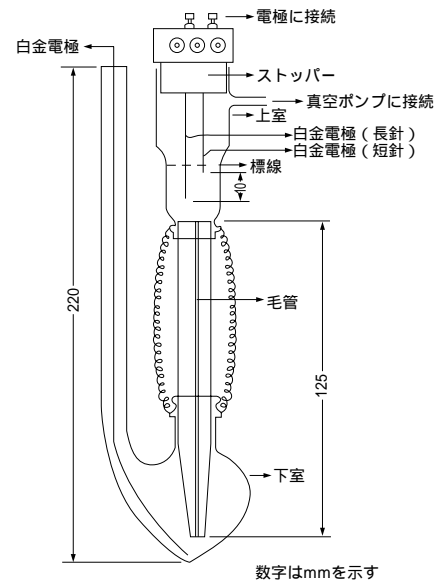
(1) 装置 図に示す粘度計を用いる。硬質ガラス製で接続部はすり合わせのものを用いる。

(2) ストレプトドルナーゼ標準溶液の調製 ストレプトドルナーゼ標準品に生理食塩液を適量加えて溶かし、1 mL 当たり 5000 単位を含むように調製し、更に混合ペプトン試液を用いて 1 mL 当たり 10 単位を含むように標準溶液を調製する。

(3) 試料溶液の調製 本品約 0.1 g を精密に量り、生理食塩液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。更に混合ペプトン試液を用いて 1 mL 当たり 10 単位 (推定) を含むように試料溶液を調製する。

(4) 操作法 粘度計を 30±0.1 ℃ の恒温水槽中に標線の約 10 mm 上まで水に没するように入れ、垂直に保持し、白金電極付きストッパーを外し、上室に 3.5 mL のデオキシリボ核酸試液を入れて白金電極付きストッパーを取りつけた後静置する。デオキシリボ核酸試液が同温度になるまで 30 分間放置した後、真空ポンプに接続し、流下した下室のデオキシリボ核酸試液を吸引して後、吸引をやめ、白金電極の短針から長針までの流下に要した時間を 2 ~ 3 回測定する。なお流下時間が次第に速くなるようなら、デオキシリボ核酸試液が汚染されていることがあるので新たに試験をやり直す。デオキシリボ核酸試液の流下時間が一定になったとき、試料溶液 0.1 mL を上室に入れ、デオキシリボ核酸試液とよく混和し、白金電極の短針から長針までの流下に要した時間 B (秒) を測定する。測定は試料溶液を上室に入れた後、5 分、10 分、15 分、20 分、25 分及び 30 分で行い、それぞれの測定値を B₁, B₂, B₃, B₄, B₅ 及び B₆ とする。別に標準溶液を用いて同様の方法で操作する。粘度計の恒数 A (秒) は、あらかじめ、混合ペプトン試液 3.6 mL を用いて同様の方法で白金電極の短針から長針までの流下に要する時間を測定して定めておく。

(5) 力価計算 A を B₁, B₂, B₃, B₄, B₅ 及び B₆ で除したものを X₁, X₂, X₃, X₄, X₅ 及び X₆ とする。X を縦軸に、測定時間 5 分、10 分、15 分、20 分、25 分及び 30 分を横軸にプロットして直線をつくる。この直線より 0 分の値 (C) と 25 分の値 (D) を求め、D 値から C 値を差し引き、これを K₂₅ とする。同様に標準溶液について行う。



$$1 \text{ mg 中のストレプトドルナーゼ単位} = \text{ストレプトドルナーゼ標準溶液の単位 (10)} \times \frac{K_{25} \text{ 試料溶液}}{K_{25} \text{ 標準溶液}} \times \frac{1}{\text{試料の量 (mg)}} \times \text{希釈倍数}$$

貯法

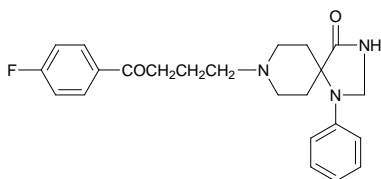
保存条件 2 ~ 10 ℃ に保存する。

容器 気密容器。

005405

スピペロン

Spiperone

C₂₃H₂₆FN₃O₂ : 395.47

本品を乾燥したものは定量するとき、スピペロン (C₂₃H₂₆FN₃O₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色又はわずかに黄色を帯びた粉末又は結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸に溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水又はイソプロパノールにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液にほとんど溶けない。

本品は光により徐々に変化する。

融点：約 204 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g をイソプロパノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) 100 mL に溶かし、この液 10 mL をとり、イソプロパノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を加えて 100 mL とし、更にこの液 10 mL にイソプロパノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 246 ~ 248 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 0.03 g をとり、水 50 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液 (4 : 1) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液 A とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 B とする。試料溶液、標準溶液 A 及び標準溶液 B につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 A 及び標準溶液 B 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/エタノール/強アンモニア水混液 (90 : 10 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液 A から得たスポットより濃くなく、総量は 1 %

以下である。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、クロロホルム 20 mL 及び非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.547 mg C₂₃H₂₆FN₃O₂

貯法

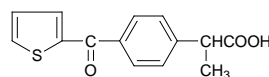
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108930

スプロフェン

Suprofen

C₁₄H₁₂O₃S : 260.31

本品を乾燥したものは定量するとき、スプロフェン (C₁₄H₁₂O₃S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン又は 1, 4 ジオキサンに溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。本品の 1/4 ジオキサン溶液 (1 : 40) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をエタノール (99.5) 5 mL に溶かし、この液 0.5 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 2 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・エタノール試液 0.5 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸鉄 (III)・エタノール試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.03 g をとり、薄めた過酸化水素 (30) (1 : 5) 10 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により操作し、検液を調製する。検液は硫酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 268 nm 及び 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2980 cm⁻¹, 2930 cm⁻¹, 1725 cm⁻¹, 1594 cm⁻¹, 1560 cm⁻¹ 及び 1510 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 124 ~ 127 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 3 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/イソプロピルエーテル/ギ酸混液（20 : 10 : 1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは認めないが、又は認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下（2 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間）。

強熱残分 0.30 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて溶かし、更に水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。別にメタノール 50 mL に水 30 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 26.031 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$$

貯法

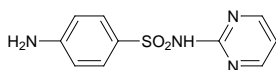
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

001354

スルファジアジン

Sulfadiazine



$\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$: 250.28

本品を乾燥したものは定量するとき、スルファジアジン（ $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$ ）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンに溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.02 g を水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL に溶かし、硫酸銅試液 2～3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡緑色を呈する。

(3) 本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし、硫酸銅試

液 2 滴を加えて振り混ぜる。これに水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3440 cm^{-1} , 3360 cm^{-1} , 3040 cm^{-1} , 1652 cm^{-1} , 1582 cm^{-1} , 1494 cm^{-1} , 1327 cm^{-1} , 1158 cm^{-1} 及び 797 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 約 252 $^{\circ}$ C（分解）

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 酸 本品 4.0 g に水 160 mL を加え、70 $^{\circ}$ C で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過し、検液とする。検液 20 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 塩化物 (2) の検液 40 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える（0.014 % 以下）。

(4) 硫酸塩 (2) の検液 20 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える（0.038 % 以下）。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(7) 類縁物質 本品 0.10 g を *n* ブタノール/強アンモニア水混液（4 : 1）に溶かし、正確に 10 mL とし試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、*n* ブタノール/強アンモニア水混液（4 : 1）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/強アンモニア水混液（4 : 1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、15 $^{\circ}$ C に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する。ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液を滴加して 1 分間後に、被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 25.028 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}$$

貯法

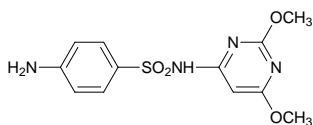
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001355

スルファジメトキシ

Sulfadimethoxine

C₁₂H₁₄N₄O₄S : 310.33

本品を乾燥したものは定量するとき、スルファジメトキシ (C₁₂H₁₄N₄O₄S) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンに溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は青緑色を呈する。

(3) 本品 0.01 g にピリジン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜる。更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(4) 本品 0.5 g に氷酢酸 2 mL を加え、還流冷却器を付けて加熱して溶かし、無水酢酸 1 mL を加えて 10 分間煮沸する。これに水 10 mL を加えて冷却した後、更に水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 約 7 mL を加えてアルカリ性とする。必要ならば過し、この液に直ちに氷酢酸を滴加して酸性とし、生じた沈殿をろ取り、メタノールから再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 213 ~ 216 °C である。

融点 198 ~ 203 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、70 °C で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 5 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入

り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (70 : 30 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、15 °C に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法、白金 - ガラス電極)。

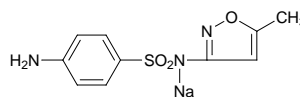
0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL
= 31.033 mg C₁₂H₁₄N₄O₄S

貯法 容器 密閉容器。

107013

スルファメトキサゾールナトリウム

Sodium Sulfamethoxazole

C₁₀H₁₀N₃NaO₃S : 275.26

本品を乾燥したものは定量するとき、スルファメトキサゾールナトリウム (C₁₀H₁₀N₃NaO₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.4 g を水 10 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて混和し、析出する結晶をろ取り、少量の水で洗い、105 °C で 2 時間乾燥する。この結晶 0.01 g を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) (1) の結晶 0.02 g を水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL に溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は帯青緑色を呈する。

(3) (1) の結晶につき、融点を測定するとき、169 ~ 172 °C である。

(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3505 cm⁻¹, 3400 cm⁻¹, 3220 cm⁻¹, 1625 cm⁻¹, 1595 cm⁻¹, 1315 cm⁻¹ 及び 1170 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(5) 本品の水溶液 (1 : 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 9.2 ~ 10.4 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 3 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジオキサン/ニトロメタン/水/強アンモニア水混液 (200 : 160 : 20 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 27.526 mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

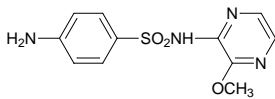
貯法 容器 気密容器。

107011

スルファメトピラジン

Sulfamethopyrazine

スルファレン



$C_{11}H_{12}N_4O_3S$: 280.30

本品を乾燥したものは定量するとき、スルファメトピラジン ($C_{11}H_{12}N_4O_3S$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色又は帯黄白色の結晶性の粉末で、においはほとんどない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品は光によって黄褐色となる。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 5 mL を加え、約 5 分間静かに煮沸して溶かした後、冷却した液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.1 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液 2 ~ 3 滴を加えるとき、緑色の強い蛍光を発する。

(3) 本品及びスルファメトピラジン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとスルファメトピラジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品及びスルファメトピラジン標準品 0.01 g ずつをとり、それぞれにメタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L をアルミナ薄層板にスポットし、クロロホルム/メタノール混液 (16 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、だいたい黄色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

融点 175 ~ 178 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は薄めた 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液 (1 : 200) の色より濃くない。

(2) 酸 本品 4.0 g に水 100 mL を加え、70 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過し、試料溶液とする。試料溶液 25 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL を加えるとき、液の色は紅色である。

(3) 塩化物 純度試験 (2) で得た試料溶液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.14 mL を加える (0.005 % 以下)。

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

(5) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (1 ppm 以下)。

(6) 硫酸塩 純度試験 (2) で得た試料溶液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.10 mL を加える (0.005 % 以下)。

(7) 鉄 本品 2.0 g をとり、水 40 mL を加えて 70 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱し、ろ過する。ろ液に水を加えて正確に 50 mL とする。その 25 mL を正確に量り、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 : 10) 2 mL、 α, α -ジピリジルの 0.2 mol/L 塩酸溶液 (1 : 1000) 10 mL、酢酸アンモニウム溶液 (1 : 50) 10 mL をそれぞれ正確に加え、更に水を加えて正確に 100 mL とし試料溶液とする。

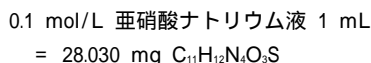
別に硫酸第一鉄アンモニウム 0.100 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。その 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、この 1.4 mL を正確に量り、水 25 mL を加え、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 : 10) 2 mL、 α, α -ジピリジルの 0.2 mol/L 塩酸溶液 (1 : 1000) 10 mL、酢酸アンモニウム溶液 (1 : 50) 10 mL をそれぞれ正確に加え、更に水を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液について 30 分間後に比色するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない (20 ppm 以下)。

(8) 硫酸呈色物 本品 1.0 g をとり、試験を行うとき、液の色は色の比較液 C より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、15 °C に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する。ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液の滴加 1 分間後に、被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする。



貯法

保存条件 遮光して保存する。

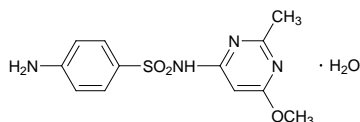
容器 気密容器。

107010

スルファメトミジン

Sulfametomidine

メトファジン



$C_{12}H_{14}N_4O_3S \cdot H_2O : 312.34$

本品を乾燥したものは定量するとき、スルファメトミジン ($C_{12}H_{14}N_4O_3S : 294.33$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテル又はクロロホルムに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品は光により徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(3) 本品 0.01 g にピリジン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加え、よく振り混ぜる。更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

融点 173 ~ 177 °C (乾燥後)。ただし、測定管を加熱して予想した融点の約 30 °C 下の温度まで上げ、試料を入れた毛細管を挿入する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、その色は色の比較液 A より濃くない。

(2) 酸 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、70 °C で 5 分

間加熱した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

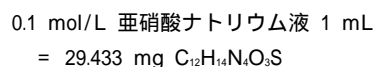
(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、エタノール/強アンモニア水混液 (9 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、エタノール/強アンモニア水混液 (9 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸 *n*-ブチル/シクロヘキサン/無水エタノール混液 (3 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 4.5 ~ 6.5 % (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 20 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、5 ~ 10 °C に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する (電流滴定・白金電極)。



貯法

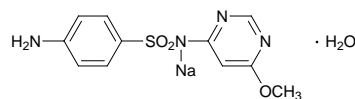
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

106758

スルファモノメトキシナトリウム

Sulfamonomethoxine Sodium



$C_{11}H_{11}N_4NaO_3S \cdot H_2O : 320.30$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、スルファモノメトキシナトリウム ($C_{11}H_{11}N_4NaO_3S : 302.28$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、アセトンに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.4 g に水 10 mL を加えて溶かし、酢酸 2 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 204 ~ 206 °C である。

また、この物につき

(i) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて

溶かした液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(ii) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(iii) 本品 0.01 g にピリジン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜる。更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を強熱し、残留物に水 10 mL を加えて溶かした液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 9.2 ~ 9.8 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 25 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は色の比較液 A より濃くない。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、水 10 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、水 10 mL 及び塩酸 4 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。(2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、*n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、*n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得られた主スポットより小さくなく、かつ濃くない。

水分 6.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、塩酸 10 mL を加え、15 $^{\circ}$ C に冷却した後、碎氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する。滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液の滴加 1 分間後に、被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする。

0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液 1 mL

= 30.228 mg C₁₂H₁₄N₄O₂S

貯法

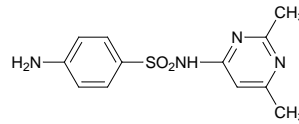
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001363

スルフィソミジン

Sulfisomidine



C₁₂H₁₄N₄O₂S : 278.33

本品を乾燥したものは定量するとき、スルフィソミジン (C₁₂H₁₄N₄O₂S) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はピリジンに溶けやすく、水、エタノール又はアセトンに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(3) 本品 0.01 g にピリジン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜる。これに水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(4) 本品 0.5 g に氷酢酸 2 mL を加え、還流冷却器を付けて加熱して溶かし、無水酢酸 1 mL を加えて 10 分間煮沸する。これに水 10 mL を加えて冷却した後、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 約 7 mL を加えてアルカリ性とする。必要ならばろ過し、この液に直ちに氷酢酸を滴加して酸性とし、生じた沈殿をろ取し、メタノールから再結晶し、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 298 ~ 302 $^{\circ}$ C である。

融点 244 ~ 247 $^{\circ}$ C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 酸 本品 4.0 g に水 160 mL を加え、70 $^{\circ}$ C で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過し、検液とする。検液 20 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 塩化物 (2) の検液 40 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (2) の検液 20 mL をとり試験を行う。比

比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、*n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、*n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマト用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/強アンモニア水混液 (4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、15 $^{\circ}$ C に冷却した後、砕氷 25 g を加え、かき混ぜながら 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で徐々に滴定する。ただし、滴定の終点は 0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液を滴加して 1 分間後に、被滴定液をガラス棒に付け、その先端でヨウ化亜鉛デンプン紙に触れるとき、直ちに青色を呈するときとする。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 27.833 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$$

貯法

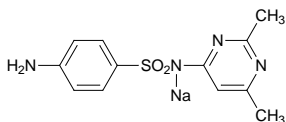
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001365

スルフィソミジンナトリウム

Sulfisomidine Sodium



$\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$: 300.31

本品を乾燥したものは定量するとき、スルフィソミジンナトリウム ($\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 g を水 15 mL に溶かし、酢酸 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水で洗い、105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 244 ~ 247

$^{\circ}$ C (分解) である。

(2) (1) で得た乾燥物 0.01 g に希塩酸 1 mL 及び水 4 mL を加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) (1) で得た乾燥物 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(4) (1) で得た乾燥物 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜる。更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1589 cm^{-1} , 1451 cm^{-1} , 1240 cm^{-1} , 1133 cm^{-1} 及び 835 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(6) 本品 0.2 g を強熱し、残留物を水 10 mL に溶かした液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 25 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は色の比較液 A より濃くない。

(2) 塩化物 本品 3.0 g を水 54 mL に溶かし、希硝酸 6 mL を加え、時々かき混ぜながら氷水中に 1 時間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 10 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.040 g をとり、水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (35:15:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 5.0 ~ 11.0 % (1 g, 減圧, 150 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 5 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、臭化カリウム溶液 (3 ~ 10) 10 mL を加え、15 $^{\circ}$ C 以下に冷却した後、0.1 mol/L 亜硝酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。

$$0.1 \text{ mol/L 亜硝酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 30.031 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{13}\text{N}_4\text{NaO}_2\text{S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

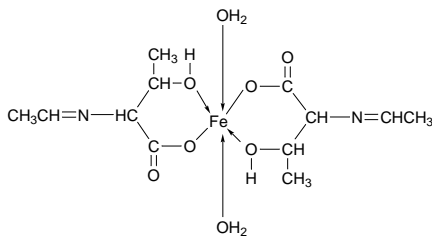
容器 密閉容器。

102334

スレオニン鉄

Ferrotrenine

フェロトレニン


 $C_{12}H_{24}FeN_2O_8 : 380.17$

本品を乾燥したものは定量するとき、DL トレオニン ($C_4H_9NO_3 : 119.12$) 58.0 ~ 65.7 % 及び鉄 (Fe : 55.85) 13.8 ~ 15.4 % を含む。

性状 本品は淡黄色～淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はメタノールにやや溶けにくく、ジメチルホルムアミドに溶けにくく、水、エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硫酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希塩酸 10 mL を加えて溶かした液は第一鉄塩の定性反応を呈する。

(2) 本品 0.2 g に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、アセトアルデヒドのにおいがなくなるまで煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えてアルカリ性とし、ろ過する。ろ液をろ紙に浸した後、風乾する。これにニンヒドリンの水飽和 *n* ブタノール溶液 (1 : 500) を均等に噴霧した後、100 °C で 10 分間加熱するとき、紫色を呈する。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、希塩酸 10 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過する。ろ液 25 mL をとり、水を加えて 45 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL、希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える (0.038 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g を磁製るつばにとり、緩くふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。冷後、残留物が完全に溶けるまで 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつを数回加えて水浴上で蒸発乾固を繰り返す。残留物に 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、加温して溶かし、分液漏斗に移す。磁製るつばを 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、エーテル 40 mL ずつで 2 回、次にエーテル 20 mL を加えて振り混ぜた後、分離したエーテル層を除

く。水層に塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、強アンモニア水を滴加して液の pH を 3 ~ 4 に調整した後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製るつばに硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固する。残留物に検液の調製で灰化後の残留物を完全に溶かすのに要した量と同量の 6 mol/L 塩酸試液を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に鉛標準液 2.0 mL 及び 6 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、分液漏斗に移し、以下検液の調製と同様に操作する (20 ppm 以下)。(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水浴上で 1 時間加熱する。冷後、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

定量法

(1) DL トレオニン 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 50 mL を加え、アセトアルデヒドの特異なおいなくなるまで水浴上で 3 時間加熱する。冷後、この液に、あらかじめフェノールフタレイン試液を用い、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和したホルマリン 10 mL を正確に加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 11.912 mg $C_4H_9NO_3$

(2) 鉄 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液で滴定する (指示薬: *o* フェナントロリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤だいたい色が黄緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸第二セリウムアンモニウム液 1 mL
= 5.585 mg Fe

貯法 容器 気密容器。

111658

精製下垂体性性腺刺激ホルモン

Purified Human Menopausal Gonadotrophin

本品は更年期の婦人尿から得た精製性腺刺激ホルモンであり、1 mg 中 7.5 卵胞成熟ホルモン単位以上を含むものである。

本品は定量するとき、表示単位の 80 ~ 125 % を含む。

性状

本品は白色の粉末又は無色澄明な液で、においはない。

確認試験

本品の適量を量り、ウシ血清アルブミン含有胎盤性性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし、その 0.2 mL 中に表示単位に従い 2 単位を含む溶液を調製し、定量法に従い試験を行うとき、試験動物の平均卵巣質量は、ウシ血清アルブミン含有胎盤性性腺刺激ホルモン溶液のみを注射した対照の 2 ~ 5 倍である。

純度試験 間質細胞刺激ホルモン 本品を次の方法により試験するとき、間質細胞刺激ホルモンの量は、卵胞成熟ホルモン

7.5 単位当たり 0.04 間質細胞刺激ホルモン単位以下である。
(1) 試験動物 生後 8 ~ 10 週齢の健康な雄のシロネズミを用いる。

(2) 標準原液 黄体形成ホルモン標準品適量を精密に量り、ヘベス加 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地を加えて溶かし、この液 1 mL 中に 0.00059, 0.00177, 0.00531, 0.01593 単位を含む溶液を調製する。この溶液 0.1 mL を 24 穴のプラスチックプレートに入れ、(5) の操作法に従いラジオイムノアッセイ法で測定する。

(3) 試料原液 本品適量を精密に量り、ヘベス加 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地を加えて 0.00059, 0.00177, 0.00531, 0.01593 単位 (推定値) の溶液となるように調製する。この溶液 0.1 mL を 24 穴のプラスチックプレートに入れ、(5) の操作法に従いラジオイムノアッセイ法で測定する。

(4) 陽性対照原液 胎盤性性腺刺激ホルモン (日局) 適量を精密に量り、ヘベス加 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地を加えて溶かし、この液 1 mL 中に 12 胎盤性性腺刺激ホルモン単位を含む溶液を調製する。この溶液 0.1 mL を 24 穴のプラスチックプレートに入れ、(5) の操作法に従いラジオイムノアッセイ法で測定する。

(5) 操作法 試験動物の精巢を摘出し、皮膜を取り除き、直ちにコラゲナーゼ液を精巢 1 個当たり 1 mL 加える。これを 37 °C で 10 分間振り混ぜた後、0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地約 40 mL を加えて弱く振り混ぜる。その上澄みを 80 μm のメンブランフィルターでろ過する。ろ液を毎分 1000 回転で 15 分間遠心分離した後、得られた沈殿細胞を 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地約 30 mL で洗浄後、精巢 1 個当たり、0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地 3.5 mL を加えて懸濁し、細胞浮遊液とする。標準原液、試料原液及び陽性対照原液を各々 0.1 mL ずつ 24 穴のプラスチックプレートに入れ、更に 3 イソブチル 1 メチルキサンテン液 50 μL を加える。このプラスチックプレートを氷上に置き、細胞浮遊液 0.35 mL を加えた後、炭酸ガス振盪恒温槽中において 35 °C で 2 時間培養する。プラスチックプレート内の各々の溶液 0.4 mL を直径 12 mm、長さ 75 mm のガラス試験管に移し、90 °C で 10 分間加温し、それぞれ、標準溶液、試料溶液及び陽性対照溶液とする。

なお、標準原液、試料原液及び陽性対照原液について、それぞれ 3 回以上試験を行う。

又、必要であれば、ラジオイムノアッセイ法で測定するまで 4 °C に保存する。

(6) ラジオイムノアッセイ法 標準溶液、試料溶液、陽性対照液及びテストステロン濃度 0.01, 0.02, 0.04, 0.08, 0.16, 0.32, 0.64, 1.28 ng/mL のテストステロン溶液を各々 0.1 mL ずつ直径 12 mm、長さ 75 mm のガラス試験管にとり、1 % ウシ血清アルブミン含有リン酸緩衝食塩液 0.1 mL、テストステロン抗体 0.1 mL 及び ¹²⁵I テストステロン液 0.1 mL を加えよく振り混ぜ、室温で一日間放置する。次にウサギ免疫グロブリン G 抗体 0.25 mL を加え、2 時間後に毎分 3000 回転で 15 分間遠心分離し、それぞれの沈殿につき、ガンマー・カウンターで放射能を計数する。

各テストステロン溶液の計数値から検量線を作成し、標準溶液及び試料溶液の計数値より、それぞれ標準溶液及び試料

溶液のテストステロン濃度を求める。標準溶液の検量線を作成し、最低濃度又は最高濃度を除いた 3 濃度のうち、直線性が認められ、試料溶液との平行性を認めるものを選定する。これら 3 濃度標準溶液を高濃度側より S_H , S_M , 及び S_L とし、それぞれ対応する試料溶液を T_H , T_M 及び T_L とする。

なお、陽性対照溶液から得られる計数値が 0.04 ng/mL テストステロン溶液から得られる沈殿の計数値以上の場合には、再度試験を行う。

(7) 計算法 S_H , S_M , S_L , T_H , T_M 及び T_L のテストステロン濃度をそれぞれ y_1 , y_2 , y_3 , y_4 , y_5 及び y_6 とする。更に各溶液の y_1 , y_2 , y_3 , y_4 , y_5 及び y_6 を合計してそれぞれ Y_1 , Y_2 , Y_3 , Y_4 , Y_5 及び Y_6 とする。

本品 1 mg 中の間質細胞刺激ホルモンの単位数 = $\text{antilog } M \times (S_H \text{ に対応する標準原液 1 mL 中の単位数}) \times \frac{b}{a}$

$$M = D + \frac{4 I Y_6}{3 Y_6}$$

$$D = \log \frac{S_H}{T_H} = \log \frac{S_M}{T_M} = \log \frac{S_L}{T_L}$$

$$I = \log \frac{S_H}{S_M} = \log \frac{S_M}{S_L} = \log \frac{T_H}{T_M} = \log \frac{T_M}{T_L}$$

$$Y_6 = - Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4 + Y_5 + Y_6$$

$$Y_6 = Y_1 - Y_3 + Y_4 - Y_6$$

a : 試料の採取量 (mg)

b : 試料をヘベス加 0.1 % ウシ血清アルブミン含有培地に溶かし、 T_H に対応する試料原液を製したときの全容量 (mL)

ただし、次式により計算される A , B 及び C はそれぞれ $3 s^2$ 以下か、若しくは F は s^2 を計算したときの n に対する表中の F_3 より小さい。また、次式により L ($p = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.60 以下である。もし、 F が F_3 を、また、 L が 0.60 を超えるときは、この値以下になるまで試験の回数を増加し、若しくは実験条件を整備して試験を繰り返す。

$$A = \frac{(- Y_1 + Y_3 + Y_4 - Y_6)^2}{4 f}$$

$$B = \frac{(Y_1 - 2 Y_2 + Y_3 + Y_4 - 2 Y_5 + Y_6)^2}{12 f}$$

$$C = \frac{(- Y_1 + 2 Y_2 - Y_3 + Y_4 - 2 Y_5 + Y_6)^2}{12 f}$$

$$s^2 = \frac{\Sigma y^2 - Y/f}{n}$$

$$F = \{3(- Y_1 + Y_3 + Y_4 - Y_6)^2 + (Y_1 - 2 Y_2 + Y_3 + Y_4 - 2 Y_5 + Y_6)^2 + (- Y_1 + 2 Y_2 - Y_3 + Y_4 - 2 Y_5 + Y_6)^2\} \times \frac{1}{36 f s^2}$$

f : 試験の回数

Σy^2 : 各群の y_1 , y_2 , y_3 , y_4 , y_5 及び y_6 をそれぞれ 2 乗し、合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2 + Y_5^2 + Y_6^2$$

$$n = 6(f - 1)$$

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + 8/3 \times f^2)}$$

$$C = \frac{Y_6^2}{Y_6^2 - 4fs^2}$$

$f^2 : s^2$ を計算したときの n に対する次の表の値 .

n	$f^2 = F_1$	F_3	n	$f^2 = F_1$	F_3	n	$f^2 = F_1$	F_3
1	161.5		13	4.667	3.41	25	4.242	2.99
2	18.51	19.16	14	4.600	3.34	26	4.225	2.98
3	10.129	9.28	15	4.543	3.29	27	4.210	2.96
4	7.709	6.59	16	4.494	3.24	28	4.196	2.95
5	6.608	5.41	17	4.451	3.20	29	4.183	2.93
6	5.987	4.76	18	4.414	3.16	30	4.171	2.92
7	5.591	4.35	19	4.381	3.13	40	4.085	2.84
8	5.318	4.07	20	4.351	3.10	60	4.001	2.76
9	5.117	3.86	21	4.325	3.07	120	3.920	2.68
10	4.965	3.71	22	4.301	3.05		3.841	2.60
11	4.844	3.59	23	4.279	3.03			
12	4.747	3.49	24	4.260	3.01			

水分 4% 以下 (0.01 g, 容量滴定法, 直接滴定).

定量法

(1) 試験動物 体重約 40 g の健康な雌シロネズミを用いる .

(2) 標準溶液 下垂体性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り, ウシ血清アルブミン含有胎盤性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし, この液 0.2 mL 中に 0.15, 0.30, 0.60 単位を含む溶液を調製する . この溶液を 3 ~ 5 匹以上を 1 群とする試験動物に, (4) の操作法に従って注射し, 卵巣質量を測定する . 試験の結果に基づき, 卵巣質量が 95 ~ 105 mg になると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める . 下垂体性腺刺激ホルモン標準品適量を精密に量り, ウシ血清アルブミン含有胎盤性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし, この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液の濃度となるように調製し, 高用量標準溶液 S_H とする . この高用量標準溶液にウシ血清アルブミン含有胎盤性腺刺激ホルモン溶液を加えて 1.5 ~ 2.0 倍容量に希釈して低用量標準溶液 S_L とする .

(3) 試料溶液 本品の表示単位に従い, その適量を精密に量り, 高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン含有胎盤性腺刺激ホルモン溶液を加えて溶かし, これらをそれぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする .

(4) 操作法 試験動物を 1 群 10 匹以上で各群同数の A, B, C 及び D 群の 4 群に無作為に分け, 各群にそれぞれ S_H, S_L, T_H 及び T_L を第 1 日の午後 1 回, 第 2 日の午前, 正午及び午後の 3 回, 第 3 日の午前及び午後の 2 回にわたって 1 回 0.2 mL ずつ皮下注射する . 第 5 日に卵巣を摘出し, 附着する脂肪その他の不要組織を分離し, ろ紙で軽く吸いとり, 直ちに卵巣質量を量る .

(5) 計算法 胎盤性腺刺激ホルモン (日局) の定量法の (5) を準用する .

貯法

保存条件 冷所に保存する .

容器 密封容器 .

培地 精製下垂体性腺刺激ホルモン培地

塩化カルシウム (無水)	200.0 g
硝酸第二鉄	0.7 g
塩化カリウム	400.0 g
硫酸マグネシウム	200.0 g
塩化ナトリウム	6800.0 g
炭酸水素ナトリウム	2200.0 g
リン酸二水素ナトリウム	140.0 g
硫酸アデニン	10.0 g
アデノシン三リン酸二ナトリウム	1.0 g
アデニル酸	0.20 g
コレステロール	0.20 g
デオキシリボース	0.50 g
ブドウ糖	1000.0 g
グルタチオン (還元型)	0.05 g
塩酸グアニン	0.30 g
ヒポキサンチン	0.30 g
フェノールレッド	20.0 g
D リボース	0.50 g
酢酸ナトリウム	50.0 g
チミン	0.30 g
ポリソルベート 80	20.0 g
ウラシル	0.30 g
キサンチン	0.30 g
DL アラニン	50.0 g
塩酸アルギニン	70.0 g
DL アスパラギン酸	60.0 g
L 塩酸システイン	0.11 g
L シスチン	20.0 g
DL グルタミン酸	150.0 g
L グルタミン	100.0 g
アミノ酢酸	50.0 g
L 塩酸ヒスチジン	21.88 g
L ヒドロキシプロリン	10.0 g
DL イソロイシン	40.0 g
DL ロイシン	120.0 g
塩酸リジン	70.0 g
DL メチオニン	30.0 g
DL フェニルアラニン	50.0 g
L プロリン	40.0 g
DL セリン	50.0 g
DL トレオニン	60.0 g
DL トリプトファン	20.0 g
L チロジン	40.0 g
DL バリン	50.0 g
アスコルビン酸	0.05 g
リン酸トコフェロール	0.01 g
ビオチン	0.01 g
エルゴカルシフェロール	0.10 g
パントテン酸カルシウム	0.01 g
塩化コリン	0.50 g

葉酸	0.01 g
イノシトール	0.05 g
メナジオン	0.01 g
ニコチン酸	0.02 g
ニコチン酸アミド	0.02 g
p アミノ安息香酸	0.05 g
塩酸ピリドキサル	0.02 g
塩酸ピリドキシン	0.02 g
リボフラビン	0.01 g
塩酸チアミン	0.01 g
酢酸レチノール	0.14 g
精製水	1000 mL

105689

精製大豆レシチン

Purified Soybean Lecithin

精製大豆リン脂質

本品は大豆 *Glycine max* Merrill (*Leguminosae*) から抽出、精製して得たリン脂質で、定量するとき、リン (P: 30.97) 2.3 ~ 3.7 % 及び窒素 (N: 14.01) 0.9 ~ 1.2 % を含む。

性状 本品は微黄色～黄褐色の粉末又は粒で、特異なにおい及び味がある。

本品はヘキサンに極めて溶けやすく、エーテル、クロロホルム又は石油エーテルに溶けやすく、エタノール又はアセトンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 g に石油エーテル 5 mL を加えて溶かし、アセトン 15 mL を加えるとき、白色～淡黄色の不溶物を生じる。

(2) 本品 1 g をケルダールフラスコに入れ、これに硫酸カリウム 10 g 及び硫酸銅 1 g の混合物を粉末としたもの 5.5 g 及び硫酸 20 mL を加える。フラスコを石綿上で注意して加熱し、液が青色澄明になった後、更に 2 時間加熱する。冷後、水 20 mL を注意しながら加え、この液 5 mL をとり、モリブデン酸アンモニウム試液 10 mL を加えて加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.5 g に薄めた塩酸 (1 : 2) 5 mL を加え、水浴上で 2 時間加熱した後、ろ過し、試料溶液とする。別に塩化コリン*0.1 g を薄めた塩酸 (1 : 2) に溶かし、20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (65 : 25 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは、黄赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

酸価 40 以下。ただし、溶媒としてエタノール/石油エーテル混液 (1 : 1) を用いる。

ヨウ素価 72 ~ 88

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 1 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 $^{\circ}$ C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 1 mL 及び硝酸 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希塩酸 1 mL 及び水 15 mL を加え、加温して溶かす。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液：水酸化ナトリウム試液 5 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加える。

(3) ヘキサン不溶物 本品約 10 g を精密に量り、ヘキサン 100 mL を加え、1 時間振り混ぜた後、質量既知のガラスろ過器 (G 4) を用いて弱く吸引してろ過する。残留物をヘキサン 25 mL ずつで 2 回洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.3 % 以下である。

(4) アセトン不溶物 本品約 1 g を精密に量り、アセトン 100 mL を加え、2 時間振り混ぜた後、質量既知のガラスろ過器 (G 3) を用いて吸引してろ過する。残留物をアセトン 10 mL ずつで 5 回洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その量は 85 % 以上である。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 1 時間)。

定量法

(1) リン 本品約 0.2 g を精密に量り、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、硝酸少量で潤し、徐々に加熱し、約 600 $^{\circ}$ C で強熱して灰化する。なお、炭化物が残るときは、更に硝酸少量で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とする。これらの液を 20 \pm 1 $^{\circ}$ C で放置し、30 分間後に、それぞれの液につき、別に水 5.0 mL をとり、試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{リン (P) の量 (mg)} = \frac{A_T}{A_S} \times 8.1483$$

(2) 窒素 本品約 0.25 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

106290

セイヨウトチノキ種子エキス

Rosskastanien Extract

本品はセイヨウトチノキ *Aesculus hippocastanum* Linné (*Hippocastanaceae*) の種子より抽出して得たエキスである。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、トリテルペングリコシドの混合物〔エスシン(主配糖体 $C_{55}H_{86}O_{24}$: 1131.26)として〕14 ~ 26% を含む。

性状 本品は淡黄褐色～黄褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品は水に混濁して溶ける。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 20) 1 mL に水 7 mL を加えた後、希塩酸を加えて pH 1 ~ 2 とし、クロロホルム 4 mL 及びメタノール 4 mL を加えて振り混ぜた後、静置する。下層を分取し、水浴上で蒸発乾固する。残留物に、新たに調製した塩化第二鉄の氷酢酸溶液(1 1000) 3 mL を加え、沸騰水浴上で 5 分間加熱する。冷後、硫酸 2 mL を加えるとき、液は暗赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 100) 3 mL に塩化アルミニウムのエタノール溶液(1 100) 2 mL を加えるとき、液は黄緑色を呈する。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (395 nm): 6.0 ~ 10.0 (0.1 g, リン酸三ナトリウム試液, 200 mL)。

純度試験

(1) 色調 本品 1.0 g をとり、水 100 mL を加えて溶かし、メンブランフィルター(平均孔径 0.45 μm) でろ過した液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 470 nm における吸光度は 0.30 以下である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

乾燥減量 5.0% 以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

定量法 本品約 0.14 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 30 mL を加えて溶かし、*n* プロパノール 20 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後、下層を分取する。上層にクロロホルム/0.1 mol/L 塩酸試液/*n* プロパノール混液(5:3:2)の下層 60 mL を加えて振り混ぜた後、下層を分取する。分取した下層を先の下層に合わせ、水浴上で減圧で溶媒を留去する。残留物をエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、ろ過する。残留物に薄めた氷酢酸(24 25)を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に定量用 エスシン(あらかじめ水分を測定しておく)約 0.025 g を精密に量り、薄めた氷酢酸(24 25)を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液をそれぞれ 1 mL ずつ正確に量り、それぞれ 2 本の試験管に入れ、また、空試験液として薄めた氷酢酸(24 25) 1 mL を 1 本の試験管に入れ、それぞれに塩化第二鉄試液 4 mL を正確に加え、緩く栓をして 60 $^{\circ}\text{C}$ で 25 分間加温する。流水で冷却した後、空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液、標準溶液

及び空試験液から得たそれぞれの液の波長 540 nm における吸光度 A_{T1} , A_{T2} , A_{S1} 及び A_{S2} を測定する。

エスシンの量 (mg)

$$= \text{定量用 エスシンの量 (mg)} \times \frac{A_{T1} + A_{T2}}{A_{S1} + A_{S2}} \times \frac{100 - W}{100}$$

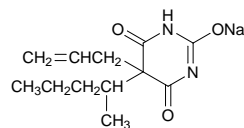
W : 定量用 エスシンの水分 (%)

貯法 容器 気密容器。

106240

セコバルピタルナトリウム

Secobarbital Sodium



$C_{12}H_{17}N_2NaO_3$: 260.26

本品を乾燥したものは定量するとき、セコバルピタルナトリウム ($C_{12}H_{17}N_2NaO_3$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 10)の pH は 9.7 ~ 11.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 100 mL を加えて溶かし、激しく振り混ぜながら希酢酸 5 mL を徐々に加えた後、更に水 200 mL を加え、加熱して溶かす。この液を放冷し、濁り始めたとき、セコバルピタルの結晶 2 ~ 3 粒を加えて一夜放置する。析出した結晶をろ取り、水少量で洗い、80 $^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥するとき、その融点は 96 ~ 100 $^{\circ}\text{C}$ である。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 1 mL 及び薄めたピリジン(1 10) 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅試液 0.3 mL を加えるとき、水層に青紫色の沈殿を生じ、振り混ぜるとき、クロロホルム層は紫色を呈する。

(4) 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ、*p* ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール 7 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱した後、1 時間放置し、析出した結晶をろ取り、水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い、エタノールから再結晶し、105 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥するとき、その融点は 156 ~ 161 $^{\circ}\text{C}$ である。

(5) 本品 0.05 g に水 10 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

(6) 本品の水溶液(1 10)はナトリウム塩の定性反応(1)を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g に水 49 mL を加えて溶かし、氷酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に氷酢酸 0.6 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 2.0 g に水 49 mL を加えて溶かし、氷酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL に希塩酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に氷酢酸 0.5 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 2.0 g に水 45 mL を加えて溶かし、希塩酸 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、更に時々振り混ぜながら 2 分間水浴上で加温する。冷後、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え、これに希酢酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希塩酸 2.5 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液がわずかに赤色を呈するまで加え、希酢酸 2.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。
- (5) 中性又は塩基性物質 本品約 1 g を精密に量り、水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ過した後、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.30 % 以下である。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL を加えて溶かし、エタノール 5 mL、希塩酸 10 mL を加え、クロロホルム 50 mL で抽出する。更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し、前後のクロロホルム抽出液を合わせ、三角フラスコ中にろ過する。ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、エタノール 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬: アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。別にクロロホルム 160 mL にエタノール 30 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 26.026 \text{ mg } \text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{NaO}_3$$

貯法 容器 気密容器。

101163

石灰水

Calcium Hydroxide Solution

本品は定量するとき、水酸化カルシウム〔Ca(OH)₂〕: 74.09〕0.14 ~ 0.18 g/dL を含む。

製法

酸化カルシウム	10 g
精製水	適量
全量	1000 mL

酸化カルシウム (日局) に精製水 40 mL を加えて水酸化カルシウムとし、これに精製水 (日局) 1000 mL を加え、密栓して振り混ぜた後、静置し、上澄液を傾斜して除き、沈殿に精製水 (日局) 1000 mL を加えて密栓し、1 時間時々強く振り混ぜた後、静置し、上澄液を傾斜又はろ過して製する。

性状 本品は無色澄明の液で、においはない。

本品は空気中より二酸化炭素を吸収して液面に白色の膜を生じる。

本品は強いアルカリ性である。

確認試験

- (1) 本品を徐々に加熱するとき、白濁する。
- (2) 本品はカルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験 水酸化アルカリ又は炭酸アルカリ 本品 5 mL に二酸化炭素を通じるとき、白濁を生じ、次に濁りが溶けてうすくなる。この液を穏やかに沸騰するまで加熱し、室温まで冷却した後、ろ過する。ろ液の pH は 7.8 以下である。

定量法 本品 50 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 塩酸 } 1 \text{ mL} = 3.7046 \text{ mg Ca(OH)}_2$$

貯法

保存条件 なるべく全満して保存する。

容器 気密容器。

101318

セトリミド

Cetrimide

C₁₇H₃₅BrN : 336.39

本品は〔RN(CH₃)₃〕Br で示され、Rは C₁₂H₂₅ ~ C₁₆H₃₃ である。本品を乾燥したものは定量するとき、セトリミド (C₁₇H₃₅BrN として) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、水又はエタノールに溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かし、液を穏やかに振り混ぜるとき、液面に持続性の泡を生じる。
- (2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加えて溶かし、フェリシアン化カリウム試液 0.2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。
- (3) 本品の水溶液 (1 : 20) は臭化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 50 mL にブロムクレゾールパープル試液 3 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えるとき、液の色は黄色である。また、試料溶液 50 mL にブロムクレゾールパープル試液 3 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の色は青紫色である。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.50 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、分液漏斗に入れ、クロロホルム 25 mL, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL 及び新たに製したヨウ化カリウム溶液 (1 20) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後静置し、クロロホルム層を除く。更にクロロホルム 10 mL ずつで 3 回洗い、水層を分取し、塩酸 40 mL を加える。冷後、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で液の濃褐色がほとんど消えるまで滴定し、更にクロロホルム 2 mL を加え、クロロホルム層の赤紫色が消えるまで滴定する。ただし、滴定の終点はクロロホルム層が脱色した後、5 分間以内に再び赤紫色が現れないときとする。別に水 20 mL, ヨウ化カリウム溶液 (1 20) 10 mL 及び塩酸 40 mL をとり、空試験を行う。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 33.639 \text{ mg } C_{17}H_{38}BrN$$

貯法 容器 気密容器。

120027

セミアルカリプロテイナーゼ

Semi Alkaline Proteinase

本品はアスペルギルス・メレウス (*Aspergillus melleus*) から得た酵素であり、たん白分解作用を有する。本品は定量するとき、その 1 mg は 1900 ~ 2500 セミアルカリプロテイナーゼ単位を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおい及び味がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール又はアセトンにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 5 mg を量り、40 ℃ に加温したゼラチン溶液 (1 5) 10 mL に加え、1 分間激しく振り混ぜるとき、液の粘性は著しく減じる。
- (2) 本品の水溶液 (1 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 A を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 4.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5.0 mL を量り、pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 1.0 mL を量り、pH 8.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に試験管 (18 mm × 180 mm) に pH 8.0 のカゼイン試液 5.0 mL を量り、37 ± 0.5 ℃ で 10 分間放置した後、試料溶液 1.0 mL を加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 ℃ で正確に 10 分間放置し、トリクロロ酢酸試液* 5.0 mL を加えて振り混ぜ、再び 37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置した後、ろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液 2.0 mL を試験管 (18 mm × 180 mm) に量り、0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5.0 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 3) 1.0 mL を加えてよく振り混ぜ、37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置する。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_1 を測定する。また、試験管 (18 mm × 180 mm) に試料溶液 1.0 mL を量り、トリクロロ酢酸試液* 5.0 mL を加えて振り混ぜた後、pH 8.0 のカゼイン試液 5.0 mL を加えて振り混ぜ、37 ± 0.5 ℃ で 30 分間放置し、以下試料溶液と同様に操作して吸光度 A_2 を測定する。

また、チロジン標準原液 1.0 mL を量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液 2.0 mL を試験管 (18 mm × 180 mm) に量り、0.55 mol/L 炭酸ナトリウム試液 5.0 mL 及び薄めたフォリン試液 (1 3) 1.0 mL を加えて、よく振り混ぜ、以下試料溶液と同様に操作して吸光度 A_3 を測定する。別に 0.1 mol/L 塩酸試液 2.0 mL を量り、同様に操作して吸光度 A_4 を測定する。

本品のたん白分解力 (単位/mg)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_1 - A_2}{A_3 - A_4} \times 1100000$$

ただし、1 たん白分解力単位は上記反応条件で 1 分間にチロジン 1 µg に相当する生成物を与える酵素量とする。

貯法

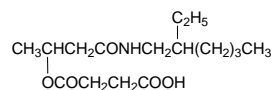
保存条件 30 ℃ 以下で保存する。

容器 気密容器。

120028

セミコハク酸ブトクタミド

Butoctamide Semisuccinate



$C_{16}H_{29}NO_5$: 315.41

本品を乾燥したものは定量するとき、セミコハク酸ブトクタミド ($C_{16}H_{29}NO_5$: 315.41) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末若しくは無色澄明の粘性の液で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール、アセトン、1,2 ジクロロエタン、クロロホルム、エーテルに極めて溶けやすく、水に極めて溶けにくく、石油ベンジンにほとんど溶けない。

本品は旋光性を示さない。

融点：45 ~ 48 °C

確認試験

(1) 本品 0.1 g をエタノール 5 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 : 10) 1 mL、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ、更に希塩酸 1 mL、塩化第二鉄試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は濃赤紫色を呈する。

(2) 本品 1 g をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 5 mL を加え、20 分間かき混ぜ、分離した油状物をエーテル 20 mL で抽出する。水層に希塩酸を加えて酸性とし、減圧濃縮する。残留物にアセトン 30 mL を加えて加温し、不溶物をろ過して除き、約 2 mL まで濃縮し、析出した結晶をデシケーター (減圧、五酸化リン) で 1 時間乾燥する。このものにつき赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1684 cm^{-1} 、 1411 cm^{-1} 、 1302 cm^{-1} 、 1198 cm^{-1} 及び 912 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) (2) で得たエーテル層をとり、水浴中で加温してエーテルを蒸発し、残留物に 70 % 硫酸 10 mL を加え、1 時間煮沸還流する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) を加えてアルカリ性とするとき、油状物が分離し、このものはアミン臭を発生し、潤した赤色リトマス紙を青変する。また、油状物を少量とり、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム・エタノール溶液 1 mL を加えて溶かし、クロロホルム 3 滴を加えて加温するとき、特異なおいを発する (第 1 級アミン)。

(4) 本品の少量をとり、加温して融解した後、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1732 cm^{-1} 、 1640 cm^{-1} 及び 1550 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を温炭酸ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) コハク酸 本品 0.15 g をとり、エタノール 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にコハク酸標準品 0.20 g をとり、エタノール 100 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/氷酢酸混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開する。薄層板を風乾した後、120 °C で 1 時間乾燥する。これにブロムクレゾールグリーン試液を噴霧するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、中和エタノール 30 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液で中和し (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)、次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を正確に加え、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた還流冷却器を用いて 1 時間煮沸する。冷後、直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 31.541 mg $\text{C}_{16}\text{H}_{29}\text{NO}_5$

貯法 容器 気密容器。

111065

ゼラチン分解物の再重合体

Polygeline

本品は、牛骨から得た膠及びゼラチンを加温して加水分解し、再重合して製したものである。

本品を乾燥したものは定量するとき、窒素 (N : 14.01) 16 ~ 18 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄色の粉末である。

本品は水に溶けやすい。

本品の水溶液 (7 : 200) の 35 °C における動粘度は 1.2 ~ 1.4 センチストークスである。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (7 : 200) 2 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えてアルカリ性とし、硫酸銅溶液 (1 : 100) 3 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL にピクリン酸試液 2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に、水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をフラスコに入れ、薄めた塩酸 (1 : 10) 6 mL を加え、加熱して溶かし、臭素試液 1.5 mL を加えて加熱し、過量の臭素を除き、アンモニア試液を加えて中性とし、リン酸一水素ナトリウム 0.5 g を加えて放冷し、マグネシア試液 10 mL を加えて 1 時間放置する。沈殿をろ取し、薄めたアンモニア試液 (1 : 4) 10 mL ずつで 5 回洗い、薄めた塩酸 (1 : 4) 5 mL を加えて溶かす。これを検液とし、装置 A を用いる方法により、試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色：本品の代わりにヒ素標準液 2.0 mL を用い、同様に操作する (2 ppm 以下)。

乾燥減量 14.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 70 °C, 6 時間)。

強熱残分 3.0 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 0.14007 mg N

貯法 容器 気密容器。

106387

セラペプターゼ

Serrapeptase

本品はセラチア (*Serratia*) 属細菌から製したもので、たん白分解作用を有する酵素剤である。通例、乳糖 (日局) で薄めてある。

本品 1 mg は、1600 ~ 2600 セラペプターゼ単位を含む。

性状 本品は灰白色～淡褐色の粉末で、わずかに特異のにおいがある。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を加えて強熱灰化し、残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、更に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (3 100) 10 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加温する。冷後、必要ならばろ過し、ネスラー管に入れ、水 10 mL で洗い、洗液をろ液に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は硫酸及び硝酸それぞれ 2 滴を砂浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸 2 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、鉛標準液 5.0 mL、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (3 100) 10 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて水浴上で 5 分間加温し、以下検液の調製法と同様に操作した後、水を加えて 50 mL とする (50 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (3 10) 5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、次に小火炎で加熱しながら灰化する (5 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 1.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品 0.100 g を正確に量り、硫酸アンモニウム溶液 (1 20) を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜて溶かした後、その 1 mL を正確に量り、pH 9.0 のホウ酸塩・塩酸緩衝液を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、共栓試験管 (15 × 130 mm) に入れ、37 ± 0.5 °C で 5 分間放置した後、カゼイン試液 5 mL を正確に加え、直ちによく振り混ぜる。この液を 37 ± 0.5 °C で正確に 20 分間放置した後、トリクロロ酢酸試液* 5 mL を正確に加え、振り混ぜ、再び 37 ± 0.5 °C で 30 分間放置した後、乾燥ろ紙でろ過する。ろ液 2 mL を正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (3 50) 5 mL を正確に加え、振り混ぜ、次いで薄めたフォリン試液 (1 3) 1 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、37 ± 0.5 °C で 30 分間放置する。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_1 を測定する。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、トリクロロ酢酸試液* 5 mL を正確に加え、振り混ぜた後、カゼイン試液 5 mL を正確に加え、37 ± 0.5 °C で 30 分間放置し、以下同様に操作して吸光度 A_2 を測定する。また、チロジン標準液 2 mL を正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液 (3 50) 5 mL を正確に加え、振り混ぜた後、薄めたフォリン試液 (1 3) 1 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、以下試料溶液と同様に操作して吸光度 A_3 を測定する。

別に 0.2 mol/L 塩酸試液 2 mL を正確に量り、同様に操作して吸光度 A_4 を測定する。

本品 1 mg 当たりのセラペプターゼ単位

$$= \frac{A_1 - A_2}{A_3 - A_4} \times 176 \times \frac{1}{20} \times 200$$

176: 換算係数

全酵素反応液の量 (11 mL)
ろ液の採取量 (2 mL)

× チロジン標準液 2 mL 中のチロジン量 (32 µg)

20: 反応時間 (分)

200: 希釈倍数

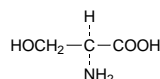
ただし、上記の操作において、カゼイン試液 5 mL から 1 分間にチロジン相当量 1 µg を生じるセラペプターゼの量を 1 セラペプターゼ単位とする。

貯法 容器 気密容器。

003615

L セリン

L Serine



$\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_3$: 105.09

本品を乾燥したものは定量するとき、L セリン ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに甘い。

本品は水又は干酸に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1599 cm^{-1} 、1470 cm^{-1} 、1410 cm^{-1} 及び 1013 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D: +13.5 ~ +16.0 ° (乾燥後, 2.5 g, 2 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 5.2 ~ 6.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g をとり、水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (3:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これにニヒドリンのアセトン溶液 (1:50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.11 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.509 mg C₃H₇NO₃

貯法 容器 気密容器。

106365

センナエキス

Senna Extract

本品は *Cassia angustifolia* Vohl 又は *Cassia actifolia* De-lille (*Leguminosae*) の小葉を乾燥したセンナより抽出したエキスである。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、総ヒドロキシアントロン誘導体〔センノシド A (C₄₂H₃₈O₂₀: 862.74 として)〕15.0 ~ 25.0 % を含む。

製法 センナの粗末をとり、薄めたエタノール (3:10) を浸出剤とし、エキス剤の製法により濃縮液を製し、pH を調整後、上清液を乾燥エキスとする。

本品 1.0 g は、センナ (日局) 約 20 g に相当する。

性状 本品は黄褐色~褐色の粉末で、特異なおいがあり、味はやや苦い。

本品は水に混濁して溶ける。

確認試験 本品 0.5 g に薄めた酢酸 (1:10) 10 mL 及びエーテル 10 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル層をとり、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、アンモニア試液 20 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

乾燥減量 9.0 % 以下 (2 g, 105 $^{\circ}$ C, 恒量)。

灰分 25.0 % 以下 (1 g)。

酸不溶性灰分 1.5 % 以下。

定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、水 50 mL を加え、加温しながら振り混ぜた後、冷後、水を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、塩化第二鉄試液 20 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱した後、塩酸 3 mL を加え、更に還流冷却器を付けて水浴中で 30 分間加熱する。冷後、エーテル 25 mL ずつで 3 回抽出し、全エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜ 20 分間放置した後、ろ過する。ろ液にエーテルを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にセンノシド A 標準品を 105 $^{\circ}$ C で 8 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、アセトン/水混液 (7:3) に溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩化第二鉄試液 20 mL を加え、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り、エーテルを減圧留去した後、残留物に酢酸マグネシウムのメタノール溶液 (1:200) 10 mL を正確に加えて溶かし、ろ過する。これらのろ液につき、メタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 516 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

総ヒドロキシアントロン誘導体〔センノシド A (C₄₂H₃₈O₂₀) として〕の量 (mg)

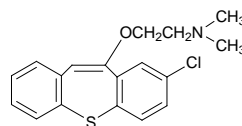
$$= \text{センノシド A 標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

108365

ゾテピン

Zotepine



C₁₈H₁₈ClNOS : 331.86

本品を乾燥したものは定量するとき、ゾテピン (C₁₈H₁₈ClNOS) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は氷酢酸又はジオキサンに溶けやすく、エーテル又はシクロヘキサンにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 2 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 2790 cm⁻¹, 1616 cm⁻¹, 1196 cm⁻¹, 817 cm⁻¹ 及び 758 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 91 ~ 94 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をジオキサン 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液にはジオキサン 30 mL、希硝酸 6 mL、0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、灰化後の水浴上における蒸発乾固時及び熱湯 10 mL を加えた後の加温時につぼのふたを少しずらして操作し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温後、つぼのふたの内面は少量の水で洗い、洗液はつぼに入れ、以後の操作を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をシクロヘキサン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、シクロヘキサンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、氷酢酸/ジオキサン混液 (1:1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

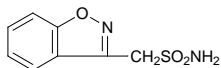
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.186 mg $C_{18}H_{18}ClNO_3S$

貯法 容器 密閉容器。

109504

ゾニサミド

Zonisamide



$C_8H_8N_2O_3S$: 212.23

本品を乾燥したものは定量するとき、ゾニサミド ($C_8H_8N_2O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトン又はテトラヒドロフランに溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (3 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm, 243 ~ 247 nm 及び 282 ~ 286 nm に吸収の極大を示し、波長 254 ~ 258 nm に吸収の極小を

示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとゾニサミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 164 ~ 168 $^{\circ}C$

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.025 g をテトラヒドロフラン 8 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液につき、溶媒ピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のゾニサミドのピーク面積の 1/5 より大きくない。また、試料溶液のゾニサミド以外のピーク面積の合計は、標準溶液のゾニサミドのピーク面積の 3/5 より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 移動相で薄めた試料溶液 (1 500) 10 μ L から得たゾニサミドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からゾニサミドの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}C$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びゾニサミド標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するゾニサミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ゾニサミド ($C_8H_8N_2O_3S$) の量 (mg)

$$= \text{ゾニサミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 4 アミノアセトフェノンのメタノール溶液 (1 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：239 nm)

カラム：内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン混液 (5 : 1)

流量：ゾニサミドの保持時間が約 11 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で操作するとき, 4 アミノアセトフェノン, ゾニサミドの順に溶出し, その分離度が 5 以上で, かつ, ゾニサミドの理論段数が 4000 以上のものを用いる。

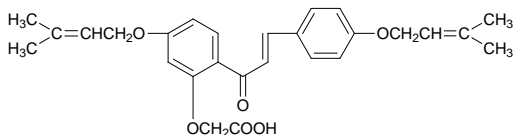
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき, 試験を 6 回繰り返すとき, ゾニサミドのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。また, この繰り返しで得られる 4 アミノアセトフェノンのピーク面積に対するゾニサミドのピーク面積比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

108641

ソファルコン

Sofalcone



$C_{27}H_{30}O_6$: 450.52

本品を乾燥したものは定量するとき, ソファルコン ($C_{27}H_{30}O_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色～黄色の結晶又は結晶性の粉末で, におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミド及びジクロロメタンにやや溶けやすく, メタノール, エタノール又は無水エタノールに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 0.06 g にメタノール 30 mL を加え, 加温して溶かし, 冷後, ろ過し, ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 mL をとり, 過マンガン酸カリウム試液 3 滴を加えてよく振り混ぜるとき, 試液の赤紫色は直ちに消える。

(2) (1) の試料溶液 5 mL にヨウ化カリウム試液 1 mL, ヨウ素酸カリウム溶液 (1 : 100) 1 mL 及び水 10 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は淡黄色から黄色～黄褐色に変化する。更に水 10 mL 及びクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜ, 放置するとき, クロロホルム層は淡赤紫色～赤紫色を呈する。

(3) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 100000) につき,

紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 236 ~ 241 nm 及び 348 ~ 352 nm に吸収の極大を示し, 264 ~ 268 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 1746 cm^{-1} , 1644 cm^{-1} , 1603 cm^{-1} , 1512 cm^{-1} , 1248 cm^{-1} , 1177 cm^{-1} 及び 1024 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (350 nm): 665 ~ 705 (乾燥後, 1 mg, 無水エタノール, 200 mL)。

融点 142 ~ 146 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 4 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を用い, 速やかに行う。本品 0.10 g をとり, ジクロロメタン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 100 mL とする。更に, この液 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL 及び 5 mL をそれぞれ正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 10 mL とし, 標準溶液 (1), (2), (3), (4) 及び (5) とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液並びに標準溶液 (1), (2), (3), (4) 及び (5) 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にベンゼン/テトラヒドロフラン/氷酢酸混液 (20 : 4 : 1) を展開溶媒として暗室内で約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液 (5) から得たスポットより濃くなく (0.5 % 以下), また, それらの総量は 0.8 % 以下である。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 °C, 遮光, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし, 0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 45.05 mg $C_{27}H_{30}O_6$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

101675

大豆油不けん化物

Unsaponifiable Matter of Soybean Oil

本品は定量するとき、植物ステロール 40.0 ~ 50.0 % 及び天然トコフェロール 18.0 ~ 22.0 % を含む。

性状 本品は褐色で、室温で不透明な半固体、約 80 °C 以上で半透明な油状の液体となる。特異なおいがあり、わずかに甘味を有する特異な味がある。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、エーテルに溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のヘキササン溶液(1 : 200) 2 mL に無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は赤色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

(2) 本品 0.6 g 及びコレステロール 0.1 g にピリジン/無水酢酸混液(3 : 1) 15 mL を加えて水浴上で 30 分間加熱した後、注意しながら減圧下で溶媒を留去する。残留物をアセトン 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 3 μL をとり、次の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、コレステロール流出後、コレステロール以外に主要な三つのピークを認め、コレステロールに対する三つのピーク相対保持時間は、それぞれ 1.3, 1.4 及び 1.6 である。ただし、コレステロールのピークは、コレステロール 0.1 g をとり、同様に操作して得た液を同様の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行って定める。

操作条件

検出器：水素炎イオン化型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリメチルシロキサンを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1.5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：245 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：コレステロールの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：本条件により測定するとき、コレステロールのピークとコレステロールに対する相対保持時間が 1.3 のピーク、並びにコレステロールに対する相対保持時間が 1.4 のピークと 1.6 のピークがそれぞれ完全に分離するもの。

(3) 本品の無水エタノール溶液(1 : 500) 10 mL に硝酸 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱するとき、液は赤褐色を呈する。

(4) 本品の無水エタノール溶液(1 : 500) 1 mL に用時製した塩化第二鉄・無水エタノール溶液(1 : 500) 5 滴及び α,α ジピリジル・無水エタノール溶液(1 : 200) 5 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

(5) 本品のエタノール溶液(1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 293 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う(2 ppm 以下)。

強熱残分 0.5 % 以下(1 g)。

定量法

(1) 植物ステロール 本品約 2 g を精密に量り、エタノール 25 mL 及び水酸化カリウム溶液(1 : 2) 1.5 mL を加えて、45 分間水浴上で還流冷却器を付けて加熱する。室温まで冷却し、水 50 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 50 mL, 50 mL, 50 mL, および 30 mL ずつで 4 回振り混ぜて抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、これを水 20 mL で洗い、更に 0.5 mol/L 水酸化カリウム液 20 mL で洗った後、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 20 mL ずつで洗う。次に抽出液を共栓フラスコに移し、更にエーテル 20 mL で分液漏斗を洗い、抽出液に合わせる。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜して取り、更に残留物をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液は抽出液に合わせ、水浴上でエーテルを減圧留去する。残留物にエタノール 100 mL を加え、約 60 °C の水浴上で加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL をピーカーに正確に量り、エタノール 20 mL を加えて水浴上で加熱しながらジギトニン・エタノール試液 20 mL を加え、かき混ぜながら液量が半量以下になるまで加熱する。冷後、エーテル 5 mL を加えてかき混ぜ、あらかじめ 105 °C で恒量になるまで乾燥した質量既知のガラスフィルター(G 4)を用いて吸引ろ過する。エーテル 5 mL ずつで 3 回洗い、更に熱湯で注意して洗う。洗液を試験管にとり、振り混ぜるとき、泡立ちがすぐに消えるまで洗った後、105 °C で恒量になるまで乾燥し、沈殿物の質量を量る。

植物ステロールの量(g) = 沈殿物の量(g) × 20 × 0.25

0.25 : 生成した沈殿(ジギトニド)の量からステロールの量に換算する係数

(2) 天然トコフェロール 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品約 0.25 g を精密に量り、クロロホルム 80 mL を加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品約 0.05 g を精密に量り、クロロホルム 80 mL を加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに用時製した塩化第二鉄・無水エタノール溶液(1 : 500) 1 mL 及び α,α ジピリジル・無水エタノール溶液(1 : 200) 1 mL を順次正確に加え、更に無水エタノールを加えて正確に 25 mL とする。それぞれの液につき、塩化第二鉄・無水エタノール溶液(1 : 500) を加えてから正確に 10 分間放置する。これらの液につき、別にクロロホルム 2 mL を正確に量り、以下試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及

び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

天然トコフェロールの量 (mg)

$$= \text{トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

111980

耐性乳酸菌

Antibiotics Resistant Lactic Acid Bacteriae

本品は抗生物質又は化学療法剤に対する耐性を付与した *Streptococcus faecalis*, *Streptococcus faecium*, *Streptococcus lactis*, *Lactobacillus acidophilus*, *Lactobacillus lactis* 又は *Bifidobacterium* の生菌菌体, 又はそれらの生菌菌体を含む培養物を集め, 乾燥した後, デンプン, 乳糖, 白糖など適当な賦形剤又はそれらの混合物と混合して製したものである。

本品は定量するとき, 1 g 中に耐性乳酸菌の生菌を $1 \times 10^7 \sim 2 \times 10^{12}$ 個含む。

性 状

本品は白色~わずかに黄褐色の粉末で, においはないか, 又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験

(1) スライドガラス上に 1 白金耳量の水をとり, これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり, かき混ぜて懸濁し, 適当な大きさに広げた後, 室温又は遠火で乾燥する。次に 2 ~ 3 回小炎の中を通過させて固定した後, 「ラクトミン」のグラム染色法の (1) 及び (2) により染色し, これを鏡検するとき, 青紫色~黒紫色に染まった球菌又は桿菌を認める。

(2) 定量法で得た集落をとり, 耐性乳酸菌試験用液状培地 50 mL に接種する。36±1 °C で 48 ~ 72 時間培養した後, 培養液を遠心分離し, 上澄液 20 mL を分液漏斗にとる。これに希硫酸 5 mL 及びエーテル 50 mL を加えてよく振り混ぜた後, エーテル層を分取し, 水 10 mL を加え, 振り混ぜた後, 水層を除き, エーテル層を水浴上で加温してエーテルを留去する。残留物を水 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。フェノール試液 (1 : 100) 10 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加え, これに試料溶液 5 mL を加えるとき, 液の青紫色は黄色を帯びるか, 黄色に変わる。

(3) 本品を希釈液に加え, 1 mL 中の菌数が $10^7 \sim 10^8$ 個になるように調製したものを接種菌液とする。又は本品を耐性乳酸菌試験用液状培地に加え, 36±1 °C で 24 ~ 72 時間培養し, 1 mL 中の菌数が $10^7 \sim 10^8$ 個になるように調製したものを接種菌液とする。GAM 液状培地 9 mL に薬液 1 mL を加え, この液に接種菌液 0.1 mL を接種して 36±1 °C で 24 ~ 72 時間培養するとき, 耐性乳酸菌の発育を認める。ただし, 必要ならば嫌気培養する。

GAM 液状培地に加える薬液の種類と濃度は, 次のとおりとする。

Streptococcus faecalis, *Streptococcus faecium* アンピシリン 1 mg/mL

Streptococcus lactis テトラサイクリン 1 mg/mL

Lactobacillus acidophilus エリスロマイシン 2 mg/mL

Lactobacillus lactis, *Bifidobacterium* セファレキシン 2 mg/mL

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 4 時間)。

定量法 本品約 5 g を精密に量り, 希釈液 30 mL 中に加えて強く振り混ぜ, 更に希釈液を加えて正確に 50 mL とし, よく振り混ぜる。この液 1 mL を正確に量り, 別に正確に分注した希釈液 9 mL 中に加える操作 (10 倍希釈法) を繰り返し, 1 mL 中に生菌を 20 ~ 200 個含む濃度に希釈し, 試料溶液とする。3 枚のペトリ皿に試料溶液 1 mL ずつを正確に入れ, これに約 50 °C に保った耐性乳酸菌試験用カンテン培地を 20 mL ずつ加えてすばやく混和し, 固化させる。これを 36±1 °C で 48 ~ 120 時間培養し, 出現した集落を数え, 平均集落数を求める。ただし, 必要ならば嫌気培養する。

$$\text{試料 1 g 中の生菌数 (個)} = \frac{\text{平均集落} \times \text{希釈倍数} \times 50}{\text{試料採取量 (g)}}$$

希釈倍数: 10 倍希釈法による希釈倍数

貯 法 容 器 気密容器。

培 地 耐性乳酸菌の菌種と試験用液状培地との適性は次のとおりで, 選択して用いる。また, カンテンの配合量は適宜増減してもよい。

Streptococcus faecalis, *Streptococcus faecium* 培地 (2), (3), (4)

Streptococcus lactis, *Lactobacillus lactis* 培地 (1)

Lactobacillus acidophilus 培地 (1), (2), (5)

Bifidobacterium 培地 (2), (3)

耐性乳酸菌試験用液状培地

1.

酵母エキス	5.5 g
カゼイン製ペプトン	12.5 g
ブドウ糖	11 g
リン酸二水素カリウム	0.25 g
リン酸一水素カリウム	0.25 g
酢酸ナトリウム	10 g
硫酸マグネシウム	0.1 g
硫酸マンガン	5 mg
硫酸第一鉄	5 mg
精製水	1000 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 10 分間加熱して滅菌した後, 使用する。滅菌後の pH は 6.7 ~ 6.9 である。

2.

トマトジュース浸出液	400 mL
カゼイン製ペプトン	15 g
酵母エキス	6 g
ブドウ糖	20 g
塩化ナトリウム	5 g
ポリソルベート 80	1 g

溶性デンプン	0.5 g
L 塩酸システイン	0.5 g
ウシ肝臓浸出液	75 mL
精製水	525 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。滅菌後の pH は 6.7 ~ 6.9 である。

3.

牛肉・肝臓浸出液	1000 mL
カゼイン製ペプトン	10 g
ブドウ糖	10 g
L システイン	0.5 g

あらかじめ約 2 mL の希塩酸に溶解し添加する。

ポリソルベート 80 1 g

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。滅菌後の pH は 7.0 ~ 7.2 である。

4.

肉エキス	10 g
カゼイン製ペプトン	20 g
乳糖	20 g
酵母エキス	2.2 g
塩化ナトリウム	1.5 g
精製水	1000 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 115 ℃ で、20 分間加熱して滅菌した後、使用する。滅菌後の pH は 6.9 ~ 7.1 である。

5.

トマトジュース末	20 g
カゼイン製ペプトン	10 g
ミルクペプトン	10 g
酵母エキス	2 g
精製水	1000 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で、15 分間加熱した後、使用する。滅菌後の pH は 6.0 ~ 6.2 である。

GAM 液状培地

カゼイン製ペプトン	10 g
ダイズ製ペプトン	3 g
獣肉製ペプトン	10 g
消化血清末	13.5 g
酵母エキス	5 g
肉エキス	2.2 g
肝臓エキス末	1.2 g
ブドウ糖	3 g
リン酸二水素カリウム	2.5 g
塩化ナトリウム	3 g
デンプン	5 g
L 塩酸システイン	0.3 g
チオグリコール酸ナトリウム	0.3 g
精製水	1000 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 115 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、直ちに冷却して使用する。滅菌後の pH は 7.2 ~ 7.4 である。

希釈液

リン酸二水素カリウム	4.5 g
リン酸一水素ナトリウム	6 g
ポリソルベート 80	0.5 g

L 塩酸システイン	0.5 g
カンテン	1 g
精製水	1000 mL

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で、15 分間加熱して滅菌した後、使用する。滅菌後の pH は 6.8 ~ 7.0 である。

耐性乳酸菌試験用カンテン培地

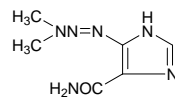
耐性乳酸菌試験用液状培地に沈降炭酸カルシウム 0 ~ 10 g 及びカンテン 13 ~ 20 g を加えて製する。

高压蒸気滅菌器を用いて 115 ~ 121 ℃ で、10 ~ 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

108856

ダカルバジン

Dacarbazine

C₈H₁₀N₆O : 182.18

本品を乾燥したものは定量するとき、ダカルバジン (C₈H₁₀N₆O) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。本品は氷酢酸に溶けやすく、水に極めて溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 204 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品 3 mg にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かし、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 222 ~ 226 nm 及び 321 ~ 325 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3380 cm⁻¹, 3170 cm⁻¹, 1657 cm⁻¹, 1609 cm⁻¹, 1475 cm⁻¹, 1402 cm⁻¹ 及び 1232 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.20 g を 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かして 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメチルイソブチルケトン/氷酢酸/水混液 (5 : 3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 °C, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 氷酢酸 20 mL を加えて溶かし, 無水酢酸 30 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

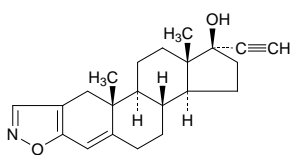
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.218 mg C₂₂H₂₇N₂O

貯法 容器 気密容器.

108445

ダナゾール

Danazol

C₂₂H₂₇NO₂: 337.46

本品を乾燥したものは定量するとき, ダナゾール (C₂₂H₂₇NO₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で, においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール又はエーテルにやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg に硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は黄だいたい色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 → 50) 5 mL に硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。また, この液は酸性を示す。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 → 50000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 284 ~ 287 nm に吸収の極大を示し, 230 ~ 236 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品及びダナゾール標準品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルとダナゾール標準品のスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +23 ~ +27° (乾燥後, 0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 100 mm)。

融点 223 ~ 227 °C (分解)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 80 mL を加えてよく振り混ぜ, 5 分間煮沸し, 冷後, 水を加えて 100 mL とし, ガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。初めのろ液 30 mL を除き, 次のろ液 40 mL をとり, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.011 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し,

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.020 g をとり, クロロホルム/メタノール混液 (9:1) 1 mL を正確に加えて溶かし, 試料溶液とする。別に 2 α シアノエチステロン 0.010 g をとり, クロロホルム/メタノール混液 (9:1) に溶かし, 正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL 及び標準溶液 4 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液 (3:2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びダナゾール標準品を乾燥し, その約 0.1 g ずつを精密に量り, それぞれをエタノールに溶かし, 正確に 100 mL とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り, それぞれにエタノールを加えて正確に 50 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ダナゾール (C₂₂H₂₇NO₂) の量 (mg)

$$= \text{ダナゾール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

104926

タンニン酸オキシセラジン

Oxeladin Tannate

本品はオキシセラジンとタンニン酸との化合物で, 定量するとき, オキシセラジン (C₂₀H₃₃NO₃: 335.48) 18.0 ~ 25.0 % を含む。

性状 本品は淡褐色の粉末で, におい及び味はない。

本品はメタノール又はエタノールに極めて溶けやすく, 氷酢酸又はアセトンに溶けやすく, 水, 無水酢酸又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品のメタノール試液 (1 → 100) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき, 液は暗紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし, エーテル 10 mL ずつで 2 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ, 空気を送りながら蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加えて溶かした液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 251 ~ 253 nm, 257 ~ 259 nm 及び 263 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は褐色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に冷水 50 mL を加え、氷水中で 5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 25 mL をとり、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1.0 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、確認試験 (2) と同様に操作して得た残留物に、メタノールを加えて溶かし、正確に 2 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘキサン/クロロホルム/メタノール/アンモニア水混液 (60 : 30 : 9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。次に薄層板を 5 分間ヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.2 g を精密に量り、アセトン/氷酢酸/無水酢酸混液 (20 : 20 : 1) 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.548 mg C₂₀H₃₃NO₃

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101402

タンニン酸クロルプロマジン

Chlorpromazine Tannate

本品はクロルプロマジンとタンニン酸との化合物で、乾燥したものは定量するとき、塩酸クロルプロマジン

(C₁₇H₁₉ClN₂S · HCl : 355.33) として 53 ~ 60 % を含む。

性状 本品は灰白色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品は無水酢酸に溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、アセトンに極めて溶けにくく、水、エタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、エーテル 20 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は (3) の試験に用いる〕。全エーテル抽出液を合わせ、水

5 mL ずつで 3 回洗い、エーテル層を分取する。このエーテル抽出液 20 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物に 0.05 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) のエーテル抽出液 30 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加えて溶かし、この液を 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL に加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 30 分間放置する。析出した結晶をろ取し、メタノール少量で洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 175 ~ 179 °C である。

(3) (1) の水層 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は青黒色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をとり、塩酸のアセトン溶液 (1 : 120) を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、塩酸のアセトン溶液 (1 : 120) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエーテル/酢酸エチル/ジエチルアミン混液 (5 : 5 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たクロルプロマジン及びタンニン酸 (原点付近) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たクロルプロマジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 35.533 mg C₁₇H₁₉ClN₂S · HCl

貯法

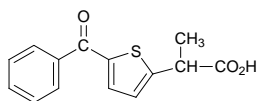
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108870

チアプロフェン酸

Tiaprofenic Acid

 $C_{14}H_{12}O_3S$: 260.31

本品を乾燥したものは定量するとき、チアプロフェン酸 ($C_{14}H_{12}O_3S$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、ジクロロメタンにやや溶けやすく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 : 50) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸・エタノール (95) 試液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 303 ~ 307 nm に吸収の極大を示し、波長 260 ~ 264 nm に吸収の肩を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1730 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1453 cm^{-1} , 1437 cm^{-1} 及び 720 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 95 ~ 99 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.020 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のチアプロフェン酸異性体 A のピーク面積は、標準溶液のピーク面積の 2 倍より大きくない。また、試料溶液のチアプロフェン酸及びチアプロフェン酸異性体 A 以外の個々のピーク面積は、標準溶液のピーク面積より大きくなく、かつ、その合計面積は標準溶液のピーク面積の 3 倍より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：250 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：ジクロロメタン/ヘキサン/酢酸 (100) /水混液 (2000 : 2000 : 80 : 1)。ただし、その調製はあらかじめ水、酢酸 (100) を混和し、順次ヘキサン、ジクロロメタンを混和する。

流量：チアプロフェン酸の保持時間が約 21 分になるよう

に調整する。

カラムの選定：本品及びチアプロフェン酸異性体 A 0.010 g ずつを移動相 100 mL に溶かす。この液 1 mL を量り、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、チアプロフェン酸異性体 A、本品の順に溶出し、その分離度が 3.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たチアプロフェン酸のピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する。

面積測定範囲：チアプロフェン酸の保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g、減圧、シリカゲル、60 °C、3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、エタノール (95) 25 mL に溶かし、更に水 25 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 0.5 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 26.031 mg $C_{14}H_{12}O_3S$

貯法

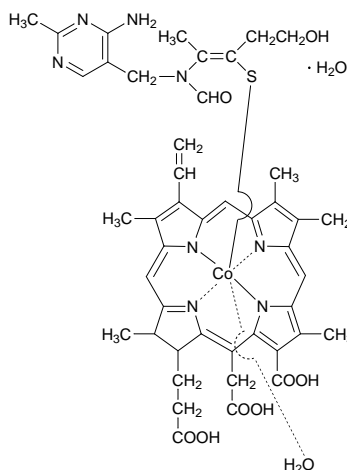
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109145

チアミン・コバルト・クロロフィリン錯化合物

Thiamine Cobalt Chlorophyllin Complex

 $C_{46}H_{55}CoN_8O_{10}S$: 970.97

本品を乾燥したものは定量するとき、チアミン・コバルト・クロロフィリン錯化合物 ($C_{46}H_{55}CoN_8O_{10}S$) 90.0 % 以上を含む。

性状 本品は暗緑色～青黒色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール又はエタノールに極めて溶けやすく、水に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 2 mg を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし、2 分間煮沸する。冷後、塩酸 2 mL を加え、2 分間煮沸する。冷後、イソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜた後、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、イソブタノール層は赤色の蛍光を発する。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を加えて振り混ぜ、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で碎き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かす。冷後、この液にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加する。この液に酢酸ナトリウム 0.5 g、希酢酸 0.5 mL 及び 1 ニトロソ 2 ナフトール 3 β ジスルホン酸二ナトリウム溶液（1/500）0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は直ちに赤色～だいだい赤色を呈し、更に塩酸 0.5 mL を加え、1 分間煮沸しても液の赤色は消えない。

(3) 本品 2 mg を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし、2 分間加温する。冷後、フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加え、次にイソブタノール 3 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(4) 本品のメタノール溶液（1/100000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 427 ~ 431 nm 及び 644 ~ 650 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 遊離チアミン 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 0.10 g を水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のチアミンのピーク高さ H_1 及び H_2 を測定するとき、 H_1 は H_2 より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

移動相：1 ヘキサンスルホン酸ナトリウム 0.94 g を薄めた氷酢酸（1/100）1000 mL に溶かす。この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：チアミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：塩酸チアミン及びリボフラビン 5 mg ずつを水 100 mL に溶かす。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、チアミン、リボフラビンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

(2) 遊離クロロフィリン 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μL をシリル化薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/水/氷酢酸混液

（10：1：1）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、 R_f 値約 0.8 付近に赤色のスポットを認めない。

(3) 遊離コバルト・クロロフィリン錯化合物 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かし、この液に塩酸 1 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、メタノールを加えて 50 mL とする。この液 1 mL をとり、メタノールを加えて 10 mL とした後、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、液は赤色～橙色の蛍光を発しない。

(4) 着色不純物

(i) 非吸着性着色不純物 本品 0.010 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル及びシリル化剤としてジクロロジメチルシランを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/水/氷酢酸混液（10：1：1）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、緑色の主スポットより大きい R_f 値の位置に着色スポットを認めない。

(ii) 吸着性着色不純物 本品 0.015 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル及びシリル化剤としてジクロロジメチルシランを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/水/氷酢酸混液（10：1：1）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後、薄層板を風乾するとき、緑色の主スポットより小さい R_f 値の位置に着色スポットを認めない。

(5) ヒ素 本品 0.5 g に硝酸マグネシウムのエタノール溶液（1/10）10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱し、800 °C でじゅうぶん灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う（4 ppm 以下）。

水分 5.0 % 以下（0.2 g、容量滴定法、直接滴定）。

強熱残分 本品をデシケーター（減圧、五酸化リン）で 4 時間乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、弱く加熱して炭化する。冷後、硫酸を少量加えて潤し、以下強熱残分試験法を準用する（13.0 ~ 18.0 %）。

定量法 本品をデシケーター（減圧、五酸化リン）で 4 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 430 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

チアミン・コバルト・クロロフィリン錯化合物

($C_{46}H_{55}CoN_6O_{10}S$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{595} \times 100000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

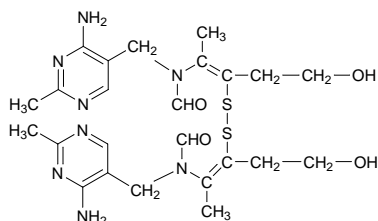
容器 気密容器。

006200

チアミンジスルフィド

Thiamine Disulfide

ビスチアミン

C₂₄H₃₄N₄O₄S₂ : 562.71

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、チアミンジスルフィド (C₂₄H₃₄N₄O₄S₂) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はエタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

本品の飽和水溶液はほぼ中性である。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、希水酸化ナトリウム試液を加えて微アルカリ性とした後、L システイン塩酸塩一水和物溶液 (1 : 500) 3 mL を加え、37 °C で 30 分間加温する。1 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、フェリシアン化カリウム試液 2 mL、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 3 mL 及びイソブタノール 5 mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、イソブタノール層を分取し、紫外線下で観察するとき、紫青色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品 5 mg に酢酸鉛試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 1 mL を加え、加温するとき、液は黒褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 200) 2 mL にピクリン酸試液 2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g に希硝酸 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.053 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.5 g に希塩酸 6 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(4) 硝酸塩 本品 0.5 g に希塩酸 2 mL 及び水を加えて溶かし、25 mL とする。この液 2 mL に氷冷しながら硫酸 2 mL を注意して加えて振り混ぜた後、硫酸第一鉄試液を層積するとき、接界面に暗褐色の輪帯を生じない。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) チオクロム反応陽性物質 本品約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T 及び T に正確に量り、酸性塩化カリウム試液 3 mL ずつを加える。T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を速やかに加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に塩酸チアミン標準品 (別途塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL として標準溶液とする。標準溶液 2 mL ずつを共栓遠心沈殿管 S 及び S に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後、各イソブタノール層を別の試験管にとる。必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を加え、穏やかに振り混ぜた後、放置し、澄明なイソブタノール層をとる。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び 440 nm 付近における蛍光の極大波長で蛍光の強さ F_T 、 F_T 、 F_S 及び F_S を測定し、次の式によって得た数値及び水分で得た数値によって対応する脱水物に対するパーセント (%) に換算するとき、チオクロム反応陽性物質の量は 0.5 % 以下である。

チオクロム反応陽性物質の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times 1500$$

水分 10.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 28.135 mg C₂₄H₃₄N₄O₄S₂

貯法

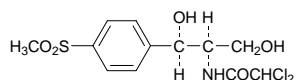
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

006201

チアンフェニコール

Thiamphenicol

C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S : 356.22

本品を乾燥したものは定量するとき、チアンフェニコール (C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

旋光度 [α]_D²⁰: -21.5 ~ -24.5° (乾燥後, 1 g, ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm)。

確認試験 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3490 cm⁻¹, 3260 cm⁻¹, 3080 cm⁻¹, 1691 cm⁻¹, 1561 cm⁻¹ 及び 1143 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 164 ~ 169 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 266 nm における吸光度 *A* を測定する。

チアンフェニコール (C₁₂H₁₅Cl₂NO₅S) の量 (mg)

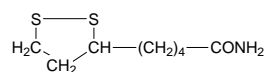
$$= \frac{A}{22.2} \times 10000$$

貯法 容器 気密容器。

006203

チオクト酸アミド

Thioctic Acid Amide

C₈H₁₅NOS₂ : 205.34

本品を乾燥したものは定量するとき、チオクト酸アミド (C₈H₁₅NOS₂) 98.0 % ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色 ~ 黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール又はエタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルに極めて溶けにくい。

本品は光によって徐々に着色し、分解する。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 331 ~ 335 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品及びチオクト酸アミド標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとチオクト酸アミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 129 ~ 132 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かした後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のチオクト酸アミド以外のピークの合計面積は、標準溶液のチオクト酸アミドのピーク面積の 3 倍より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は、定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 10 μL から得たチオクト酸アミドのピーク高さが約 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒ピークの後からチオクト酸アミドの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びチオクト酸アミド標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれにメタノール 10 mL を加えて溶かした後、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10

μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するチオクト酸アミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{チオクト酸アミド (C}_8\text{H}_{15}\text{NOS}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{チオクト酸アミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液 (1 4000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 1.36 g を水に溶かして 1000 mL とした液 550 mL に、メタノール 450 mL を加える。

流量：チオクト酸アミドの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、チオクト酸アミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 11 以上のものを用いる。

貯法

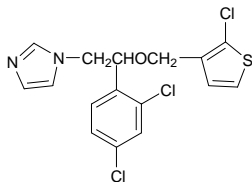
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108647

チオコナゾール

Tioconazole



$\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{Cl}_3\text{N}_2\text{OS}$: 387.71

本品を乾燥したものは定量するとき、チオコナゾール ($\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{Cl}_3\text{N}_2\text{OS}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、氷酢酸又はエタノールに極めて溶けやすく、無水酢酸に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品のエタノール溶液 (1 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて懸濁し、希硝酸 1 滴、過酸化水素試液 1 mL 及び重クロム酸カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えて、5 分間振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 500) 3 滴をニンヒドリンの硫酸溶液 (1 10000) 1 mL に加えるとき、10 分間後に液は赤紫色を呈する。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1505 cm^{-1} 、1253 cm^{-1} 、1099

cm^{-1} 、829 cm^{-1} 、815 cm^{-1} 及び 737 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 82 ~ 84 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える。(20 ppm 以下)

(2) 類縁物質 本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メチルエチルケトン/ギ酸混液 (6 : 3 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。更に 100 $^{\circ}\text{C}$ で 20 分間乾燥後、これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、この薄層板に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、100 $^{\circ}\text{C}$ で 5 分間乾燥し、更に亜硝酸ナトリウム溶液 (1 20) を均等に噴霧し、直ちに透明なガラス板を重ね、10 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g、減圧、60 $^{\circ}\text{C}$ 、3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

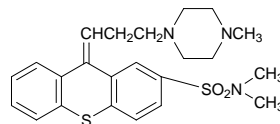
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.771 mg $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{Cl}_3\text{N}_2\text{OS}$

貯法 容器 気密容器。

006204

チオチキセン

Tiotixene



$\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$: 443.63

本品を乾燥したものは定量するとき、チオチキセン ($\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はジクロルメタンにやや溶けにくく、酢酸エチルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は 0.5 mol/L 硫酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 2 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えて

溶かし、クロロホルム 2 mL を加え、これにブロムチモールブルー試液 1 滴を加え、振り混ぜるときクロロホルム層は黄色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり、水酸化ナトリウム 0.1 g を加え、加熱して融解する。冷後、薄めた塩酸(1 : 2) 2 mL 及び塩化第一スズ 0.5 g を加え、水浴中で加温するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

(3) 本品 5 mg に 0.5 mol/L 硫酸試液 5 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき試液の色は直ちに消える。

(4) 本品 1 mg をとり、塩酸のメタノール溶液(1 : 1000) 100 mL を加えて溶かす。この液につき、吸収スペクトル測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 232 nm 及び 303 ~ 307 nm に吸収の極大を示す。

融点 147 ~ 152 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、水浴上で 5 分間振り混ぜながら加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.044 % 以下)。

(2) 硫酸塩(1)のろ液 20 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.096 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う(1 ppm 以下)。

(5) リン酸 本品 1.0 g を白金のつぼにとり、炭酸ナトリウム溶液(1 : 10) 1 mL を加え、加熱して水を追い出した後、温度を上げて融解させ、火をつけて燃焼させる。内容物が燃えつくしたならば加熱して炭酸ナトリウムを融解させ、炭素がなくなるまで加熱を続ける。冷後、水を加えて溶かし正確に 25 mL とし試料溶液とする。別にリン酸二水素カリウム 0.440 g を量り水を加えて溶かし正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし比較液とする。試料溶液及び比較液 5 mL をそれぞれ試験管に正確に量り薄めた硫酸(9 : 50) 2 mL を加えてよく振り混ぜ、モリブデン酸アンモニウム溶液(1 : 25) 0.4 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 0.4 mL を加えて水浴中で 12 分間加熱し、冷却するとき試料溶液から得た青色は比較液から得た青色より濃くない(0.0050 % 以下)。

(6) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.50 g をとり、メタノール/クロロホルム混液(1 : 1)を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液(1 : 1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板に

スポットする。次に、酢酸エチル/水/氷酢酸混液(3 : 1 : 1)を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 120 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 22.181 mg C₂₃H₂₉N₃O₅S

貯法

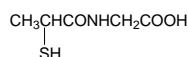
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100113

チオプロニン

Tiopronin



C₉H₉NO₃S : 163.19

本品を乾燥したものは定量するとき、チオプロニン(C₉H₉NO₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、酸味がある。

本品は水又はエタノールに溶けやすく、酢酸エチルにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムに溶けにくい。

本品はアンモニア試液又は pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 : 10000) 2 mL に 5, 5 ジチオピス(2-ニトロ安息香酸)のメタノール溶液(1 : 250) 0.1 mL 及び pH 8.2 のトリス緩衝液 10 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 : 20) 5 mL に炭酸水素ナトリウムを加えて中性とし、ニンヒドリン試液 1 ~ 2 滴を加えて加熱するとき、液は赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液(1 : 2000) 5 mL に pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL 及び硝酸ニッケル溶液(3 : 1000) 1 mL を加えるとき、液は赤褐色~褐色を呈する。

融点 96 ~ 99 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.50 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) 鉄 本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL 及び pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 4 mL を加えて溶かし、

塩酸ヒドロキシルアミン溶液(1/5) 1 mL 及び *o*-フェナントリン液 1 mL を加え、水を加えて正確に 10 mL とする。この液につき、50 ~ 60 °C の水浴中に 5 ~ 10 分間浸し、室温で 1 時間放置した後、水を対照とし、層長 2 cm で紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 510 nm における吸光度は、比較液から得た液の吸光度より大きくない(5 ppm 以下)。

比較液：鉄標準液 5.0 mL に水を加えて正確に 20 mL とし、その 2.0 mL に pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 4 mL を加え、以下同様に操作する。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、*N*-エチルマレイミド溶液(1/250) 25 mL を正確に加えて溶かした後、1 時間放置し、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、*N*-エチルマレイミド溶液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液(5:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 2 時間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 6 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する(指示薬：デンプン試液 2 mL)。

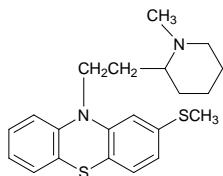
0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 16.319 mg C₅H₉NO₃S

貯法 容器 気密容器。

107263

チオリダジン

Thioridazine

C₂₁H₂₆N₂S₂: 370.57

本品を乾燥したものは定量するとき、チオリダジン(C₂₁H₂₆N₂S₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかににおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール又はエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：68 ~ 72 °C

確認試験

(1) 本品 0.02 g に薄めた硝酸(1/2) 5 mL を加えて溶かすとき、液は初め青色を呈し、次に黄色から赤色に変わる。

(2) 本品のメタノール溶液(1/200) 5 mL に硫酸第二セリウムアンモニウム試液を滴加するとき、液は青色を呈し、過量の硫酸第二セリウムアンモニウム試液を加えるとき、液の色は消える。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (312 nm): 118 ~ 125 (乾燥後, 0.08 g, 0.1 mol/L 塩酸, 2000 mL)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 60 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後、ろ過し、その 30 mL をとり希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える(0.018 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g に水 60 mL を加えて 5 分間激しく振り混ぜた後、ろ過し、その 30 mL をとり希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.5 mL を加える(0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.8 g に硝酸カリウム 0.5 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.3 g を加えてよく混ぜ、赤熱した白金のつば中に少量ずつ入れ、反応の終わるまで強熱する。冷後、残留物に希硫酸 10 mL を加えて、5 分間煮沸した後、ろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、白煙の発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う。

標準色：本品のかわりにヒ素標準液 2.0 mL を用い、同様に操作した後、発生瓶に入れ、以下検液と同様に操作する(2.5 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 塩酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 37.057 mg C₂₁H₂₆N₂S₂

貯法

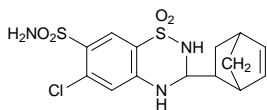
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101630

チクロチアジド

Cyclothiazide

 $C_{14}H_{16}ClN_3O_4S_2$: 389.88

本品を乾燥したものは定量するとき、チクロチアジド ($C_{14}H_{16}ClN_3O_4S_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、アセトン又は *n* ブチルアミンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品のジメチルホルムアミド溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

融点：約 230 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。
- (2) 本品 0.05 g にメタノール 4 mL 及び水 3 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、液は直ちに黄色を呈する。
- (3) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、過酸化水素試液 2 滴、薄めた塩酸 (1 : 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。
- (4) 本品 0.015 g にメタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びメタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272 ~ 276 nm 及び 322 ~ 326 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 6.00 ~ 6.40 である。
- (5) (3) のろ液 4 mL をとり、希硝酸 5 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL、0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 30 mL、希塩

酸 1 mL、0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/クロロホルム混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール 60 mL を加えて溶かし、水 10 mL 及び塩酸 10 mL を加え、0.05 mol/L 臭素液で滴定する (電流滴定・双白金電極)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

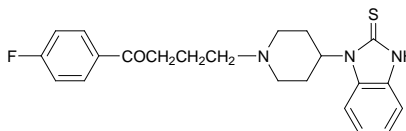
0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 19.494 mg $C_{14}H_{16}ClN_3O_4S_2$

貯法 容器 密閉容器。

108771

チミペロン

Timiperone

 $C_{22}H_{24}FN_3OS$: 397.51

本品を乾燥したものは定量するとき、チミペロン ($C_{22}H_{24}FN_3OS$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は、白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、さらに水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリン S 試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は消え、淡黄色となる。

(2) 本品 0.1 g にうすめた塩酸(1 1000) 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.02 g にアセトン 3 mL を加えて溶かし、ヨウ素・アジ化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、あわだち、発生するガスは無色である。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3100 cm^{-1} , 3060 cm^{-1} , 2940 cm^{-1} , 1684 cm^{-1} , 1598 cm^{-1} , 1342 cm^{-1} , 1223 cm^{-1} , 1099 cm^{-1} , 834 cm^{-1} 及び 739 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 $200 \sim 203\text{ }^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸アンモニウム・メタノール試液混液(9:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.2 % 以下(0.5 g, $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.875 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{FN}_3\text{OS}$

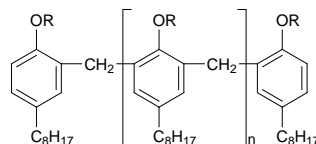
貯法 容器 気密容器。

107494

チロキサポール

Tyloxapol

サベリノン



R: $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_m\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

R: $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$

本品は第 3 級オクチルフェノール、ホルムアルデヒド及び酸化エチレンを付加重合させて得られるポリオキシエチレンエーテルで m は 6 ~ 8, n は 1 ~ 5 である。

性状 本品は淡黄色~黄褐色の粘性の液で、わずかに芳香がある。

本品は氷酢酸、エタノール、イソプロパノール、1,2 ジクロルエタン、クロロホルム又は四塩化炭素と混和する。

本品に水を加えてかき混ぜるとき、澄明な粘性の液となる。本品は混濁することがある。

粘度 4500 ~ 6900 mm^2/s ($20\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

比重 d_{20}^{20} : 約 1.1

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 1000) 5 mL をとり、チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、次にクロロホルム 5 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 4000)につき吸収スペクトル測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 277 ~ 279 nm に吸収の極大を、波長 249 ~ 251 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 1 滴をとり、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1460 cm^{-1} , 1350 cm^{-1} 及び 1110 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (278 nm): 14.0 ~ 18.0 (0.05 g, 水, 100 mL)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、20 mL とした液の pH は 4.0 ~ 7.0 である。

曇点 $92 \sim 97\text{ }^{\circ}\text{C}$ 本品の水溶液(1 100)を試料溶液とし、泡が入らないようにして毛細管(融点測定法第 1 法のもので両端を開いたもの)中に吸い上げ、約 20 mm の高さとする。この毛細管を傾斜して試料溶液を中央まで動かした後、一端を閉じ、強く振って試料溶液を閉じた一端に集めたものにつき、融点測定法第 1 法の装置を用いて試験を行う。予想した曇点より約 $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低い温度に達したとき、1 分間に $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 上昇するように加熱を続け、毛細管中の試料溶液が白濁する温度を曇点とする。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 遊離フェノール 本品の水溶液 (1 : 100) 10 mL に臭素試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は直ちに混濁又は沈殿を生じない。

(4) ホルムアルデヒド 本品約 0.10 g を精密に量り、薄めたイソプロパノール (2 : 25) を加えて溶かし、正確に 25 mL とし試料溶液とする。試料溶液、チロキサポール用ホルムアルデヒド液標準液及び空試験液として薄めたイソプロパノール (2 : 25) 5 mL ずつを正確にとり、それぞれ 25 mL の共栓試験管に入れ、塩酸フェニルヒドラジン溶液 (3 : 40) 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜ、10 分間放置する。次にフェリシアン化カリウム溶液 (1 : 20) 0.3 mL を正確に加えて振り混ぜ、5 分間放置する。更に水酸化ナトリウム溶液 (11 : 100) 2.0 mL を正確に加えて振り混ぜ、4 分間放置した後、薄めたイソプロパノール (2 : 5) 15 mL を正確に加え、振り混ぜる。10 分間放置した後、試料溶液及び標準溶液につき、空試験溶液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、ホルムアルデヒドの量は 0.0075 % 以下である。

ホルムアルデヒド (CH_2O) の量 (%)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.75$$

(5) 陰イオン界面活性剤 本品 0.20 g を分液漏斗に入れ、水 50 mL を加えて振り混ぜる。これに薄めた塩酸 (27 : 100) 2 滴、メチレンブルー溶液 (1 : 25) 1 滴及びクロロホルム 25 mL を加えて 2 分間穏やかに振り混ぜた後、10 分間静置する。クロロホルム層を別の分液漏斗に移し、水 25 mL を加えて 2 分間穏やかに振り混ぜた後、静置する。クロロホルム層をネスラー管に移し、クロロホルムを加えて 25 mL とした後、上方又は側方から観察するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：ラウリル硫酸ナトリウム標準液 1.0 mL を正確に量り、水を加えて 50 mL とし、以下同様に操作する。

(6) 陽イオン界面活性剤 本品の水溶液 (1 : 100) 10 mL をネスラー管にとり、アルカリ性になるまで炭酸ナトリウム試液を加える。更にブロムフェノールブルー溶液 (1 : 2500) 4 mL 及びクロロホルム/1,2 ジクロロエタン混液 (9 : 1) 10 mL を加え、穏やかに振り混ぜた後、静置するとき、下層は青色を呈しない。

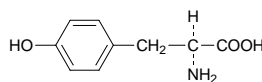
強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

貯法 容器 気密容器。

003616

L チロジン

L Tyrosine



$\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$: 181.19

本品を乾燥したものは定量するとき、L チロジン ($\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はギ酸に溶けやすく、水に極めて溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は約 6 である。

確認試験

(1) 本品の飽和水溶液 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3210 cm^{-1} , 1609 cm^{-1} , 1589 cm^{-1} 及び 1244 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-10.5 \sim -12.5$ (乾燥後, 2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 12 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 12 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g を希塩酸 5 mL に溶かし、水を加えて 45 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 45 mL とする。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液 5 mL ずつを加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.20 g をとり、アンモニア水 (28) (1 : 2) 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に 1

プロパノール/アンモニア水 (28) 混液 (67 : 33) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 ℃ で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 50) を均等に噴霧した後、80 ℃ で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 6 mL を加えて溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

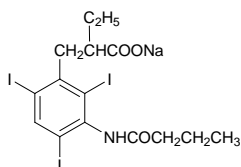
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.119 mg C₉H₁₁NO₃

貯法 容器 気密容器。

120029

チロパノ酸ナトリウム

Sodium Tyropanoate



C₁₅H₁₇I₃NNaO₃ : 663.00

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、チロパノ酸ナトリウム (C₁₅H₁₇I₃NNaO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はエタノールに溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 100) の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

本品は吸湿性である。本品は光により徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール 2 mL 及び硫酸 4 mL を加え、水浴中で 15 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g をとり、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(3) 本品の水溶液 (1 20) 10 mL に希塩酸 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで水で洗い、風乾した後、イソプロパノールから再結晶し、105 ℃ で 4 時間乾燥するとき、その融点は 187 ~ 191 ℃ である。

(4) 本品の水溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 238 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品を乾燥し、その約 2 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2950 cm⁻¹, 1655 cm⁻¹, 1545 cm⁻¹, 1408 cm⁻¹ 及び 870 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(6) 本品の水溶液 (1 50) はナトリウム塩の定性反応

を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に新たに煮沸し冷却した水 15 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.30 g に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 100) 4 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。次にスルファミン酸アンモニウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ、10 分間放置した後、α ナフトールのエタノール溶液 (1 10) 0.4 mL、水酸化ナトリウム試液 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とした液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 485 nm における吸光度を測定するとき、0.10 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下硫酸塩試験法を準用する。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。

(5) ヨウ素 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かし、希硫酸 1 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、クロロホルム 3 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(6) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(7) ヒ素 本品 1.0 g をとり、水 20 mL を加えて溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下、五酸化リン, 60 ℃, 4 時間)。

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

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 22.100 mg C₁₅H₁₇I₃NNaO₃

貯法

保存条件 遮光して保存する。

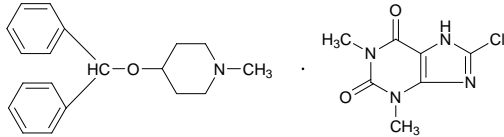
容器 気密容器。

005216

テオクル酸ジフェニルピラリン

Diphenylpyraline Chlorotheophyllinate

ジフェニルピラリンクロルテオフィリネート

 $C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$: 496.00

本品を乾燥したものは定量するとき、テオクル酸ジフェニルピラリン ($C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジクロロメタンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又は氷酢酸にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：172 ~ 177 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に硫酸 2 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈し、これに過量の水を加えるとき、液の色は消えて白濁する。
- (2) 本品 0.25 g にエタノール 15 mL を加え、加温して溶かし、水 15 mL 及び希硫酸 2 mL を加え、30 分間冷却した後、器壁をしばしばこすとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取りし、氷水少量で洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 300 ~ 305 °C (分解) である。
- (3) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.60 g にジクロロメタン 15 mL を加え、15 分間振り混ぜて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加え、加温して溶かし、冷後、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 0.1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/*n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (5 : 3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水

滴定用氷酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 24.800 mg $C_{19}H_{23}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$

貯法 容器 気密容器。

101695

デカノヒドロキサム酸

Decanohydroxamic Acid

 $CH_3(CH_2)_8CONHOH$ $C_{10}H_{21}NO_2$: 187.28

本品を乾燥したものは定量するとき、デカノヒドロキサム酸 ($C_{10}H_{21}NO_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかににおいがある。

本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g にメタノール 5 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄のメタノール溶液 (1 : 5000) 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。
- (2) 本品 0.2 g を小試験管にとり、水酸化ナトリウム 0.3 g を加え、注意しながら融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

融点 88 ~ 91 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20 g にエタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 30 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.056 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 3 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、500 mL のケルダールフラスコに入れ、粉末とした硫酸カリウム及び硫酸銅の等量混合物 1 g 及び硫酸 20 mL を加えて、3 時間加熱する。冷後、水 150 mL を注意して加え、冷却し、沸騰石 2 ~ 3 粒を加えた後、コック付きの漏斗及びしぶき止めの付いた留出管で冷却管に連結する。受器には 0.05 mol/L 硫酸 20 mL を正確に入れ、更に水 200 mL 及びブロムクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴を入れ、冷却管の下端をじゅうぶんにこの液に浸す。漏斗から水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 80 mL を加え、直ちにコックを閉じ、ケルダールフラスコを加熱し、留液 80 ~ 100 mL を得るまで蒸留する。冷却管の下端を液面から離し、少量の

水でその部分を洗い込み、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。

ただし、滴定の終点は液の赤色が緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

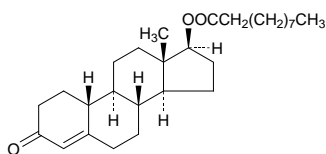
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 18.728 mg C₁₀H₂₁NO₂

貯法 容器 気密容器

104427

デカン酸ナンドロロン

Nandrolone Decanoate



C₂₈H₄₄O₃ : 428.65

本品を乾燥したものは定量するとき、デカン酸ナンドロロン (C₂₈H₄₄O₃) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はエタノール、アセトン、クロロホルム、ジオキサン、氷酢酸又は *n* ヘプタンに極めて溶けやすく、植物油に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg に硫酸 1 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱して溶かし、冷後、氷酢酸 1 mL 及びアセトン 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品及びデカン酸ナンドロロン標準品のそれぞれ 4 mg にエタノール/クロロホルム混液 (1:1) 1 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘプタン/アセトン混液 (3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ *R* 値を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1730 cm⁻¹, 1670 cm⁻¹, 1620 cm⁻¹ 及び 1100 cm⁻¹ に吸収を認める。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D²⁰ : +33 ~ +37° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 33 ~ 37 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にジオキサン 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 他のステロイド及び不純物 本品 0.040 g をとり、エタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に試料溶液 0.3 mL

を正確に量り、エタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘプタン/アセトン混液 (3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない (3.0 % 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にデカン酸ナンドロロン標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥し、以下試料溶液と同様に操作して標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 *A*_T 及び *A*_S を測定する。

デカン酸ナンドロロン (C₂₈H₄₄O₃) の量 (mg)

$$= \text{デカン酸ナンドロロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

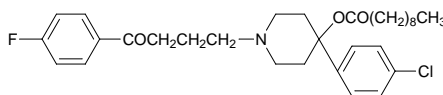
保存条件 遮光して, 2 ~ 8 °C で保存する。

容器 気密容器。

108998

デカン酸ハロペリドール

Haloperidol Decanoate



C₃₁H₄₁ClFNO₃ : 530.11

本品を乾燥したものは定量するとき、デカン酸ハロペリドール (C₃₁H₄₁ClFNO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

本品はエタノール、エーテル又はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は光により徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をとり, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応を呈する。

(2) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 2920 cm⁻¹, 2850 cm⁻¹, 1738 cm⁻¹, 1688 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 1102 cm⁻¹ 及び 834 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色を呈する。

融点 40 ~ 44 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、白金つぼを用いる。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に八口ペリドール (日局) 5.0 mg をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にペンタン/イソプロパノール/トリエチルアミン混液 (80 : 20 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 1 個以下で、標準溶液から得たスポットより大きくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金つぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、氷酢酸 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 53.01 mg $C_{31}H_{41}ClFNO_3$

貯法

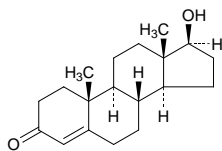
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

001423

テストステロン

Testosterone



$C_{19}H_{26}O_2$: 288.42

本品を乾燥したものは定量するとき、テストステロン ($C_{19}H_{26}O_2$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール、ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をエタノール 1 mL に溶かし、これに *m* ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 8) 0.5 mL を加えて放置するとき、液は褐色を呈する。

(2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリ

ウム錠剤法により測定するとき、波数 2935 cm^{-1} , 1655 cm^{-1} , 1609 cm^{-1} , 1234 cm^{-1} 及び 869 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +101 ~ +105° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 153 ~ 157 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する。

テストステロン ($C_{19}H_{26}O_2$) の量 (mg) = $\frac{A}{560} \times 10000$

貯法

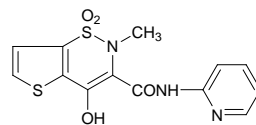
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108999

テノキシカム

Tenoxicam



$C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$: 337.37

本品を乾燥したものは定量するとき、テノキシカム ($C_{13}H_{11}N_3O_4S_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はジクロルメタン、アセトン又は氷酢酸に溶けにくく、エタノール又はエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 205 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g にアセトン 10 mL を加えて溶かす。この液 1 mL をとり、亜硝酸ナトリウム試液及び 6 mol/L 塩酸試液をそれぞれ 0.1 mL 加えて約 1 分間放置した後、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.1 mL 及び尿素 0.01 g を加え軽く振り混ぜる。次に α -ナフトールの無水エタノール溶液 (1 : 1000) 0.1 mL を加えて 5 分間放置するとき、液はだいたい色を呈する。
- (2) 本品 0.01 g をとり触媒用ラニーニッケル 5 mg 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加え、水浴中で 3 分間加温する。冷後、希塩酸 0.3 mL を加え、よく振り混ぜた後、水浴中で加温するとき、発生するガスは酢酸鉛紙を褐色に変える。
- (3) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm, 283 ~ 287 nm 及び 366 ~ 370 nm に吸収の極大を、271 ~ 275 nm 及び 313 ~ 317 nm に吸収の極小を示す。
- (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3090 cm^{-1} , 1637 cm^{-1} , 1597 cm^{-1} , 1556 cm^{-1} , 1427 cm^{-1} , 1326 cm^{-1} 及び 1149 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g に約 15 mL の薄めた希酢酸 (1 : 10) を加え、70 °C で 10 分間振り混ぜる。冷後、メンブランフィルター (孔径 5 μm) を用いてろ過し、ろ液に薄めた希酢酸 (1 : 10) を加えて 20 mL とする。この液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は薄めた希酢酸 (1 : 10) 10 mL, 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g に希水酸化ナトリウム試液 38 mL を加えて溶かした後、かき混ぜながら希塩酸を加えて pH を 2 ~ 3 にする。析出物をガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過し、水 2 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 40 mL とする。これに希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希水酸化ナトリウム試液 38 mL につき、希塩酸を加えて pH を 2 ~ 3 にする。これに 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.050 g をジクロルメタン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (1) とする。更に標準溶液 (1) 15 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液 (2) とする。別に 2 アミノピリジン 0.025 g をとり、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (3) とする。

これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板に、pH 6.0 の 0.2 mol/L リン酸塩緩衝液を噴霧し、熱風で 30 分間乾燥した後、105 °C で 1 時間乾燥する。この薄層板に試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつをスポットする。次にクロロホルム/アセトン/ギ酸混液 (35 : 15 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下で、主スポットの上に認められる暗紫色のスポットは標準溶液 (2) から得たスポットより濃くなく、更にその上に認められる暗紫色のスポットは標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。また、標準溶液 (3) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (3) から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、アセトン 60 mL 及び氷酢酸 90 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

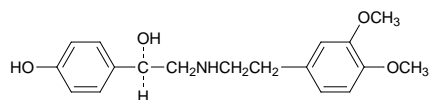
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.737 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_4$

貯法 容器 気密容器。

109508

デノパミン

Denopamine



$\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_4$: 317.38

本品を乾燥したものは定量するとき、デノパミン ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、無水エタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.015 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL に溶かし、水を加えて 1000 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 222 ~ 226 nm 及び 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm^{-1} , 1516 cm^{-1} , 1263 cm^{-1} , 1235 cm^{-1} 及び 1030 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: -25.5 ~ -27.5° (乾燥後, 0.6 g, ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm)。

融点 164 ~ 168 °C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液(25) 18 mL を加え、振り混ぜて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.025 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のデノパミン以外のピークの合計面積は、標準溶液のデノパミンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：225 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：無水リン酸-水素ナトリウム 2.84 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 6.5 ~ 6.7 に調整する。これに無水エタノール 250 mL を加えた後、メンブランフィルター(孔径約 0.4 μm)を用いてろ過する。

流量：デノパミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.02 g、*p* ヒドロキシベンズアルデヒド 7 mg 及びエテンザミド 0.02 g を無水エタノール 20 mL に溶かし、更に移動相を加えて 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、*p* ヒドロキシベンズアルデヒド、本品、エテンザミドの順に溶出し、*p* ヒドロキシベンズアルデヒドと本品及び本品とエテンザミドの分離度が 1.5 及び 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たデノパミンのピーク高さが 2 ~ 4 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からデノパミンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.738 mg C₁₈H₂₃NO₄

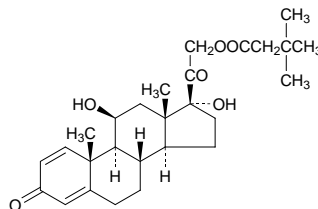
貯法 容器 密閉容器。

111696

テプト酸プレドニゾロン

Prednisolone Tebutate

第三級ブチル酢酸プレドニゾロン



C₂₇H₃₈O₆ : 458.59

本品を乾燥したものは定量するとき、テプト酸プレドニゾロン(C₂₇H₃₈O₆) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末又は柔らかい塊で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はテトラヒドロフランに溶けやすく、アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水又はイソオクタンにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かし、3 分間放置するとき、液は暗赤色を呈し、蛍光を發しない。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は退色し、紫色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 本品のメタノール溶液(1 : 50000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びテプト酸プレドニゾロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 [α]_D²⁰ : +100 ~ +115°(乾燥後, 0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をテトラヒドロフラン/イソオクタン混液(1 : 1) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、テトラヒドロフラン/イソオクタン混液(1 : 1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のテプト酸プレドニゾロン以外のピーク合計面積は、標準溶液のテプト酸プレドニゾロンのピーク面積より大きくない。

操作条件 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：イソオクタン/テトラヒドロフラン/エタノール混液 (89 : 10 : 1)

流量：テプト酸ブレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び「酢酸デキサメタゾン」0.010 g ずつをテトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1 : 1) 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，テプト酸ブレドニゾロン，酢酸デキサメタゾンの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たテプト酸ブレドニゾロンのピークの高さが 10 ~ 20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテプト酸ブレドニゾロンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g，減圧，105 $^{\circ}$ C，4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びテプト酸ブレドニゾロン標準品を乾燥し，その約 0.05 g ずつを精密に量り，それぞれをテトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1 : 1) 30 mL に溶かし，次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後，テトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するテプト酸ブレドニゾロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

テプト酸ブレドニゾロン ($C_{27}H_{38}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{テプト酸ブレドニゾロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 「酢酸デキサメタゾン」のテトラヒドロフラン/イソオクタン混液 (1 : 1) 溶液 (3 : 500)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：イソオクタン/テトラヒドロフラン/エタノール混液 (89 : 10 : 1)

流量：テプト酸ブレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，テプト酸ブレドニゾロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

109117

デンプン部分加水分解物

Liquid Glucose

本品はデンプンを酸又は酵素により加水分解したデンプン部分加水分解物で，主としてブドウ糖，デキストリン，マルトース及び水から成る。

本品は定量するとき，ブドウ糖 24.0 ~ 28.0 % を，また，全還元糖 73.0 ~ 77.0 % を含む。

性状

本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で，においはなく，味は甘い。

本品はメタノール，エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水と混和する。

本品は右旋性である。

本品の水溶液 (1 : 3) の pH は 3.5 ~ 5.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 20) 2 ~ 3 滴を沸騰フェーリング試液 5 mL に加えるとき，赤色の沈殿を生じる。

純度試験

(1) 溶状 本品 25.0 g をとり，水 30 mL を加え，60 $^{\circ}$ C の水浴中で加温して溶かし，冷後，水を加えて 50 mL とするとき，液は澄明で，その色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルトの色の比較原液 1.0 mL，塩化第二鉄の色の比較原液 3.0 mL 及び硫酸銅の色の比較原液 2.0 mL の混液に水を加えて 10.0 mL とした液 3.0 mL をとり，水を加えて 50 mL とする。

(2) 酸 本品 5.0 g を新たに煮沸し冷却した水 50 mL に溶かし，フェノールフタレイン試液 3 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL を加えるとき，液は紅色を呈する。

(3) シュウ酸塩 本品 1.0 g に水 20 mL を加え，加熱して溶かし，冷後，酢酸 1 mL を加えてろ過し，ろ液 5 mL に塩化カルシウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない。

(4) カルシウム (3) のろ液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 5 滴を加えるとき，液は直ちに混濁しない。

(5) 重金属 本品 5.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (4 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をとり，希硫酸 5 mL 及び臭素試液 1 mL を加え，5 分間水浴上で加熱し，更に濃縮して 5 mL とし，冷後，これを検液とし，装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(7) 溶性でんぷん又は亜硫酸塩 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かし，ヨウ素試液 1 滴を加えるとき，液は黄色を呈する。

水分 27 % 以下 (0.1 g，容量滴定法，直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

定量法

(1) ブドウ糖 本品約 1 g を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。この液につき，グルコースオキシダーゼ固定化酵素膜と過酸化水素電極を用いた

グルコース自動分析装置により試験を行う。

$$\text{ブドウ糖 (C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6\text{) の量 (\%)} = \frac{A}{W} \times \frac{1}{10}$$

A: 試料溶液中のブドウ糖濃度 (mg/100 mL)

W: 試料の採取量 (g)

(2) 全還元糖 本品約 1 g を精密に量り、薄めた塩酸 (1 16) 50 mL を加え水浴上で 2.5 時間加熱し、冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 4) で pH を 6.0 ~ 6.5 に調整した後、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液につき、グルコースオキシダーゼ固定化酵素膜と過酸化水素電極を用いたグルコース自動分析装置により試験を行う。

$$\text{全還元糖 (C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6\text{) の量 (\%)} = \frac{A}{W} \times \frac{1}{10}$$

A: 試料溶液中のブドウ糖濃度 (mg/100 mL)

W: 試料の採取量 (g)

貯法 容器 気密容器。

107331

糖化菌

Amylolytic Bacillus

本品は *Bacillus subtilis*, *Bacillus mesentericus* 又は *Bacillus polyfermenticus* の乾燥した孢子 (生菌菌体を含む)、又は乾燥した孢子 (生菌菌体を含む) に乳糖、白糖、デキストリン、デンプンなど適当な賦形剤若しくはそれらの混合物と混合して製したものである。

本品は定量するとき、1.0 g 中糖化菌の生菌を 1×10^7 ~ 1×10^{10} 個含む。

性状 本品は白色 ~ わずかに灰褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

確認試験

(1) スライドガラス上に 1 白金耳量の水をとり、これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり、かき混ぜて懸濁し、適当な大きさに拡げ、室温又は遠火で乾燥する。次に 2 ~ 3 回小炎の中を通過させて固定したものを試料とする。試料をグラム染色法により試験を行うとき、桿菌は青紫色 ~ 黒紫色に染まる。

(2) (1) と同様の方法で得た試料を芽胞染色法により試験を行うとき、本品中の孢子は淡緑色 ~ 緑色に染まる。

(3) 白金線を用いて定量法で得た集落をとり、糖化菌試験用カンテン培地 (1) の平板培地に画線塗抹する。36 ~ 38 °C で 24 ~ 48 時間培養した後、平板培地の表面に薄めたヨウ素試液 (1 10) 10 mL を均一に加え、余剰の液を除くとき、集落の周囲に透明帯を生じる。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 10 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法

(i) 試料原液の調製 本品約 5 g を精密に量り、希釈液

30 mL 中に加えて強く振り混ぜ、更に希釈液を加えて正確に 50 mL とし、よく振り混ぜ、試料原液とする。

(ii) 試料溶液の調製 試料原液 1 mL を正確に量り、別に正確に量った希釈液 9 mL 中に加え、10 倍希釈する。この操作を繰り返し、1 mL 中に生菌を 30 ~ 300 個含む濃度に希釈し、試料溶液とする。なお、*Bacillus mesentericus* の試料溶液は 80 °C の水浴中で、10 分間加熱した後、流水で室温に急冷したものをを用いる。

(iii) 操作法 試料溶液 1 mL ずつを 3 枚のペトリ皿に入れ、これに 50 °C に保った糖化菌試験用カンテン培地 (2) を 20 mL ずつ加えてすばやく混和し、固化させる。更に糖化菌試験用カンテン培地 (2) を加えて重層してもよい。36 ~ 38 °C で 24 ~ 48 時間培養し、出現した集落をかぞえ、平均集落数を求める。

試料 1 g 中の生菌数

$$= \text{平均集落数} \times \text{希釈倍数} \times 5 / \text{試料採取量 (g)}$$

貯法 容器 気密容器。

培地及び希釈液 培地及び希釈液の調製にあたっては、適量の精製水に試薬を溶かし、必要ならば過した後、滅菌後の pH が各培地及び希釈液の所定の pH になるように水酸化ナトリウム溶液 (13 100), 1 mol/L 塩酸試液又は 0.5 mol/L 硫酸試液を加え、更に精製水を加えて 1000 mL とする。また、カンテンの配合量は適宜増減してもよい。なお、同一処方市の販培地を用いることができる。

希釈液

ペプトン、カゼイン製	1 g
塩化ナトリウム	5 g
精製水	1000 mL

pH 7.0 ± 0.1

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

糖化菌試験用カンテン培地 (1)

肉エキス	5 ~ 10 g
ペプトン、カゼイン製	10 g
塩化ナトリウム	1 ~ 5 g
リン酸一水素カリウム	5 g
可溶性デンプン	10 g
カンテン	15 g
精製水	1000 mL

pH 7.0 ± 0.1

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

糖化菌試験用カンテン培地 (2)

肉エキス	5 ~ 10 g
ペプトン、カゼイン製	10 g
塩化ナトリウム	1 ~ 5 g
カンテン	15 g
精製水	1000 mL

pH 7.0 ± 0.1

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

グラム染色法 次の 2 つの方法のいずれか適当な方法を用いる。

(1) HUCKER の変法

スライドガラス上に塗抹し、固定した試料に HUCKER の染色液 2 滴を加え、30 ~ 60 秒間放置して染色した後、スライドガラスを軽く振って液をきる。次にルゴール液をじゅうぶんに加え、60 秒間放置した後、ろ紙で水を吸収する。軽く動かしながら、脱色液として無水エタノール又はエタノール/アセトン混液(7:3)を用いて洗液がほぼ無色になるまで脱色する。水洗し、ろ紙で水を吸収する。これにサフラニン液 2 滴を加え、60 秒間放置し、後染色(対比染色)した後、水洗し、乾燥する。

HUCKER の染色液 (A 液) 塩化メチルロザニリン 0.3 g をエタノール 20 mL に溶かす。(B 液) シュウ酸アンモニウム 0.8 g を水 80 mL に溶かす。

A 液及び B 液を混和し、一夜放置した後、ろ過する。遮光した容器に貯え、保存する。

ルゴール液 ヨウ素 1 g 及びヨウ化カリウム 2 g を乳鉢で混和し、これに水 300 mL を少量ずつかき混ぜながら加えて溶かす。

サフラニン液 サフラニンの無水エタノール液(1/40) 10 mL に水 40 ~ 90 mL を加える。

(2) Lillie の変法

スライドガラス上に塗抹し、固定した試料に Lillie の染色液 2 滴を加え、30 秒間放置して染色した後、スライドガラスを軽く振って液をきる。次にルゴール・ヨウ素液で数回洗った後、ルゴール・ヨウ素液 3 滴を加え、30 秒間放置する。アセトン・ヨウ素液でじゅうぶん洗い流した後、アセトン・ヨウ素液 3 滴を加え、30 秒間放置する。次いで水洗し、ろ紙で水を吸収する。これに弱石炭酸フクシン液 2 滴を加え、30 秒間放置し、後染色(対比染色)した後、水洗し、乾燥する。

Lillie の染色液 (A 液) 塩化メチルロザニリン 10 g をエタノール 100 mL に溶かす。(B 液) シュウ酸アンモニウム水溶液(1/100)。

用時、A 液 20 mL 及び B 液 80 mL を混和して用いる。

ルゴール・ヨウ素液 ヨウ素 5 g 及びヨウ化カリウム 10 g を乳鉢で混和し、水に溶かし、100 mL とする。用時、水で 5 倍に希釈して用いる。

アセトン・ヨウ素液 ヨウ素 10 g 及びヨウ化カリウム 6 g を乳鉢で混和し、水 10 mL に溶かし、90 % エタノールを加えて 100 mL とする。この液 3.5 mL を量り、アセトンを加えて 100 mL とする。

弱石炭酸フクシン液 (A 液) 塩基性フクシン 10 g をエタノール 100 mL に溶かし、37 °C で一夜放置する。(B 液) フェノール 5 g を水 100 mL に溶かす。

用時、A 液 10 mL を B 液 100 mL に加え、更に水で 10 ~ 20 倍に希釈して用いる。

芽胞染色法

WIRTZ の法 (SCHAEFFER FULTON の変法)

スライドガラス上に塗抹し、固定した試料にマラカイトグリーン溶液(1/20)で 1 ~ 3 分間、加温又は加熱して染色した後、約 30 秒間水洗し、乾燥する。乾燥した塗抹面にサフラニン溶液(1/200) 1 ~ 3 滴を加え、15 ~ 30 秒間染色した後、水洗し、乾燥する。

006800

銅クロロフィリンナトリウム

Sodium Copper Chlorophyllin

本品はクロロフィルより得たクロロフィリンを銅置換し、ナトリウム塩にしたものである。

性状 本品は青黒色~緑黒色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1/100)の pH は 9.5 ~ 11.0 である。本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1.0 g に硫酸少量を加えて潤し、徐々に加熱してなるべく低温でほとんど灰化する。冷後、少量の硫酸で潤して徐々に加熱し、白煙が生じなくなった後、450 ~ 550 °C で強熱し、残留物を完全に灰化する。冷後、希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、必要ならばろ過し、水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL にジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1/1000) 0.5 mL を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 吸光度の項で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 403 ~ 407 nm 及び 627 ~ 633 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 3.2 ~ 4.0 である。

(3) (1) の試料溶液につき、炎色反応試験(1)を行うとき、初め緑色、次いで黄色を呈する。

吸光度 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、pH 7.5 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、ゆるやかに転倒混和し、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、できるだけ速やかに波長 405 nm 付近の吸収の極大波長における吸光度を測定し、換算した乾燥物の $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ を算出するとき、508 ~ 650 である。

純度試験

(1) 遊離銅イオン 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、直ちに薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び銅標準液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液(4:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 105 °C で 10 分間乾燥する。これにジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液(1/1000)を均等に噴霧するとき、標準液から得たスポットに対応する位置に生じる試料溶液のスポットは、標準液のスポットより濃くない。

(2) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(4 ppm 以下)。

(3) 塩基性タール色素 本品の水溶液(1/200) 5 mL に水酸化ナトリウム溶液(1/50) 1 mL 及びエーテル 50 mL を加えて振り混ぜる。エーテル層をとり、水酸化ナトリウム溶液(1/50) 15 mL ずつで 2 回洗った後、エーテル層に薄めた氷酢酸(1/10) 5 mL を加えて振り混ぜる。

とき、水層は無色である。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

貯法 容器 気密容器。

107339

凍結乾燥豚皮

Lyophilized Porcine Skin

本品は健康な豚の背部及び側背部の皮を凍結乾燥して得たものである。

性状 本品は白色～淡黄色又は灰白色～暗灰色で、全面が同一色又は斑状の厚さ 0.1 ~ 0.5 mm の乾燥皮で、毛穴を有し、表皮側には銀面模様を認め、毛を有しない。

本品はわずかに特異なおいがある。

確認試験

(1) 本品は表皮側から真皮側にぬけた穴を容易に認め、また、表皮側をルーペ視するとき、起伏の大きい銀面模様を認める。

(2) 本品 0.01 g に薄めた硝酸 (1 : 2) 1 mL を加えるとき、本品は黄色を呈する。これを穏やかに加熱して溶かすとき、液は黄色を呈し、冷後、強アンモニア水 1 mL を加えるとき、だいたい黄色に変わる。

(3) 本品 0.01 g を穏やかに加熱するとき、たん白質特有の燃焼臭を発する。

純度試験

(1) におい 本品は不快な又は変敗したにおいが無い。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品 0.025 g をとり、希硫酸化ナトリウム試液 5 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させる。次に水 2 mL で 2 回フラスコ内を洗浄する。吸収液及び洗液を合わせ、15 mL の共栓遠心沈殿管に移し、水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にヨウ素標準液 5 mL を 15 mL の共栓遠心沈殿管にとり、水を加えて 10 mL とし、比較液とする。それぞれに 2 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とした後、亜硝酸ナトリウム試液 0.25 mL 及びクロロホルム 0.30 mL を加えてよく振り混ぜるとき、試料溶液から得たクロロホルム層の色は比較液から得たクロロホルム層の色より濃くない。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

乾燥減量 15 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 2.0 % 以下 (乾燥後, 1 g)。

溶出物試験 本品を約 1 cm² の大きさに切り、その 1.00 g を量り、生理食塩液 50 mL を正確に加え、25 °C で 24 時間浸した後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。

(1) pH 試料溶液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

(2) たん白質 試料溶液及びたん白質標準液 0.5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 0.5 mL 及びたん白質量用試液 5 mL を加える。10 分間放置した後、薄めたフォルイン試液 (1 : 2) 0.5 mL を正確に加え 30 分間放置する。別に生理食塩液 0.5 mL をとり、試料と同様に操作して得

た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及びたん白質標準液から得たそれぞれの液の波長 500 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、たん白質の量は 4.0 % 以下である。

$$\text{たん白質の量 (\%)} = \frac{A_T}{A_S}$$

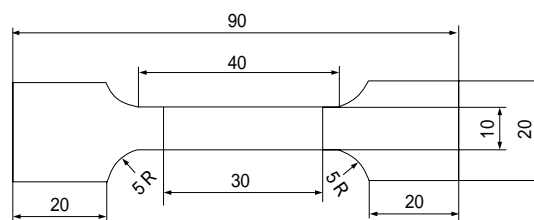
窒素 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N : 14.007) の量は 14 ~ 17 % である。

引張り強度 本品の適量を取り、下記の寸法に打ち抜いた試験片 10 枚を用意する。ただし、試験片の表面が不均一もしくはきずを認めるものは除く。試験片につき、次の試験を行うとき、これに適合する。

(1) 試験片 5 枚をとり、それぞれ一端を固定し、他の一端に静かに 400 g を加重するとき、10 分以内に切断される試験片は、1 枚以下である。

(2) 試験片 5 枚をとり、生理食塩液に 1 時間浸した後、直ちにそれぞれの一端を固定し、他の一端に静かに 100 g を加重するとき、5 分以内に切断される試験片は、1 枚以下

試験片の形状 (単位: mm)



である。

膨潤度 本品を乾燥し、その約 0.5 g (M_0) を精密に量り、生理食塩液に浸す。1 時間後これを取り出し、ろ紙で附着水を取り除き、その質量 (M) を精密に量るとき、 M/M_0 は 5 以下である。

毒性物質試験 試験液につき、生理食塩液を対照とし、次の条件で試験を行うとき、これに適合する。

試験液の調製 本品を約 1 cm² の大きさに切り、その 3.0 g を量り、生理食塩液 30 mL を正確に加え、37 °C で 24 時間浸した後、ろ過し、ろ液を試験液とする。なお、この操作は無菌的に行う。

(i) 試験条件

試験動物 約 5 週齢の均一系又は純系の健康な雄マウスを用いる。

操作法 試験動物は一群 5 匹とし、試験動物の体重 1 kg につき、50 mL を静脈内注射する。

(ii) 判定 注射後 5 日間観察するとき、異常又は死亡を認めない。

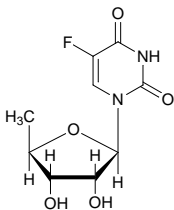
貯法 容器 密閉容器。

109001

ドキシフルリジン

Doxifluridine

5 デオキシ 5 フルオロウリジン

C₉H₁₁FN₂O₅ : 246.19

本品を乾燥したものは定量するとき、ドキシフルリジン (C₉H₁₁FN₂O₅) 98.5 % 以上を含み、また、フッ素 (F : 19.00) 7.3 ~ 8.1 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：約 191 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 250) 5 mL に臭素試液 0.2 mL を加えるとき、試液の色は消える。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3340 cm⁻¹, 3050 cm⁻¹, 1716 cm⁻¹, 1123 cm⁻¹, 1089 cm⁻¹, 1059 cm⁻¹ 及び 1040 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +160 ~ +174 ° (乾燥後, 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.2 ~ 5.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.2 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 10.0 mL に溶かす。この液 5.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、更に水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 1.0 mL を 20 mL のメスフラスコにとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL を加え、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法に

より試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度より大きくない (0.012 % 以下)。

(3) 塩化物 本品 0.30 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.035 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、ジメチルホルムアミド 5.0 mL を加えて溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、メタノール 2.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/氷酢酸/水混液 (17 : 2 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下で、いずれのスポットも標準溶液から得られるスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金のつぼ)。

定量法

(1) ドキシフルリジン 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (指示薬：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL = 24.619 mg C₉H₁₁FN₂O₅。

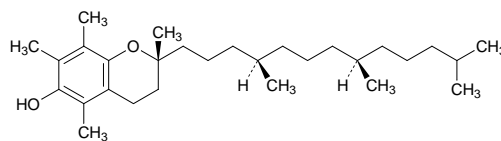
(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

531006

d α トコフェロール

d α Tocopherol

C₂₉H₅₀O₂ : 430.71

本品は定量するとき、d α トコフェロール (C₂₉H₅₀O₂) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄色 ~ 赤褐色澄明の粘性の液で、においはない

か、又はわずかに特異なおいがある。

本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

本品は空気及び光によって酸化されて、暗赤色となる。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をエタノール(99.5) 10 mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、75 ℃ で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいたい色を呈する。

(2) 本品及びトコフェロール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (292 nm): 71.0 ~ 77.0 (0.01 g, エタノール(99.5), 200 mL)。

屈折率 n_D^{20} : 1.504 ~ 1.508

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +24° 以上 本品約 0.2 g を精密に量り、ジエチルエーテル 100 mL に溶かす。この液を分液漏斗にとり、ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウムを 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液に溶かした液(1 10) 40 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を除く。ジエチルエーテル層を水 50 mL ずつで 4 回洗った後、三角フラスコに移す。分液漏斗はジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、三角フラスコに合わせる。ジエチルエーテル層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、傾斜してジエチルエーテル抽出液をナスフラスコに移す。残った硫酸ナトリウムはジエチルエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をナスフラスコに合わせ、約 40 ℃ の水浴中でロータリーエバポレーターを用いて、減圧下、液量が 7 ~ 8 mL になるまで濃縮する。その後、熱を加えずに減圧下、溶媒を留去し、残留物に直ちにイソオクタン 10 mL を正確に加えて溶かす。この液につき、旋光度測定法により試験を行い、層長 100 mm で測定する。

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{1000 \times \alpha}{W \times P}$$

α : 偏向面を回転した角度(°)

W: 試料の採取量(g)

P: 試料中の $d\alpha$ トコフェロールの含量(%)

比重 d_4^{20} : 0.947 ~ 0.955

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

定量法 本品及びトコフェロール標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール(99.5)に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液の $d\alpha$ トコフェロール及び標準溶液のトコフェロールのピーク高さ H_1 及び H_5 を測定する。

$$d\alpha \text{ トコフェロール (C}_{23}\text{H}_{50}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ = \text{トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{H_1}{H_5}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 292 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 ℃ 付近の一定温度

移動相: 薄めたメタノール(49 50)

流量: トコフェロールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品及び酢酸トコフェロール 0.05 g ずつをエタノール(99.5) 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、酢酸トコフェロールの順に溶出し、その分離度が 2.6 以上のものを用いる。

試験の再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

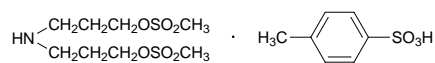
保存条件 遮光して、空気を窒素で置換して保存する。

容器 気密容器。

103043

トシル酸インプロスルファン

Improsulfan Tosilate



$\text{C}_8\text{H}_{19}\text{NO}_6\text{S}_2 \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S}$: 461.57

本品を乾燥したものは定量するとき、トシル酸インプロスルファン($\text{C}_8\text{H}_{19}\text{NO}_6\text{S}_2 \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{S}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、無水酢酸又はエタノールにやや溶けにくく、クロロホルムに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 113 ~ 118 ℃

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 1 mL を加えて溶かし、アセトアルデヒド溶液(1 20) 0.2 mL, ニトロプルシドナトリウム試液 0.1 mL 及び炭酸ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、クロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、水酸化ナトリウム試液 10 mL で洗った後、水浴上でクロロホルムを留去し、残留物に炭酸ナトリウム 0.2 g を加えてよくかき混ぜた後、強熱する。冷後、水 5 mL を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過する。ろ液に希塩酸を加えて酸性とした後、塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1 10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 257 nm, 259 ~ 263 nm 及び 265 ~ 269 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 0.10 g に新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 3.5 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 5.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.025 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 50 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

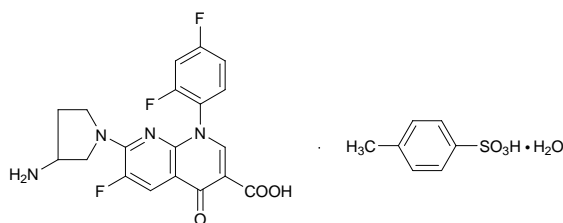


貯法 容器 気密容器。

109509

トシル酸トスフロキサシン

Tosufloxacin Tosilate



$\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{F}_3\text{N}_4\text{O}_3 \cdot \text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 594.56

本品を乾燥したものは定量するとき、トシル酸トスフロキサシン ($\text{C}_{19}\text{H}_{15}\text{F}_3\text{N}_4\text{O}_3 \cdot \text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{S}$: 576.54) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N* ジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

融点 : 約 254 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品は紫外線を照射するとき、淡青白色の蛍光を発する。

(2) 本品をメタノール/1 mol/L 水酸化ナトリウム試液混液 (49 : 1) に溶かした溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm, 341 ~ 345 nm 及び 356 ~ 360 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1734 cm^{-1} , 1633 cm^{-1} , 1504 cm^{-1} , 1447 cm^{-1} , 1180 cm^{-1} , 1036 cm^{-1} 及び 808 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を *N,N* ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び *N,N* ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL に希硝酸 6 mL 及び *N,N* ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.007 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

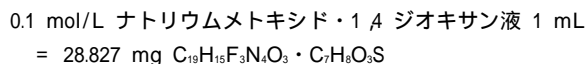
(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、硝酸マグネシウムのエタノール (95) 溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、750 ~ 850 ℃ で強熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.020 g をメタノール 4 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 4 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトニトリル/クロロホルム/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (5 : 4 : 3 : 3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たトスフロキサシン (R_f 値約 0.4) 以外の蛍光スポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、*p*-トルエンスルホン酸 (R_f 値約 0.5) のスポット以外に吸収スポットを認めない。

乾燥減量 2.5 ~ 3.5 % (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (0.2 g, 白金つぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1.4 ジオキサン液で滴定する (指示薬 : チモールフタレン試液 2 滴)。別に、*N,N* ジメチルホルムアミド 50 mL に 1.4 ジオキサン/メタノール混液 (17 : 3) 17 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

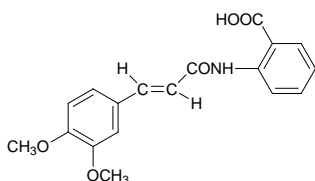


貯法 容器 気密容器。

108426

トラニラスト

Tranilast



C₁₈H₁₇NO₅ : 327.33

本品を乾燥したものは定量するとき、トラニラスト (C₁₈H₁₇NO₅) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、ジオキサンにやや溶けやすく、無水エタノールに溶けにくく、エーテルにきわめて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g に炭酸カリウム溶液 (1 : 150) 3 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は直ちに消える。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 334 ~ 336 nm に吸収の極大を示し、264 ~ 266 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1691 cm⁻¹, 1655 cm⁻¹, 1514 cm⁻¹, 1260 cm⁻¹ 及び 763 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 207 ~ 210 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.5 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.006 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g を無水エタノール/ジオキサン混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、無水エタノール/ジオキサン混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノール/ジオキサン混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ギ酸エチル/メタノール/ギ酸混液 (24 : 6 : 1 : 1) を展開溶媒

として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(5) クロロホルム 内標準溶液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし、溶解液とする。本品約 1 g を精密に量り、溶解液 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別にジメチルホルムアミド約 10 mL を入れた 100 mL のメスフラスコを用い、エタノール不含クロロホルム約 3 g を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更にジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 µL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクロロホルムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、クロロホルムの量は 0.015 % 以下である。

クロロホルム量 (%)

$$= \frac{\text{エタノール不含クロロホルムの量 (g)}}{\text{試料の採取量 (g)}} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{20}$$

内標準溶液: トリクロロエチレンのジメチルホルムアミド溶液 (1 : 50)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1 m のガラス管に粒径 150 ~ 180 µm のガスクロマトグラフ用多孔性スチレンジニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度: 160 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: クロロホルムの保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 µL につき、上記の条件で操作するとき、クロロホルム、内標準物質の順に流出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 1 µL から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ~ 80 % になるように調整する。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 25 mL に溶かし、更に水 25 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の淡赤色が 30 秒間持続するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.733 \text{ mg C}_{18}\text{H}_{17}\text{NO}_5$$

貯法

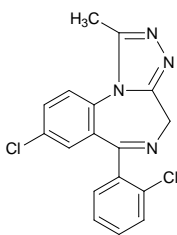
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108503

トリアゾラム

Triazolam

C₁₇H₁₂Cl₂N₄ : 343.21

本品を乾燥したものは定量するとき、トリアゾラム (C₁₇H₁₂Cl₂N₄) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、アセトン、酢酸エチル又はエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を硫酸試液 1.5 mL に溶かし、5 分間放置する。次いで、ピリジン 1 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水浴上で 5 分間加温するとき、液は濃青色 ~ 濃青紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 150000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 220 ~ 224 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びトリアゾラム標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色 ~ 青緑色を呈する。

融点 239 ~ 243 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/メタノール/酢酸エチル混液 (5 : 3 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶

液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びトリアゾラム標準品を乾燥し、それぞれ約 0.05 g を精密に量り、それぞれに内標準溶液を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリアゾラムのピーク面積比 Q_T 及び Q_S を求める。

トリアゾラム (C₁₇H₁₂Cl₂N₄) の量 (mg)

$$= \text{トリアゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 n 酪酸コレステロールのクロロホルム溶液 (1 : 1000)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ 1 ~ 1.5 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 270 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: トリアゾラムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

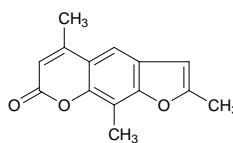
カラムの選定: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、トリアゾラム、内標準物質の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

006803

トリオキシサレン

Trioxysalen

C₁₄H₁₂O₃ : 228.24

本品を乾燥したものは定量するとき、トリオキシサレン (C₁₄H₁₂O₃) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムにやや溶けにくく、1,2-ジクロロエタンに溶けにくく、アセトン又は酢酸エチルに極めて溶けにくく、水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に、ピクリン酸のエタノール溶液 (1 : 100) 及び水酸化ナトリウム試液の等量混合液 1 mL を加え加温するとき、液は徐々にだいたい赤色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 252 nm, 290 ~ 296 nm 及び 336 ~ 341 nm に吸収の極大を示す。

融点 231 ~ 234 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g にクロロホルム 25 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 3.0 g に水 75 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液に水を加えて 75 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 25 mL に、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.60 mL を加える (0.029 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。
- (6) 類縁物質 本品 5.0 mg をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液中のトリオキシサレンのピーク面積及び類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定するとき、類縁物質のピーク面積の和は、トリオキシサレンのピーク面積と類縁物質のピーク面積を加えた総ピーク面積の 1.5 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：251 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 20 cm のステンレス管に充てん剤としてオクタデシルシリル化した 7 μ m のシリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール 80 mL に水 20 mL を加える。

流量：トリオキシサレンの保持時間が約 5 分になるよう調整する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 6 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、1,2 ジクロルエタンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この 5 mL を正確に量り、1,2 ジクロルエタンを加えて、正確に 250 mL とする。更に、その 10 mL を正確に量り、1,2 ジクロルエタンを加えて正確に 50 mL とし、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 251 nm 付近の吸収の極大波長における吸光度 A を測定する。

トリオキシサレン ($C_{14}H_{12}O_3$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{1387.4} \times 250000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

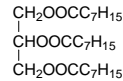
容器 気密容器。

107427

トリカプリリン

Tricaprilin

トリカプリル酸グリセリン

 $C_{27}H_{50}O_6$: 470.68

本品は定量するとき、トリカプリリン ($C_{27}H_{50}O_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の澄明な液で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はエタノール、エーテル、クロロホルム又は石油エーテルと混和する。

確認試験

(1) 本品 1 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 5 mL を加え、水浴中で還流冷却器を付けて 30 分間加熱する。冷後、希硫酸を加えて酸性とするとき、カプリル酸の特異なにおいを発する。

(2) 本品 1 mL に硫酸水素カリウム 1 g を加えてほとんど炭化するまで加熱するとき、アクロレインの刺激臭を発する。

屈折率 n_D^{20} : 1.440 ~ 1.455比重 d_4^{20} : 0.945 ~ 0.960

酸価 0.2 以下。

水酸基価 10 以下 (4 g)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g にエタノールを加えて溶かし、50 mL とし、硝酸銀のエタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加えるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない (0.004 % 以下)。

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL にエタノールを加えて 50 mL とし、硝酸銀のエタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加える。

(2) 重金属 本品 2.0 g にエタノールを加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 4.0 g をとり、希硫酸 10 mL 及びエーテル 20 mL を加え、30 分間激しく振り混ぜた後、放置して水層を分取する。この液 5 mL を検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 亜鉛 本品 1.0 g をとり、強熱残分試験法によって操作して得た残留物に薄めた塩酸 (1 : 2) 10 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、フェロシアン化カリウム試液 0.1 mL を加えるとき、液は直ちに混濁を生じない。

水分 0.3 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 本品約 1 g を質量既知のつぼに入れ、その質量を精密に量り、弱火で加熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸 1 ~ 2 滴で潤し、恒量になるまで注意して強熱するとき、その残分は 0.10 %

以下である。

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、フラスコに入れ、中和エタノール 10 mL を加えて溶かし、正確に 0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 25 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 1 時間穏やかに煮沸する。冷後、フェノールフタレイン試液 1 mL を加え、過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL

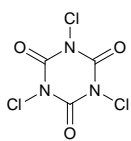
= 78.45 mg $C_{27}H_{50}O_6$

貯法 容器 気密容器。

107434

トリクロロイソシアヌール酸

Trichloroisocyanuric Acid



$C_3Cl_3N_3O_3$: 232.41

本品は定量するとき、有効塩素 (Cl : 35.45) 88.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末又は粉末で、強い塩素臭のにおいがある。

本品は水にやや溶けにくく、アセトンに溶けやすい。

本品は吸湿すると徐々に分解する。

融点 : 225 ~ 230 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にヨウ化カリウム試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は黄色～黄褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g をとり、*n* ブチルアミン 1 mL 及び硫酸銅試液 3 滴を加えるとき、赤紫色の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 2.6 ~ 3.0 である。

定量法 本品約 0.08 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かす。これにヨウ化カリウム試液 50 mL 及び希塩酸 10 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬 : デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL = 3.5453 mg Cl

貯法

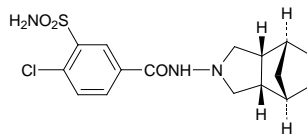
保存条件 なるべく乾燥した冷所に保存する。

容器 密閉容器。

109510

トリパミド

Tripamide



$C_{16}H_{20}ClN_3O_3S$: 369.87

本品を乾燥したものは定量するとき、トリパミド ($C_{16}H_{20}ClN_3O_3S$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はギ酸又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点 : 約 255 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 3 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3300 cm^{-1} 、 2950 cm^{-1} 、 1653 cm^{-1} 、 1338 cm^{-1} 及び 1161 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、希硝酸を加えて中和した後、ガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過する。ろ液に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、希硝酸を加えて中和した後、更に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g にアセトン 5 mL を加え、必要ならば加熱して溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエーテル/ジオキサン/強アンモニア水/メタノール混液 (5 : 5 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃

くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

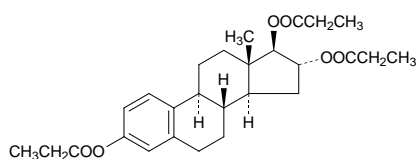
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.987 mg C₁₆H₂₂ClN₃O₅S

貯法 容器 密閉容器。

102210

トリプロピオン酸エストリオール

Estriol Tripropionate



C₂₇H₃₆O₆: 456.57

本品を乾燥したものは定量するとき、トリプロピオン酸エストリオール (C₂₇H₃₆O₆) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトン、エーテル又はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、ゴマ油にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、炭酸カリウム溶液 (1 : 5) 0.5 mL を加え、還流冷却器を付け、2 時間煮沸した後、水 30 mL を加え、穏やかに加熱して蒸発乾固する。これに水 15 mL を加え、5 ~ 10 °C で 1 時間放置した後、ろ過し、沈殿を洗液が中性になるまで冷水で洗い、80 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 278 ~ 282 °C である。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、プロピオン酸エチルのにおいを発する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266 ~ 270 nm 及び 274 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品及びトリプロピオン酸エストリオール標準品を乾燥し、その 2 mg をとり、それぞれ赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとトリプロピオン酸エストリオール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: -12 ~ -18° (乾燥後, 0.3 g, クロロホルム 30 mL, 100 mm)。

融点 99 ~ 103 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.15 g に中和エタノール 10 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧して加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びトリプロピオン酸エストリオール標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれにエタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 268 nm 付近における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

トリプロピオン酸エストリオール (C₂₇H₃₆O₆) の量 (mg)

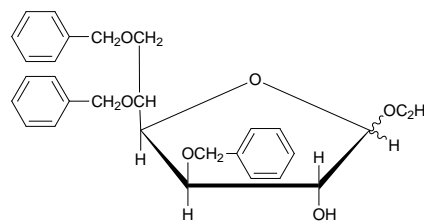
$$= \text{トリプロピオン酸エストリオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

107423

トリベノシド

Tribenoside



C₂₉H₃₄O₆: 478.58

本品は α 体と β 体の混合物であり、定量するとき、換算した脱水物に対し、トリベノシド (C₂₉H₃₄O₆) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～淡黄色の粘稠性のある液で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はメタノール、氷酢酸、エタノール、アセトン、酢酸エチル、エーテル又はクロロホルムと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (3 : 1000) 1 mL にフロログルシン・塩酸試液 2 mL を加え、水浴中で 2 分間加熱す

るとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液(3 10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長250 ~ 254 nm, 256 ~ 260 nm 及び 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3440 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1452 cm^{-1} , 1205 cm^{-1} , 735 cm^{-1} 及び 695 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

屈折率 n_D^{20} : 1.549 ~ 1.552

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -27 ~ -35°(脱水物換算, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に無水エタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g にクロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル混液(17:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射して観察した後、メタノール/硫酸混液(1:1)を均等に噴霧し、120 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間乾燥し、再び観察する。いずれの観察法によっても、試料溶液から得た α 体及び β 体以外のスポットを認めない。

水分 0.5 % 以下(5 g)。ただし、溶媒はクロロホルム/カーリフィシャー用メタノール混液(4:1)を用いる。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。ただし、硫酸は炭化した後、加える。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、氷酢酸を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL を正確に量り、500 mL の共栓三角フラスコに入れ、リン酸 0.10 mL 及び水 25 mL を加え、よく振り混ぜた後、ゆるく栓をし、70 $^{\circ}\text{C}$ の水浴中で 1 時間ごとに振り混ぜながら 6 時間加温する。冷後、過ヨウ素酸試液 50 mL を正確に加え、50 $^{\circ}\text{C}$ の水浴中で 30 分間加温した後、直ちに水冷し、冷後、かき混ぜながら氷酢酸 100 mL 及びヨウ化カリウム溶液(1 5) 20 mL を加えた後、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 150 mL を正確に加え、更に 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 2 mL)。別に試料溶液 25 mL を正確に量り、500 mL の共栓三角フラスコに入れ、水 25 mL 及び過ヨウ素酸試液 50 mL を正確に加え、常温で 3 分間放置した後、かき混ぜながら氷酢酸 100 mL 及びヨウ化カリウム溶液(1 5) 20 mL を加え、以下同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL

= 23.929 mg $\text{C}_{25}\text{H}_{42}\text{Cl}_5\text{NO}$

貯法

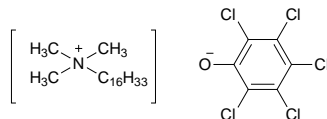
保存条件 遮光して、空気を窒素(日局)で置換する。

容器 気密容器。

107467

トリメチルセチルアンモニウム ペンタクロロフェネート

Trimethylcetylammmonium Pentachlorophenate



$\text{C}_{25}\text{H}_{42}\text{Cl}_5\text{NO}$: 549.87

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、トリメチルセチルアンモニウムペンタクロロフェネート($\text{C}_{25}\text{H}_{42}\text{Cl}_5\text{NO}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はエタノール又はイソプロパノールに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、希エタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 74 ~ 78 $^{\circ}\text{C}$

確認試験

(1) 本品の希エタノール溶液(1 100) 10 mL にフェリシアン化カリウム溶液(1 100) 2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の希エタノール溶液(1 100) 5 mL に硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を滴加するとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を薄めたエタノール(7 10) 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.20 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(3) 塩化物 本品 1.5 g をとり、水 30 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後ろ過する。ろ液 20 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.014 % 以下)。

水分 5.0 % 以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、イソプロパノール 25 mL 及び金属ナトリウムの細片 2.8 g を加えて穏やかに振り混ぜ、環流冷却器を付けて 1 時間煮沸する。残存する金属ナトリウムは、薄めたイソプロパノール(1 2) 10 mL を冷却器を通して滴加し、10 分間煮沸し溶解する。冷後、水 30 mL を加えて生じた沈殿を溶かし、フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴を加え、薄めた硝酸(1 2) で中和し、更に薄めた硝酸(1 2) 5 mL を加える。冷後、正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 25 mL 及びニトロベンゼン 5 mL を加えて 1 ~ 2 分間振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する(指示薬: 硫酸第二鉄アンモニウム試液 5 mL)。同様の方法で空試験

を行う。

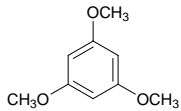
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 10.997 mg $C_{25}H_{42}Cl_5NO$

貯 法 容 器 密閉容器。

100039

1,3,5 トリメトキシベンゼン

1,3,5 Trimethoxybenzene



$C_9H_{12}O_3$: 168.19

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、1,3,5 トリメトキシベンゼン ($C_9H_{12}O_3$) 99.0 ~ 102.0 % を含む。

性 状 本品は白色～類黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はエーテル、クロロホルム又は氷酢酸に溶けやすく、無水エタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液(1 : 1000) 2 mL をとり、薄めた硫酸(1 : 2) 1 mL を加え、70 ℃ で 20 分間加温した後放冷し、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 2 mL を加えて 60 ~ 70 ℃ で 5 分間加温するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液(1 : 6000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 268 nm に吸収の極大を、249 ~ 253 nm に吸収の極小を示す。

融 点 50 ~ 53 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に無水エタノール 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g にあらかじめメチルレッド試液を用いて中和したエタノール 100 mL を加えて溶かした後、メチルレッド試液を滴加するとき、液は赤色である。

またこの液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を追加するとき、液は黄色を呈する。

(3) 塩化物 本品 0.10 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、これに希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にエタノール 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.089 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 0.10 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、これに希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL にエタノール 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.240 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.20 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う(10 ppm

以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸エチル/氷酢酸混液(5 : 4 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、単一のスポットを認める。

水 分 1.0 % 以下(0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定 量 法 本品約 0.1 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量りエタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に 1,3,5 トリメトキシベンゼン標準品約 0.1 g を精密に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 266 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。1,3,5 トリメトキシベンゼン ($C_9H_{12}O_3$) の量 (mg)

$$= 1,3,5 \text{ トリメトキシベンゼン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

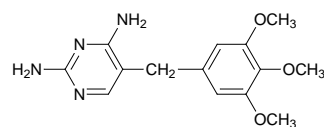
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

107465

トリメトプリム

Trimethoprim



$C_{14}H_{18}N_4O_3$: 290.32

本品を乾燥したものは定量するとき、トリメトプリム ($C_{14}H_{18}N_4O_3$) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール、希酢酸又はクロロホルムにやや溶けにくく、エタノール又はアセトンに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg に発煙硝酸 1 滴を加えるとき、赤紫色を呈し、水浴中で加熱するとき、黄色に変わる。

(2) 本品 0.5 g に水 100 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 1 mL をとり、これに pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 1 mL を加え、更にリンタングステン酸試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g にエタノール 50 mL を加えて溶かし、この液 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加え、100 mL とする。この液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波

長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示し、256 ~ 260 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のベースト法により測定するとき、波数 3471 cm^{-1} 、 3319 cm^{-1} 、 3115 cm^{-1} 、 1640 cm^{-1} 、 1597 cm^{-1} 、 1565 cm^{-1} 、 1507 cm^{-1} 及び 1129 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品 0.20 g に、新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、pH を測定するとき、7.5 ~ 9.0 である。

融点 199 ~ 203 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 3.0 g に水 75 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には、0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 $5\text{ }\mu\text{L}$ を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (45 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、暗紫色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

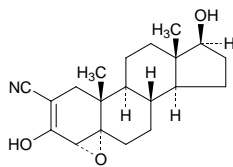
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.032 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NO}_3$

貯法 容器 気密容器。

108857

トリロスタン

Trilostane



$\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NO}_3$: 329.43

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、トリロスタン ($\text{C}_{20}\text{H}_{27}\text{NO}_3$) 98.5 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシド又はピリジンに溶けやすく、ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、ギ酸、メタノール又はエタノールに溶けにくく、クロロホルム又はエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 260 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル法の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3420 cm^{-1} 、 2200 cm^{-1} 、 1664 cm^{-1} 、 1321 cm^{-1} 、 1207 cm^{-1} 、 1065 cm^{-1} 及び 866 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (280 nm) : 285 ~ 305 (脱水物に換算したものの 0.02 g, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液, 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +137 ~ +145° (脱水物に換算したものの 0.2 g, ピリジン, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) ジメチルホルムアミド 本品約 0.1 g を精密に量り、ジメチルスルホキシド 1 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にジメチルホルムアミド約 1 g を精密に量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $2\text{ }\mu\text{L}$ につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液のピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、本品中のジメチルホルムアミドの含量は 1.2 % 以下である。

本品中のジメチルホルムアミドの量 (%)
= ジメチルホルムアミドの秤取量 (mg)

$$\times \frac{1}{W} \times \frac{A_T}{A_S} \times 110$$

W : 試料の採取量 (mg)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 4 mm、長さ約 1.2 m のガラス管に 100 ~ 120 μm のガスクロマトグラフ用多孔性スチレンジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度：140 °C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：220 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ジメチルホルムアミドの保持時間が約 17 分となるように調整する。

カラムの選定：ジメチルホルムアミド 1 g にジメチルスルホキシドを加えて 100 mL とする。その液 $2\text{ }\mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、ジメチルホルムアミド

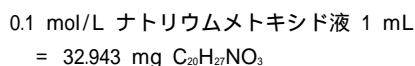
ド、ジメチルスルホキシドの順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール/クロロホルム/ギ酸混液 (9:9:2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム/ギ酸混液 (9:9:2) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液 (8:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1:5) を噴霧し、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得た主スポットより濃くない。

水分 0.5 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 25 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。ただし、滴定の終点は液の黄色が青緑色を経て青色に変わるときとする。

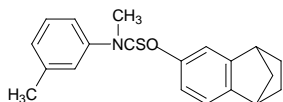


貯法 容器 気密容器。

108540

トルシクラート

Tolcilate



$\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NOS}$: 323.45

本品を乾燥したものは定量するとき、トルシクラート ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NOS}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトン又はエーテルに溶けやすく、メタノール、エタノール又はヘキサンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1:100) 0.5 mL にアジ化ナトリウム・ヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき、泡を発生する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1:100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びトルシクラート標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 93 ~ 97 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルムを展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾し、ヨウ素蒸気を飽和した気密容器中に 30 分間放置して観察する。試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びトルシクラート標準品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

トルシクラート ($\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{NOS}$) の量 (mg)

$$= \text{トルシクラート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

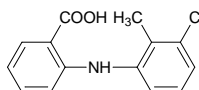
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

108542

トルフェナム酸

Tolfenamic Acid



$\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$: 261.70

本品を乾燥したものは定量するとき、トルフェナム酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{ClNO}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、エタノール、酢酸エチル、又はエーテルにやや溶けにくく、メタノール、水酢酸又はクロロホルムに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 209 ~ 212 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加えて加温して溶かし、冷後、*p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液 (1:1000) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液

1 mL を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい赤色を呈する。
(2) 本品 3 mg に硫酸 1 mL を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、エタノール 20 mL を加えるとき、液は青色の蛍光を発する。

(3) 本品 0.2 g を磁製するつぼにとり、希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、弱く加熱して炭化し、更に 500 ~ 600 °C で灰化する。冷後、水 10 mL を加えて溶かした液に硝酸銀試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.01 g を塩酸のメタノール溶液 (1 : 1000) に溶かし、1000 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283 ~ 287 nm 及び 344 ~ 348 nm に吸収の極大を示し、256 ~ 260 nm 及び 312 ~ 316 nm に吸収の極小を示す。

(5) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3340 cm^{-1} 、1663 cm^{-1} 、1502 cm^{-1} 、1437 cm^{-1} 及び 1267 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、氷酢酸 2 mL 及び水を加えて 100 mL とし、振り混ぜ、生じた沈殿をろ過する。初めのろ液 10 mL を捨て、次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、この液を検液として試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、氷酢酸 0.5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩

(1) の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、この液を検液として試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、氷酢酸 0.5 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.068 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし、直ちに *n*-ブチルエーテル/ヘキサン/氷酢酸混液 (20 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(6) 2-アミノ-6-クロロトルエン 本品 0.10 g を氷酢酸に溶かし、50 mL とする。この液 20 mL につき、*p*-ジメチルアミノシナムアルデヒドのエタノール溶液 (1 : 1000) 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、次の比較液より濃くない。

比較液 : 2-アミノ-6-クロロトルエン約 0.10 g を正確に

量り、氷酢酸に溶かし、正確に 1000 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL につき以下同様に操作する (0.10 % 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし、窒素ガスを 5 分間吹き込む。更に窒素ガスを吹き込みながら、0.05 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (指示薬 : チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L テトラブチルアンモニウム

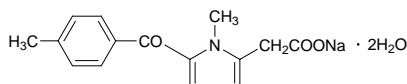
ヒドロキシド液 1 mL = 13.085 mg $\text{C}_{14}\text{H}_{21}\text{ClNO}_2$

貯法 容器 密閉容器。

107364

トルメチンナトリウム

Tolmetin Sodium



$\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NNaO}_3 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$: 315.30

本品を乾燥したものは定量するとき、トルメチンナトリウム ($\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{NNaO}_3$: 279.27) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、収れん性の塩味がある。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に黄褐色になる。

融点 : 約 288 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 100) 1 滴に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒドの塩酸溶液 (1 : 20) 1 ~ 2 滴を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 257 nm 及び 317 ~ 321 nm に吸収の極大を、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3504 cm^{-1} 、1597 cm^{-1} 、1368 cm^{-1} 、1278 cm^{-1} 、830 cm^{-1} 及び 747 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 : 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/ヘキサン/氷酢酸混液 (10 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 10.4 ~ 12.4 % (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 21.0 ~ 24.0 % (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 319 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

トルメチンナトリウム ($C_{15}H_{14}NNaO_3$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{717} \times 50000$$

貯法

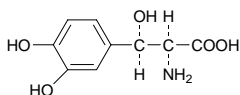
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109447

ドロキシドパ

L Threo DOPS



$C_9H_{11}NO_5$: 213.19

本品を乾燥したものは定量するとき、ドロキシドパ ($C_9H_{11}NO_5$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に溶けにくく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 1000) の pH は、4.5 ~ 6.5 である。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3440 cm^{-1} , 1661 cm^{-1} , 1407 cm^{-1} 及び 1288 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 25000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -38 ~ -43 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.4 g を希硝酸 6 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.035 g を水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のドロキシドパ以外のピークの合計面積は、標準溶液のドロキシドパのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.0 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸で pH を 2.5 に調製する。この液 500 mL にメタノール 50 mL 及びジオキサン 15 mL を加える。

流量：ドロキシドパの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びドロキシドパ異性体 0.01 g ずつを水 200 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ドロキシドパ異性体、本品の順に溶出し、その分離度が 1.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たドロキシドパのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からドロキシドパの保持時間の約 8 倍の範囲

乾燥減量 0.1 % 以下 (1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 過塩素酸 20 mL を正確に加えて溶かした後、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

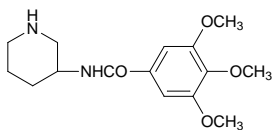
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.319 mg $C_9H_{11}NO_5$

貯法 容器 密閉容器。

108929

トロキシピド

Troxiptide

 $C_{15}H_{22}N_2O_4$: 294.35

本品を乾燥したものは定量するとき、トロキシピド ($C_{15}H_{22}N_2O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸(100)に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水に溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液(1 4)は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、50 mL とする。この液 5 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 25 mL とし、この液 4 mL に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3320 cm^{-1} 、 1628 cm^{-1} 、 1531 cm^{-1} 、 1344 cm^{-1} 及び 1132 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 177 ~ 181 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をメタノール 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にメタノール 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.009 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g にメタノール 30 mL 及び希硫酸 4 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL にメタノール 30 mL、希硫酸 4 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.008 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、硫酸 1 mL を加えて試料を潤し、ゆるくふたをし、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL を加え、白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後、500 ~ 600 °C で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならば過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は硫酸 1 mL、硝酸 2 mL 及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で

潤し、以下検液と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/酢酸エチル/水/ヘキサン/アンモニア水(28)混液(20:20:5:5:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは 3 個以下であり、かつ標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、酢酸(100) 40 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

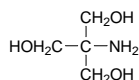
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.435 mg $C_{15}H_{22}N_2O_4$

貯法 容器 気密容器。

107480

トロメタモール

Trometamol

 $C_4H_{11}NO_3$: 121.14

本品を乾燥したものは定量するとき、トロメタモール ($C_4H_{11}NO_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 20) 5 mL に硫酸銅試液 5 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 3) 1 mL に希硫酸 3 mL を加えて氷冷し、亜硝酸ナトリウム試液を滴加するとき、泡立ち、発生するガスは無色である。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 10.3 ~ 10.7 である。

融点 168 ~ 172 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(8 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.2 g をとり、第 2 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により、試験を行う（1.6 ppm 以下）。

乾燥減量 0.5 % 以下（2 g, 105 ℃, 3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.2 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、0.5 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：コンゴレッド試液 2 滴）。ただし、滴定の終点は液の赤色が紫色に変わるときとする。

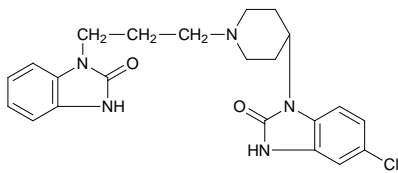
0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 60.57 mg C₂₂H₂₄ClN₃O₂

貯法 容器 気密容器。

108386

ドンペリドン

Domperidone



C₂₂H₂₄ClN₃O₂ : 425.91

本品を乾燥したものは定量するとき、ドンペリドン（C₂₂H₂₄ClN₃O₂）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、イソプロパノール又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 243 ℃（分解）。

確認試験

- （1）本品 5 mg をクエン酸・酢酸試液 3 mL に溶かし、水浴中で 5 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。
- （2）本品のイソプロパノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（9 : 1）の溶液（1 : 50000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 232 nm 及び 285 ~ 289 nm に吸収の極大を示し、280 ~ 284 nm に吸収の肩を示す。
- （3）本品につき、炎色反応試験（2）を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

- （1）重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。
- （2）類縁物質 本品 0.20 g をメタノール/クロロホルム混液（1 : 1）を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1.0 mL にメタノール/クロロホルム混液（1 : 1）を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/クロロホルム/メタノール/pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液（54 : 23 : 18 : 5）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を

風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、主スポット以外にスポットを認めないか、又は認めても 1 つで、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 ℃, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.59 mg C₂₂H₂₄ClN₃O₂

貯法

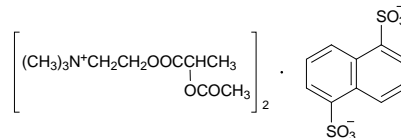
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

107782

ナバジシル酸アクラトニウム

Aclatonium Napadisilate



C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂ : 722.82

本品を乾燥したものは定量するとき、ナバジシル酸アクラトニウム（C₃₀H₄₆N₂O₁₄S₂）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液（1 : 10）は旋光性がない。

確認試験

- （1）本品の水溶液（1 : 100）1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液（1 : 10）1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜ、希塩酸 2 mL 及び希塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- （2）本品の水溶液（1 : 10）5 mL に水酸化ナトリウム 2 g を加えて加熱するとき、アミン臭を発生し、そのガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- （3）本品の水溶液（1 : 25000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm, 285 ~ 289 nm, 296 ~ 300 nm 及び 317 ~ 321 nm に吸収の極大を示す。また、本品の水溶液（1 : 200000）につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 224 ~ 228 nm に吸収の極大を示す。
- （4）本品の水溶液（1 : 10）5 mL に塩化バリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、放置するとき、白色の沈殿を生じる。

融点 188 ~ 192 ℃

純度試験

- （1）溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- （2）塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液に

は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.007 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液を調製した後、直ちに試験を行う。別に本品 0.050 g をとり、メタノール 5 mL に溶かした後、希水酸化ナトリウム試液 4 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (5:4:1) の上層液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、メタノール 25 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。栓をして速やかに冷却した後、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

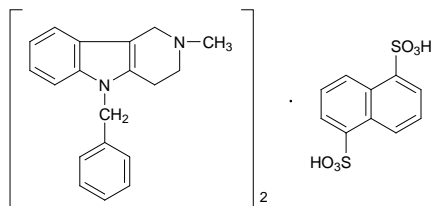
= 18.071 mg $C_{30}H_{46}N_2O_{14}S_2$

貯法 容器 気密容器。

104029

ナパジシル酸メブヒドロリン

Mebhydrolin Napadisylate



$(C_{19}H_{20}N_2)_2 \cdot C_{10}H_6O_6S_2$: 841.05

本品を乾燥したものは定量するとき、ナパジシル酸メブヒドロリン [$(C_{19}H_{20}N_2)_2 \cdot C_{10}H_6O_6S_2$] 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.3 g にアセトン 50 mL 及びアンモニア試液 2.5 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水 200 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水

で洗い、デシケーター (減圧, 五酸化リン) で 3 時間乾燥するとき、その融点は 92 ~ 96 $^{\circ}$ C である。

(2) 定量法で得たエーテル抽出の残液をとり、ろ過する。ろ液に希塩酸を加えて弱酸性とし、塩化 S ベンジルチウロニウム溶液 (1 5) 5 mL を加え、冷所に放置するとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取り、水で洗い、105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥するとき、その融点は約 250 $^{\circ}$ C (分解) である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、沸騰水浴上で 2 分間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 40 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.022 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) のろ液 40 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.42 mL を加える (0.050 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 25 mL 及び水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 70 mL、次に 30 mL ずつで 3 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ、洗液がフェノールフタレイン試液で淡赤色を呈しなくなるまで、水 10 mL ずつで洗う。次いで、洗液を合わせ、エーテル 30 mL で抽出し、エーテル層をとり、洗液がフェノールフタレイン試液で淡赤色を呈しなくなるまで水 10 mL ずつで洗う。全エーテル抽出液を合わせ、水浴上でエーテルを除去する。残留物に 0.1 mol/L 塩酸 25 mL を正確に加えて加温して溶かし、冷後、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: メチルレッド・メチレンブルー試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 42.05 mg $(C_{19}H_{20}N_2)_2 \cdot C_{10}H_6O_6S_2$

貯法

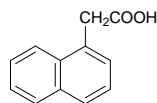
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109085

1 ナフチル酢酸

1 Naphthylacetic Acid



$C_{12}H_{10}O_2$: 186.21

本品を乾燥したものは定量するとき、1 ナフチル酢酸 ($C_{12}H_{10}O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。
本品はエタノール、アセトン、エーテル又はクロロホルムに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に希水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、塩化第二鉄試液を加えるとき、淡褐色の沈殿を生じる。
(2) 本品 0.01 g にエタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 3 mL を量り、エタノールを加えて 20 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm 及び 280 ~ 284 nm に吸収の極大を示し、波長 290 ~ 294 nm に吸収の肩を示し、波長 242 ~ 246 nm 及び 273 ~ 276 nm に吸収の極小を示す。

融点 132 ~ 133 °C

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.30 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にエタノール 20 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。
(2) 硫酸塩 本品 0.5 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にエタノール 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.096 %)。
(3) 重金属 本品 1.0 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール 30 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, シリカゲル, 2 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加えて溶かし、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: プロムチモールブルー試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 18.621 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_2$$

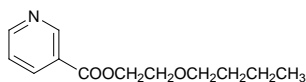
貯法 容器 気密容器。

120008

ニコチン酸ベータ ブトキシエチル

Butoxyethyl Nicotinate

ニコチン酸ベータ ブトキシエチルエステル



$\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{NO}_3$: 223.27

本品は定量するとき、ニコチン酸ベータ ブトキシエチル ($\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{NO}_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色澄明のやや粘稠性のある液で、においはない。

本品はエタノール又はエーテルと混和する。

本品は水に極めて溶けにくい。

沸点: 約 152 °C (減圧・0.67 kPa)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に 2,4-ジニトロクロロルベンゼン 0.05 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間加温して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 216 ~ 220 nm 及び 261 ~ 263 nm に吸収の極大を示し、255 ~ 260 nm 及び 266 ~ 271 nm に吸収の肩を示す。

屈折率 n_D^{20} : 1.492 ~ 1.495

比重 d_4^{20} : 1.060 ~ 1.065

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.50 g をエタノール 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/クロロホルム混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を共栓フラスコに精密に量り、1 mol/L 水酸化カリウム・ジエチレングリコール液 10 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、栓をする。70 ~ 80 °C で加熱した後、一度栓をとり、再び密栓し、油浴中 130 °C で 5 分間加熱する。冷後、栓及びフラスコの内壁を少量の水で洗い、更に水 15 mL を加え、直ちに過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

$$1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・ジエチレングリコール液 } 1 \text{ mL} \\ = 223.27 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{17}\text{NO}_3$$

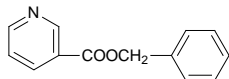
貯法 容器 気密容器。

108526

ニコチン酸ベンジルエステル

Benzyl Nicotinate

ニコチン酸ベンジル

 $C_{13}H_{11}NO_2$: 213.23

本品は定量するとき、ニコチン酸ベンジルエステル ($C_{13}H_{11}NO_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色～褐色の粘性の液で、わずかに特異なおいがある。

本品は皮膚や粘膜を強く刺激する。

本品はメタノール、エタノール、エーテル又はクロロホルムと混和し、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硫酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 3 滴に 2, 4 ジニトロクロロベンゼン 0.020 g を加え、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は赤色～暗赤色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 259 nm に吸収の肩を、波長 262 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 1727 cm^{-1} , 1590 cm^{-1} , 1282 cm^{-1} , 1111 cm^{-1} , 742 cm^{-1} 及び 702 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

屈折率 n_D^{20} : 1.568 ~ 1.570

比重 d_4^{15} : 1.169 ~ 1.179

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g を中和エタノール 10 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき、液の色は紅色である。

(3) 塩化物 本品 1.0 g をエタノール 10 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL, 希硝酸 6 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 30 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、水 50 mL を加え、過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 : フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験

を行う。

0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 106.62 mg $C_{13}H_{11}NO_2$

貯法

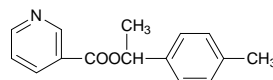
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

120031

ニコチン酸 1 (4 メチルフェニル) エチル

1 (4 Methylphenyl) ethylnicotinate

 $C_{15}H_{15}NO_2$: 241.29

本品は定量するとき、換算した脱水物に対しニコチン酸 1 (4 メチルフェニル) エチル ($C_{15}H_{15}NO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色澄明な粘稠性の液で、舌を焼くような味がある。

本品はエタノール、アセトン、ジオキサン、エーテル、クロロホルム又は酢酸と混和し、水にほとんど溶けない。

本品は 15 °C 以下で徐々に結晶となる。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 : 500) 2 mL に臭化シアン試液 1 mL 及びアニリン溶液 (1 : 40) 1 mL を加えるとき、液は黄赤色を呈する。

(2) 本品 0.03 g にエタノールを加えて溶かし 100 mL とする。この液 3 mL を量り、エタノールを加えて 20 mL とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 nm に吸収の極大を、波長 256 ~ 262 nm に吸収の肩を示し、波長 242 ~ 245 nm に吸収の極小を示す。ここに得た極大波長における吸光度を A_1 、極小波長における吸光度を A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.62 ~ 0.68 である。

屈折率 n_D^{20} : 1.550 ~ 1.562

比重 d_4^{20} : 1.080 ~ 1.140

沸点 160 ~ 162 °C (0.27 kPa)。

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g をとり、エタノール 20 mL を加え、70 °C で 5 分間加熱した後、室温まで急冷して、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は直ちに赤色を呈する。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

水分 0.5 % 以下 (2.0 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 30 mL を正確に加え、還流冷却器を付けて水浴上で約 30 分間煮沸する。冷後、水 50 mL を加え、過量の水酸化カリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬 : プロムチモールブルー試液 2 滴)。同様の方法で空試験

を行う。

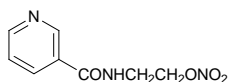
0.5 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL
= 120.64 mg $C_{15}H_{15}NO_2$

貯法 容器 気密容器。

108559

ニコランジル

Nicorandil



$C_8H_9N_3O_4$: 211.17

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ニコランジル ($C_8H_9N_3O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶で、わずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、エタノール、氷酢酸又は希エタノールに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エーテルに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 5 mg を氷酢酸 1 mL に溶かし、サルチル酸試液 0.5 mL を加えて 10 分間放置した後、氷冷しながら水 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (2 : 5) 約 10 mL を加えてアルカリ性とするとき、液はだいたい黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示し、248 ~ 253 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド 0.5 mL に溶かし、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (1H) により測定するとき、3.7 付近に四重線のシグナル A を、4.7 付近に三重線のシグナル B を示し、各シグナルの面積強度 A : B は、1 : 1 である。

融点 88.5 ~ 93.5 °C (分解)

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 2.0 g を希エタノール 20 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希エタノール 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.010 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、主ピーク以外のピークの合計面積は、総ピーク面積の 1.0 % 以内である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水/テトラヒドロフラン/トリエチルアミン/トリフルオロ酢酸混液 (982 : 10 : 5 : 3)

流量：ニコランジルの保持時間が約 18 分になるように調整する。

カラムの選定：*p* ニコランジル 10 mg を移動相に溶かし、100 mL とする。この液 1 mL をとり、試料溶液 10 mL を加えた液につき、上記の条件で操作するとき、*p* ニコランジルとニコランジルの分離度が 3.0 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L を正確に注入するとき、ニコランジルのピーク面積をカウントするように設定する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からニコランジルの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 0.1 % 以下 (2 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 21.117 mg $C_8H_9N_3O_4$

貯法

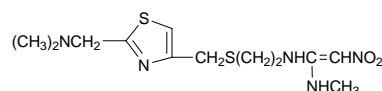
保存条件 2 ~ 8 °C で保存する。

容器 気密容器。

109512

ニザチジン

Nizatidine



$C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$: 331.46

本品を乾燥したものは定量するとき、ニザチジン

($C_{12}H_{21}N_5O_2S_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、特異なおいがある。

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

確認試験 本品及びニザチジン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとニザチジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 130 ~ 135 °C (乾燥後)。

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える。ただし、硫酸 3 mL を用いる (10 ppm 以下)。
- (2) 類縁物質 本品約 0.05 g を精密に量り、移動相 A/メタノール混液 (19:6) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にニザチジン標準品約 5 mg, 2.5 mg 及び 1.5 mg をそれぞれ精密に量り、移動相 A/メタノール混液 (19:6) に溶かし、正確に 100 mL とし、それぞれ標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) とする。試料溶液、標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニザチジン以外の個々のピーク的面積は標準溶液 (3) のニザチジンのピーク面積より大きくない (0.3 % 以下)。また、試料溶液のニザチジン以外のピークの合計面積は、標準溶液 (2) のニザチジンのピーク面積の 3 倍より大きくない (1.5 % 以下)。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：

A 酢酸アンモニウム 5.9 g を水 760 mL に溶かし、ジエチルアミン 1 mL を加えた後、酢酸 (100) で pH 7.5 に調整する。

B メタノール

A 及び B の混合比を次に示すように変えて直線的に濃度勾配制御する。

注入後からの時間 (分)	A と B の混合比 (容量)	
0	3	76 : 24
3	20	76 : 24 50 : 50
20	45	50 : 50

流量：ニザチジンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：ニザチジン標準品約 5 mg 及び側鎖二量体 0.5 mg を移動相 A/メタノール混液 (19:6) に溶かし、100 mL とした液 50 μ L につき、上記の条件で試験を行うとき、ニザチジン及び側鎖二量体の順に溶出し、その分離度は 2.0 以上であり、ニザチジンのピークのシンメトリー係数は 2.0 以下である。

検出感度：標準溶液 (1) 50 μ L から得たニザチジンのピーク高さがフルスケールの約 100 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニザチジンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (2 g, 100 $^{\circ}$ C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びニザチジン標準品を乾燥し、その約 0.015 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマ

トグラフ法により試験を行い、それぞれの液のニザチジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ニザチジン (C}_{12}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_6\text{)} \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ニザチジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム 5.9 g を水 760 mL に溶かし、ジエチルアミン 1 mL を加えた後、酢酸 (100) で pH 7.5 に調整する。この液にメタノール 240 mL を加える。

流量：ニザチジンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 1500 以上のものを用いる。

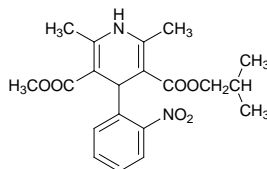
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回以上繰り返すとき、ニザチジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

109514

ニソルジピン

Nisoldipine



C₂₀H₂₄N₂O₆ : 388.41

本品を乾燥したものは定量するとき、ニソルジピン (C₂₀H₂₄N₂O₆) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はテトラヒドロフランに溶けやすく、メタノール、エタノール (99.5) 又は酢酸エチルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

本品のメタノール溶液 (1 : 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品約 0.05 g にエタノール (99.5) 5 mL を加えて溶かし、薄めた塩酸 (3 : 5) 5 mL 及び亜鉛粉末 0.5 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する。このろ液に、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 100) 5 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置し、次にアミド硫酸アンモニウム溶液 (1 : 20) 2 mL を加えてよく振り混ぜた後、N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液 (1 : 200) 2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液(1 20000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長328 ~ 332 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びニソルジピン標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 149 ~ 152 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 ニフェジピン, 1,4-ジヒドロ 2,6-ジメチル 4-(2-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジイソブチルエステル(以下ジイソブチルエステル体と略す), 2,6-ジメチル 4-(2-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸イソブチルエステル, メチルエステル(以下ニトロピリジン体と略す)及び 2,6-ジメチル 4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸イソブチルエステル, メチルエステル(以下ニトロソピリジン体と略す)

本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.050 g をとり、酢酸エチル 25 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 50 mL とする。更に、この液 2 mL, 5 mL 及び 8 mL を正確に量り、それぞれ酢酸エチルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液(1)(0.2%), (2)(0.5%) 及び(3)(0.8%)とする。試料溶液及び標準溶液(1),(2),(3)につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液(1),(2),(3)をそれぞれ 50 µL ずつ薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液(3:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得たニソルジピン(R_f 値約 0.21)のスポット以外のニフェジピン(R_f 値約 0.13), ジイソブチルエステル体(R_f 値約 0.25), ニトロピリジン体(R_f 値約 0.29) 及びニトロソピリジン体(R_f 値約 0.33)のスポットは、それぞれ標準溶液(3),(2),(1) 及び(1)から得たスポットより濃くない(それぞれ 0.8%, 0.5%, 0.2% 及び 0.2% 以下)。

乾燥減量 0.2% 以下(1 g, 105 °C, 2 時間, 遮光)。

強熱残分 0.10% 以下(1.5 g)。

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品及びニソルジピン標準品を乾燥し、その約 0.04 g ずつを精密に量り、テトラヒドロフラン 3 mL を加えて溶かし、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えた後、移動相で正確に 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するニソルジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ニソルジピン ($C_{20}H_{24}N_2O_6$) の量 (mg)

$$= \text{ニソルジピン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1 1250)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 237 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 12.5 cm のステンレス管に 5 µm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール/テトラヒドロフラン混液(9:9:2)

流量: ニソルジピンの保持時間が約 6 分となるように調整する。

カラムの選定: ニソルジピン標準品 0.040 g を量り、テトラヒドロフラン 3 mL を加えて溶かし、移動相を加えて 20 mL とする。この液 1 mL にニフェジピンのメタノール溶液(1 2000) 2 mL を加え混合した後、メタノールを加えて 20 mL とする。この液 20 µL につき、上記の条件で操作するとき、ニフェジピン、ニソルジピンの順に溶出し、その分離度が 8.5 以上のものを用いる。

貯法

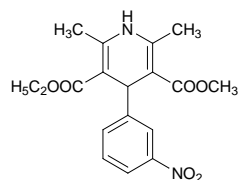
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109812

ニトレンジピン

Nitrendipine



$C_{18}H_{20}N_2O_6$: 360.36

本品を乾燥したものは定量するとき、ニトレンジピン ($C_{18}H_{20}N_2O_6$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変色する。

本品のクロロホルム溶液(1 25)は旋光性を示さない。確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール(95) 3 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン溶液(7 100) 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 3 mL を加え、水浴中で 15 分間加熱して濃縮する。冷後、エタノール(95) 6 mL, 希塩酸 4 mL 及び塩化鉄(III)試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g をエタノール(95) 50 mL に溶かす。この液 3 mL をとり、希塩酸 5 mL 及び亜鉛粉末 0.01 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1 80000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 239 nm 及び 349 ~ 355 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3300 cm^{-1} , 1700 cm^{-1} , 1648 cm^{-1} , 1532 cm^{-1} , 1351 cm^{-1} , 1215 cm^{-1} 及び 701 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 157 ~ 161 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.040 g をとり、アセトニトリル 5 mL を加えて溶かし、移動相を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のニトレンジピンに対する保持時間比約 0.8 の 1,4-ジヒドロ-2,6-ジメチル-4-(3-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル及びニトレンジピンに対する保持時間比約 1.3 の 1,4-ジヒドロ-2,6-ジメチル-4-(3-ニトロフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジエチルエステルのピーク面積は、それぞれ標準溶液のニトレンジピンのピーク面積より大きくなく、ニトレンジピン及び上記のピーク以外のピーク面積は、それぞれ標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 1/5 より大きくない。また、ニトレンジピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のニトレンジピンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液(14 : 6 : 5)

流量：ニトレンジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 10 mg 及びパラオキシ安息香酸プロピル 3 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、移動相を加えて 100 mL とする。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、ニトレンジピンの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たニトレンジピンのピークの高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニトレンジピンの保

持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、硫酸のエタノール(99.5)溶液(3 100)60 mL に溶かし、水 50 mL を加え、よくかき混ぜながら 0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液で滴定する(指示薬：1,10-フェナントロリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤だいたい色が消えるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硫酸四アンモニウムセリウム(IV)液 1 mL
= 18.018 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

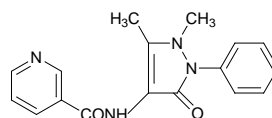
容器 気密容器。

007200

ニフェナゾン

Nifenazone

ニコチノイルアミノアンチピリン



$\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_2$: 308.33

本品を乾燥したものは定量するとき、ニフェナゾン($\text{C}_{17}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_2$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、味はわずかに苦い。

本品は水酢酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水、エタノール、*n*-ブタノール又はクロロホルムに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

融点：250 ~ 258 °C(分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 2,4-ジニトロクロロベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は赤色～暗赤色を呈する。

(2) 本品の希塩酸溶液(1 25)5 mL に塩化第二鉄試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(3) 本品の水溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.014 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 20 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて溶かし、これに水を加えて 50 mL とする。これを

検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.010 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L をとり、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (11:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加えて溶かし、更に無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

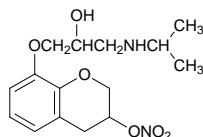
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.417 mg $C_{17}H_{18}N_2O_6$

貯法 容器 密閉容器。

109515

ニブラジロール

Nipradilol



$C_{15}H_{22}N_2O_6$: 326.34

本品を乾燥したものは定量するとき、ニブラジロール ($C_{15}H_{22}N_2O_6$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

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

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって着色する。

本品の 0.2 mol/L 塩酸試液溶液 (1 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 277 nm に吸収の極大を、波長 278 ~ 282 nm に吸収の肩を、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品及びニブラジロール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとニブラジロール標準品のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 0.5 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は色の比較液 B より濃くない。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.025 g をとり、移動相を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液のニブラジロール以外のピークの合計面積は、標準溶液のニブラジロールのピーク面積の 3 倍より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 試料溶液 1 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 20 μ L から得たニブラジロールのピーク高さがフルスケールの 70 % になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からニブラジロールの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 5 mg に 4 ニトロ塩化ベンゾイルの無水ピリジン溶液 (3 100) 1 mL を加えて室温で 30 分間放置した後、水 0.1 mL を加えて溶媒を減圧留去する。残留物にジクロロメタン 5 mL を加えて溶かし、炭酸水素ナトリウム試液 5 mL ずつで 2 回、次に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL で洗い、更に水 5 mL で洗った後、ジクロロメタン溶液に無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて振り混ぜ、試料溶液とする。試料溶液 2 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。保持時間 7 分付近に近接して現れる 2 個のピークのうち保持時間の大きい方 (ラセミ体 A) のピーク面積 A_a 及び保持時間の小さい方 (ラセミ体 B) のピーク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_a / (A_a + A_b) \times 100$ は 45 ~ 55 である。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 264 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: ヘキサン/酢酸エチル混液 (7:5)

流量: ラセミ体 B の保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: 試料溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、2 個のピークの間隔度が 2 以上のものを用いる。

定量法 本品及びニブラジロール標準品を乾燥し、その約 0.06 g ずつを精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に

50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するニブラジロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ニブラジロール ($C_{15}H_{22}N_2O_6$) の量 (mg)

$$= \text{ニブラジロール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 塩酸プロプラノロール溶液 (1 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：274 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸 (100) /テトラメチルアンモニウムヒドロキッド混液 (110 : 50 : 1 : 1)

流量：ニブラジロールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニブラジロール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯法

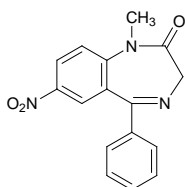
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104570

ニメタゼパム

Nimetazepam



$C_{16}H_{13}N_3O_3$: 295.29

本品を乾燥したものは定量するとき、ニメタゼパム ($C_{16}H_{13}N_3O_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、アセトン又はジオキサンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール、イソプロパノール又はエーテルに溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に 1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、亜鉛末 0.1 g を加えて沸騰水浴中で 5 分間加熱する。冷後、ろ過するとき、ろ液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え、5 分間煮沸し、

冷後、ろ過する。ろ液 0.5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し、ニンヒドリン試液 2 mL を加えて水浴上で加熱するとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 218 ~ 223 nm, 258 ~ 262 nm 及び 307 ~ 312 nm に吸収の極大を示し、波長 240 ~ 244 nm 及び 293 ~ 297 nm に吸収の極小を示す。また、258 ~ 262 nm 及び 307 ~ 312 nm の極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき A_1/A_2 は 1.58 ~ 1.74 である。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1680 cm^{-1} , 1615 cm^{-1} , 1335 cm^{-1} , 780 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(5) 本品及びニメタゼパム標準品 0.025 g ずつをとり、それぞれにクロロホルムを加えて溶かし、50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/イソプロパノール混液 (5 : 1) 及びクロロホルム/アセトン混液 (9 : 1) を展開溶媒としてそれぞれ約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

融点 158 ~ 161 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、ろ過し、水を加えて 50 mL とする。この液 20 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 20 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 60 mL 及びジオキサン 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.529 mg $C_{16}H_{13}N_3O_3$

貯法

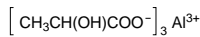
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100452

乳酸アルミニウム

Aluminium Lactate



$\text{C}_9\text{H}_{15}\text{AlO}_6$: 294.19

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、アルミニウム (Al : 26.98) 8.9 ~ 9.4 % 及び 乳酸 ($\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3$: 90.08) 89.0 ~ 93.7 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味はわずかに酸味があり、収れん性である。

本品は水に溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、無水エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 10) はアルミニウム塩の定性反応を呈する。
- (2) 本品の水溶液 (1 10) は乳酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.40 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える (0.062 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.5 mL を加える (0.720 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 鉄 本品 0.25 g に希塩酸 2 mL 及び水 25 mL を加え、振り混ぜて溶かし、過硫酸アンモニウム溶液 (3 100) 1 mL 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 2.5 mL に希塩酸 2 mL 及び水 25 mL を加え、同様に操作する。

- (5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- 水分 5.0 % 以下 (0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

- (1) アルミニウム 本品約 0.25 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 30 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間加熱し、冷後、エタノール 55 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬：ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L エチレンジアミン

四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 1.3491 mg Al

- (2) 乳酸 本品約 0.15 g を精密に量り、新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加えて溶かし、あらかじめ調製した陽イオン交換樹脂約 20 mL を内径 10 mm の樹脂柱に詰めた

ものに 1 分間約 1 mL の速さでとおした後、更に新たに煮沸し冷却した水約 150 mL を 1 分間約 4 mL の速さでとおし、洗液は先の液に合わせる。この液に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を正確に加え、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 9.008 mg $\text{C}_3\text{H}_5\text{O}_3$

貯法 容器 気密容器。

106682

乳酸ナトリウム液

Sodium Lactate Solution

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する乳酸ナトリウム ($\text{C}_3\text{H}_5\text{NaO}_3$: 112.06) を含む。本品は乳酸ナトリウムの含量を表示する。

性状 本品は無色澄明の粘性の液で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに塩味がある。

確認試験 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 1 g に対応する量を取り、水を加えて 50 mL とした液はナトリウム塩及び乳酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 5 g に対応する量を取り、水を加えて 50 mL とした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

純度試験

- (1) 塩化物 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 1.0 g に対応する量を取り、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 2.0 g に対応する量を取り、希塩酸 7 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.010 % 以下)。
- (3) 重金属 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 2.0 g に対応する量を取り、希塩酸 5 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

- (4) 鉄 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 2.0 g に対応する量を取り、水 25 mL 及び塩酸 1 mL を加えて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 10) 1 mL 及び塩酸 *o* フェナントロリン溶液 (3 2500) 5 mL を加え、次にコンゴレッド紙が青変しなくなるまでアンモニア試液を加えた後、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を加え、更に水を加えて 50 mL とし、60 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。比較液には鉄標準液 1.0 mL をとり、同様に操作する (5 ppm 以下)。

- (5) ヒ素 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 2.5 g に対応する量を取り、水を加えて 10 mL とし、この液 2 mL をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

- (6) 糖類 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 1.0 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えて混和した後、フェーリング試液 10 mL を加えて 5 分間煮沸するとき、赤色の沈殿を生じない。

(7) クエン酸, シュウ酸, リン酸又は酒石酸 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 0.7 g に対応する量を取り, 水を加えて 50 mL とする. この液 5 mL に酢酸鉛試液 0.5 mL を加えるとき, 混濁を生じないか, 又は生じることがあってもわずかである.

(8) 揮発性脂肪酸 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 3.0 g に対応する量を取り, 希硫酸 2 mL を加え, 水浴上で加熱するとき, 酢酸又は酪酸のようにおいを飛ばさない.

(9) シアン化物 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 1.0 g に対応する量をネスラー管にとり, 水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え, 振り混ぜながら液が紅色を呈するまで水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) を滴加し, 更に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 1.5 mL 及び水を加えて 20 mL とした後, 水浴中で 10 分間加熱する. 冷却後, 液の紅色が消えるまで希塩酸を滴加し, 更に酢酸 1 滴を加え, 次に pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 10 mL 及びクロラミン試液 0.25 mL を加えて直ちに栓をして静かに混和し, 5 分間放置する. これにピリジン・ピラゾロン試液 15 mL 及び水を加えて 50 mL とし, 25 °C で 30 分間放置するとき, 液の色は次の比較液より濃くない.

比較液: シアン標準液 1.0 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 20 mL とする. この液 1.0 mL をネスラー管にとり, 水 10 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え, 以下同様に操作する.

(10) メタノール 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム 5.0 g に対応する量をアルコール数測定装置のフラスコにとり, 水 10 mL を加えて蒸留する. 留液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. 別にメタノール 1.0 mL に水を加えて正確に 100 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とする. この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とし, 比較液とする. 試料溶液及び比較液 10 μ L ずつにつき, 次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき, 試料溶液から得たメタノールのピーク面積又は高さは比較液から得たメタノールのピーク面積又は高さ以下である (0.025 % 以下).

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 150 ~ 200 cm のガラス管に, 149 ~ 177 μ m のガスクロマトグラフ用球状多孔性エチルビニルベンゼン・ジビニルベンゼン共重合体を充てんする.

カラム温度: 120 °C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度: 125 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: メタノールの保持時間が 2 ~ 3 分になるように調整する.

定量法 本品の表示量に従い乳酸ナトリウム ($C_3H_5NaO_3$) 約 0.25 g に対応する量を精密に量り, 105 °C で 4 時間乾燥した後, 非水滴定用氷酢酸 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

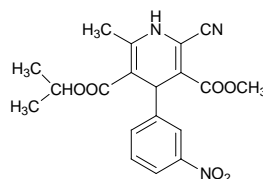
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.206 mg $C_3H_5NaO_3$

貯法 容器 気密容器.

109516

ニルバジピン

Nilvadipine


 $C_{19}H_{19}N_3O_6$: 385.37

本品は定量するとき, ニルバジピン ($C_{19}H_{19}N_3O_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含む.

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である.

本品はアセトニトリル又はアセトンに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール (99.5) にやや溶けにくく, 水にほとんど溶けない.

本品のアセトニトリル溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない.

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 : 100000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 239 ~ 243 nm 及び 371 ~ 381 nm に吸収の極大を示す.

(2) 本品及びニルバジピン標準品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルとニルバジピン標準品のスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

融点 167 ~ 171 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(2) 類縁物質 本品 0.02 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし, 試料溶液とする. 試料溶液 5 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりそれらの量を求めるとき, 個々の類縁物質は 0.3 % 以下であり, それらの合計は 0.5 % 以下である.

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: pH 7.4 のリン酸塩緩衝液/メタノール/アセトニトリル混液 (32 : 27 : 18)

流量: ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する.

カラムの選定: 試料溶液 1 mL に, アセトニトリルを加えて 10 mL とする. この液 5 μ L につき, 上記の条件で操作し, ニルバジピンのピークからカラムの理論段

数を求めるとき 3300 段以上、シンメトリー係数を求めるとき 1.3 以下となるカラムを用いる。

検出感度：試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニルバジピンのピーク高さが 15 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からニルバジピンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びニルバジピン標準品約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 20 mL を正確に加えた後、水 20 mL 及びメタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するニルバジピンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ニルバジピン ($C_{19}H_{19}N_3O_6$) の量 (mg)

$$= \text{ニルバジピン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液 (1 200)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二アンモニウム 2.5 g をとり、水 1000 mL に溶かし、10 % テトラブチルアンモニウムヒドロキシド溶液 10 mL を加えた後、薄めたリン酸 (1 10) を加えて pH を 7.0 に調整する。この液にアセトニトリル 900 mL を加えて混和する。

流量：ニルバジピンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

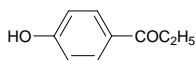
カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ニルバジピン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

104969

パラヒドロキシプロピオフェノン

p Hydroxypropiofenone



$C_9H_{10}O_2$: 150.17

本品を乾燥したものは定量するとき、パラヒドロキシプロピオフェノン ($C_9H_{10}O_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール又はエタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かし、これに水 5 mL 及びニトロプルシドナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 50) 5 mL に臭素試液 7 mL を加えて 30 分間放置した後、生じた沈殿をろ取りし、水 5 mL ずつで 5 回洗い、80 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 114 ~ 117 $^{\circ}$ C である。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3190 cm^{-1} , 1661 cm^{-1} , 1607 cm^{-1} 及び 800 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 149 ~ 152 $^{\circ}$ C (乾燥後)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、10 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液 5 mL にメチルレッド試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈さない。また、別のろ液 5 mL にフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈さない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.40 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/氷酢酸混液 (20 : 7 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、エタノール 30 mL を加えて溶かし、これに水 30 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 15.017 mg $C_9H_{10}O_2$

貯法 容器 気密容器。

105025

パラフレボン

Paraphlebon

本品はがちょうの羽茎を細切し、1% 水酸化ナトリウム液を加え、80 ℃ に加温した後、水洗し、80 ℃ で減圧乾燥し、粉末としたものである。

本品を乾燥したものは定量するとき、窒素 (N : 14.01) 14.0 ~ 17.0 % を含む。

性状 本品は茶褐色 ~ 帯黒褐色の粉末で、特異なおいがある。

本品はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水又はエタノールに溶けないが、一部溶出し、液層は淡黄色 ~ 淡褐色澄明である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール 10 mL を加え、5 分間振り混ぜるとき、上澄液は蛍光を發する。

(2) 本品 2 g に水酸化カリウム溶液 (3 : 10) 10 mL 及びエタノール 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 5 時間加熱する。水浴上でエタノールを留去した後、水 50 mL を加え、冷後、エーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ、水浴上でエーテルを留去し、残留物にクロロホルム 5 mL を加えて溶かす。この液 2 mL に無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えるとき、液は徐々に緑色を呈する。

(3) 本品 0.1 g に希塩酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け、5 時間煮沸する。冷後、ガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過し、ろ液を減圧でほとんど蒸発乾固する。残留物に水 10 mL を加えてかき混ぜた後、減圧でほとんど蒸発乾固する。更に水 10 mL を用いて同様の操作を 2 回繰り返した後、残留物に水 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μ L をろ紙上にスポットし、風乾する。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (4 : 1 : 1) を展開溶媒とし、約 30 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これにニンヒドリンのメタノール溶液 (1 : 1000) を均等に噴霧した後、100 ℃ で数分間加熱するとき、 R_f 約 0.65, 0.43, 0.36, 0.30, 0.25, 0.19, 0.11 及び 0.10 にそれぞれ紫紅色のスポットを認める。

純度試験

(1) α アミノ体窒素 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、希塩酸 50 mL を加え、油浴中で 5 時間還流する。冷後、ガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過し、ろ液を減圧濃縮し約 2 mL とする。次に水 50 mL を加えて振り混ぜた後、減圧で蒸発乾固する。同様の操作を 2 回繰り返した後、残留物に水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、バンスライクアミノ体窒素定量装置に入れ、氷酢酸 3 mL、亜硝酸ナトリウム試液 12 mL 及び必要ならばオクチルアルコール 2 ~ 3 滴を加えて強く振り混ぜ (300 回/分)、發生するガスをアルカリ性過マンガン酸カリウム試液に通じ、穏やかに振り混ぜながら吸収させ、窒素の容量をガスビューレットで測定する。同様の方法で空試験を行い、補正する。

アミノ体窒素 (N) の量 (mg) = 測定値 (mL) \times F

F : アミノ体窒素換算表から求めた係数

この試験方法により定量するとき総窒素に対する α アミノ体窒素の含量比は 0.46 ~ 0.61 である。

(2) イオウ 本品を乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、過酸化水素試液 6 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により試験を行う。

総窒素に対するイオウの含量比は 0.08 ~ 0.13 である。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.5 mL を加える (35 ppm 以下)。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 2 時間)。

強熱残分 12.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

貯法 容器 密閉容器。

アミノ体窒素換算表 (窒素 1 mL に対応するアミノ体窒素の量 (mg))

温度 ℃	気圧 mmHg											
	750	751	752	753	754	755	756	757	758	759	760	761
11	0.5855	0.5863	0.5870	0.5877	0.5885	0.5895	0.5900	0.5909	0.5915	0.5925	0.5935	0.5942
12	0.5830	0.5836	0.5845	0.5852	0.5860	0.5868	0.5875	0.5884	0.5890	0.5899	0.5905	0.5915
13	0.5805	0.5811	0.5820	0.5827	0.5835	0.5847	0.5850	0.5857	0.5865	0.5873	0.5880	0.5881
14	0.5775	0.5784	0.5790	0.5800	0.5805	0.5815	0.5825	0.5831	0.5840	0.5846	0.5855	0.5862
15	0.5750	0.5757	0.5765	0.5773	0.5780	0.5789	0.5795	0.5804	0.5810	0.5820	0.5830	0.5836
16	0.5725	0.5731	0.5740	0.5747	0.5755	0.5762	0.5770	0.5778	0.5785	0.5793	0.5800	0.5809
17	0.5695	0.5704	0.5710	0.5720	0.5730	0.5736	0.5745	0.5751	0.5760	0.5766	0.5775	0.5782
18	0.5670	0.5678	0.5685	0.5692	0.5700	0.5709	0.5715	0.5724	0.5730	0.5740	0.5745	0.5755
19	0.5645	0.5651	0.5660	0.5666	0.5675	0.5681	0.5690	0.5677	0.5705	0.5712	0.5720	0.5728
20	0.5615	0.5623	0.5630	0.5638	0.5645	0.5654	0.5660	0.5668	0.5675	0.5684	0.5690	0.5700
21	0.5590	0.5596	0.5605	0.5611	0.5620	0.5626	0.5635	0.5641	0.5650	0.5656	0.5665	0.5677
22	0.5560	0.5568	0.5575	0.5584	0.5590	0.5598	0.5605	0.5615	0.5620	0.5629	0.5635	0.5644
23	0.5530	0.5539	0.5545	0.5555	0.5560	0.5570	0.5575	0.5585	0.5595	0.5600	0.5610	0.5615
24	0.5505	0.5511	0.5520	0.5526	0.5535	0.5541	0.5550	0.5556	0.5565	0.5571	0.5580	0.5586
25	0.5475	0.5482	0.5490	0.5498	0.5505	0.5512	0.5520	0.5528	0.5535	0.5543	0.5550	0.5558
26	0.5445	0.5453	0.5460	0.5468	0.5475	0.5483	0.5490	0.5497	0.5505	0.5513	0.5520	0.5528
27	0.5415	0.5423	0.5430	0.5438	0.5445	0.5453	0.5460	0.5468	0.5475	0.5483	0.5490	0.5498
28	0.5385	0.5393	0.5400	0.5408	0.5415	0.5423	0.5430	0.5438	0.5445	0.5453	0.5460	0.5468
29	0.5355	0.5364	0.5370	0.5379	0.5385	0.5392	0.5400	0.5408	0.5415	0.5423	0.5430	0.5438
30	0.5325	0.5333	0.5340	0.5347	0.5355	0.5362	0.5370	0.5377	0.5385	0.5392	0.5400	0.5407

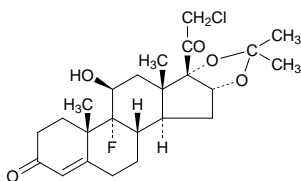
温度 ℃	気圧 mmHg												
	762	763	764	765	766	767	768	769	770	771	772	773	774
11	0.5950	0.5957	0.5965	0.5972	0.5980	0.5988	0.5995	0.6004	0.6010	0.6020	0.6030	0.6037	0.6044
12	0.5925	0.5933	0.5940	0.5947	0.5955	0.5962	0.5970	0.5978	0.5985	0.5994	0.6000	0.6010	0.6018
13	0.5895	0.5904	0.5910	0.5921	0.5930	0.5937	0.5945	0.5952	0.5960	0.5967	0.5975	0.5983	0.5991
14	0.5870	0.5878	0.5885	0.5893	0.5900	0.5913	0.5915	0.5925	0.5935	0.5941	0.5950	0.5956	0.5964
15	0.5845	0.5851	0.5860	0.5867	0.5875	0.5881	0.5890	0.5898	0.5905	0.5913	0.5920	0.5929	0.5937
16	0.5815	0.5824	0.5830	0.5840	0.5850	0.5856	0.5865	0.5871	0.5880	0.5887	0.5895	0.5902	0.5910
17	0.5790	0.5797	0.5805	0.5813	0.5820	0.5828	0.5835	0.5844	0.5850	0.5859	0.5865	0.5875	0.5882
18	0.5765	0.5771	0.5780	0.5786	0.5795	0.5806	0.5810	0.5817	0.5825	0.5833	0.5840	0.5848	0.5856
19	0.5735	0.5743	0.5750	0.5758	0.5765	0.5774	0.5780	0.5789	0.5795	0.5803	0.5810	0.5820	0.5828
20	0.5705	0.5716	0.5725	0.5731	0.5740	0.5746	0.5755	0.5761	0.5770	0.5776	0.5785	0.5796	0.5800
21	0.5680	0.5688	0.5695	0.5702	0.5710	0.5718	0.5725	0.5733	0.5740	0.5748	0.5755	0.5763	0.5771
22	0.5650	0.5659	0.5665	0.5675	0.5680	0.5690	0.5695	0.5705	0.5715	0.5720	0.5730	0.5736	0.5743
23	0.5625	0.5631	0.5640	0.5648	0.5655	0.5661	0.5670	0.5676	0.5685	0.5691	0.5700	0.5706	0.5714
24	0.5595	0.5601	0.5610	0.5617	0.5625	0.5632	0.5640	0.5647	0.5655	0.5662	0.5670	0.5677	0.5685
25	0.5565	0.5573	0.5580	0.5587	0.5595	0.5603	0.5610	0.5618	0.5625	0.5633	0.5640	0.5648	0.5656
26	0.5535	0.5543	0.5550	0.5558	0.5565	0.5573	0.5580	0.5588	0.5595	0.5603	0.5610	0.5618	0.5640
27	0.5505	0.5513	0.5520	0.5528	0.5535	0.5543	0.5550	0.5558	0.5565	0.5573	0.5580	0.5588	0.5596
28	0.5475	0.5483	0.5490	0.5498	0.5505	0.5513	0.5520	0.5528	0.5535	0.5542	0.5550	0.5557	0.5565
29	0.5445	0.5453	0.5460	0.5468	0.5475	0.5483	0.5490	0.5497	0.5505	0.5512	0.5520	0.5527	0.5535
30	0.5415	0.5421	0.5430	0.5436	0.5445	0.5451	0.5460	0.5466	0.5475	0.5481	0.5490	0.5496	0.5503

ただし, 1 mmHg = 0.133 kPa

108187

ハルシノニド

Halcinonide

C₂₄H₃₂ClFO₅ : 454.96

本品を乾燥したものは定量するとき、ハルシノニド (C₂₄H₃₂ClFO₅) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg をエタノール 40 mL に溶かし、2,6 ジ第三ブチル *p* クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は青緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品及びハルシノニド標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとハルシノニド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +150 ~ +160° (乾燥後, 0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.050 g をメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル混液 (5 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポッ

トより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品及びハルシノニド標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対するハルシノニドのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。ハルシノニド (C₂₄H₃₂ClFO₅) の量 (mg)

$$= \text{ハルシノニド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 酢酸プレドニゾロン (日局) のメタノール溶液 (1 : 5000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 45 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (3 : 2)

流量: ハルシノニドの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ハルシノニドの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

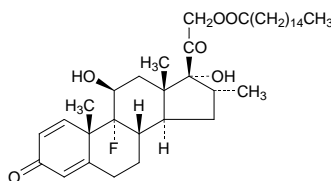
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109417

パルミチン酸デキサメタゾン

Dexamethasone Palmitate

C₃₈H₅₈FO₆ : 630.87

本品を乾燥したものは定量するとき、パルミチン酸デキサメタゾン (C₃₈H₅₈FO₆) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品はアセトニトリル, メタノール, エタノール, イソプロパノール, エーテル又はジオキサンに極めて溶けやすく, アセトンに溶けやすく, 水又は *n* ヘプタンにほとんど溶けない。

融点: 約 60 °C

確認試験

- (1) 本品 4 mg をエタノール 40 mL に溶かし、2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。
- (2) 本品 0.02 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応を呈する。
- (4) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。
- (5) 本品及びパルミチン酸デキサメタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとパルミチン酸デキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びパルミチン酸デキサメタゾン標準品をアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様に試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +65 ~ +68° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサソ, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 遊離脂肪酸 本品約 0.10 g を精密に量り、20 mL の共栓試験管に入れ、イソプロパノール/*n*-ヘプタン/0.5 mol/L 硫酸試液の混液 (40 : 10 : 1) 5 mL を正確に加え、振り混ぜて溶かす。これに *n*-ヘプタン 3 mL 及び水 4 mL を正確に加え、試験管を上下に 10 回転倒し混合する。15 分間静置した後、10 mL の円錐底試験管に上層 3 mL を正確に量り、これにナイルブルー試液 1 mL を加え、窒素を通じながら、0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の淡青色が淡赤紫色に変わるときとする。別にパルミチン酸標準液 1 mL を正確に量り、20 mL の共栓試験管に入れイソプロパノール/*n*-ヘプタン/0.5 mol/L 硫酸試液の混液 (40 : 10 : 1) 5 mL を正確に加えて混合する。これに *n*-ヘプタン 2 mL 及び水 4 mL を正確に加え、試験管を上下に 10 回転倒し混合する。15 分間静置した後、10 mL の円錐底試験管に上層 3 mL を正確に量り、以下同様に操作して滴定する (0.5 % 以下)。

遊離脂肪酸の量 (%)

$$= \frac{a}{b} \times 2.5 \times 10^{-6} \times 256.43 \times \frac{1}{S} \times 100$$

a: 試料を用いたときの 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

b: 標準液を用いたときの 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量 (mL)

2.5: 標準液のパルミチン酸量 ($\mu\text{mol/L}$)

256.43: パルミチン酸の分子量

S: 試料採取量 (g)

- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

- (3) 他のステロイド 本品 0.020 g を移動相 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のパルミチン酸デキサメタゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液のパルミチン酸デキサメタゾンのピーク面積より大きくない (2.0 % 以下)。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 50 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (17 : 3)

流量: パルミチン酸デキサメタゾンの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品及びノナデカン酸デキサメタゾン 2 mg ずつをエタノール 50 mL に溶かす。この液 40 μL につき、上記の条件で操作するとき、本品、ノナデカン酸デキサメタゾンの順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 40 μL から得たパルミチン酸デキサメタゾンのピーク高さが 30 ~ 60 mm になるように調整する。また、標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 40 μL を注入するとき、パルミチン酸デキサメタゾンのピーク面積がカウントされるものとする。

面積測定範囲: パルミチン酸デキサメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.2 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及びパルミチン酸デキサメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するパルミチン酸デキサメタゾンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

パルミチン酸デキサメタゾン ($\text{C}_{38}\text{H}_{58}\text{FO}_6$) の量 (mg)

$$= \text{パルミチン酸デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s}$$

内標準溶液 ノナデカン酸デキサメタゾンのエタノール溶液 (1 : 1000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/イソプロパノール混液 (17 : 3)

流量：パルミチン酸デキサメタゾンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びノナデカン酸デキサメタゾン 2 mg ずつをエタノール 20 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、ノナデカン酸デキサメタゾンの順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

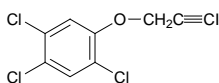
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102728

ハロプロジン

Haloprogin


 $C_9H_4Cl_3O$: 361.39

本品を乾燥したものは定量するとき、ハロプロジン

($C_9H_4Cl_3O$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄褐色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかにフェノールのようににおいがある。

本品はアセトン又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の無水エタノール溶液(1 : 100) 0.5 mL に硫酸 2 mL を加え、水浴上で 2 分間加熱し、冷後、クロロホルム 2 mL を加え、振り混ぜて静置するとき、クロロホルム層は赤紫色～淡赤紫色を呈する。また、本品の無水エタノール溶液(1 : 100) 0.5 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、水浴上で 2 分間加熱後、希硫酸を加えて酸性とし、クロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色～淡赤紫色を呈しない。

(2) 本品の無水エタノール溶液(1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 287 ~ 290 nm 及び 296 ~ 299 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2200 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 110 ~ 114 °C

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g にアセトン 10 mL を加えて溶かし、メチルレッド試液 2 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 3.0 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 重金属 本品 4.0 g にアセトン 60 mL を加えて溶かし、希酢酸 4 mL 及び水を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 50 mL をとり、これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL にアセトン 30 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 遊離ヨウ素 本品 0.10 g に水 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.5 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液にデンプン試液 1 mL を加えるとき、液は青色を呈しない。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g に酢酸エチルを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、酢酸エチルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン混液(4 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、500 mL のフラスコに入れ、メタノール 15 mL を加えて溶かし、この液を冷水中で振り混ぜながら新たに製した水素化ホウ素ナトリウムのメタノール溶液(3 : 100) 10 mL を少量ずつ加え、全量を加え終わった後、発泡がやむまで更によく振り混ぜる。次に水 30 mL 及び塩酸 40 mL を加えて強酸性とし、これにクロロホルム 7 mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点はクロロホルム層が脱色して無色に変わるときとする。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL

= 361.39 mg $C_9H_4Cl_3O$

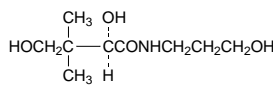
貯法 容器 気密容器。

105008

パンテノール

Panthenol

パントテニールアルコール


 $C_9H_{19}NO_4$: 205.25

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、D パンテノール($C_9H_{19}NO_4$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の粘稠な液体又は白色の結晶性の塊又は無色～微黄色の粘稠な液体と白色の結晶性の塊の混合物で、わずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水又はエタノールと混和する。

本品はエーテルに溶けにくい。

本品の水溶液(1 : 20) はアルカリ性である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、これに硫酸銅試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて 1 分間煮沸し、冷後、希塩酸 2 mL 及び塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき液は黄色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +29.0 ~ +32.0°(脱水物に換算して 0.5 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて混和するとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g に水 10 mL を加えて混和し、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液として試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.047 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて混和し、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL として試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) アルカロイド 本品 0.20 g に水 5 mL を加えて混和し、モリブデン酸アンモニウム試液 0.5 mL 及びリン酸溶液 (1 : 10) 0.5 mL を加え 30 分間放置するとき、液は白色の混濁を生じない。

水分 2.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1.5 g を精密に量り、正確に 0.5 mol/L 塩酸 30 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 2 時間加熱し、冷後、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: ブロムチモールブルー試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 102.63 mg C₉H₁₉NO₄

貯法 容器 気密容器。

105013

パントテニールエチルエーテル

Pantotheryl Ethyl Ether

HOCH₂C(CH₃)₂CH(OH)CONHCH₂CH₂CH₂OC₂H₅

C₁₁H₂₃NO₄: 233.30

本品は定量するとき、換算した脱水物に対しパントテニールエチルエーテル (C₁₁H₂₃NO₄) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～淡黄色の澄明の粘性の液で、わずかに特異なおいがあり、味はやや苦い。

本品は水、メタノール、エタノール、イソプロパノール、アセトン又はエーテルと混和する。

本品は吸湿性である。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は約 10 である。

確認試験 本品約 10 mg を共栓試験管に入れ、薄めたピリジン (1 : 2) 2 mL, アスコルビン酸溶液 (1 : 200) 1 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴中で 25 分間加熱するとき、液は濃赤紫色を呈する。この液を冷後、激しく振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

比重 d_4^{20} : 1.072 ~ 1.075

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +27.5 ~ +29.5°(脱水物換算, 10.0 g, 水 100 mL, 100 mm)。

屈折率 n_D^{20} : 1.474 ~ 1.476

純度試験 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

水分 0.5 % 以下 (2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、250 mL のフラスコに入れ、0.1 mol/L 過塩素酸 50 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴中で 5 時間加熱する。冷後、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L フタル酸水素カリウム・氷酢酸液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.330 mg C₁₁H₂₃NO₄

貯法

保存条件 遮光して保存する。

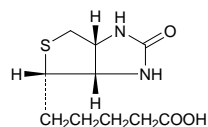
容器 気密容器。

008200

ビオチン

Biotin

ビタミン H



C₁₀H₁₆N₂O₃S: 244.31

本品を乾燥したものは定量するとき、ビオチン (C₁₀H₁₆N₂O₃S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は氷酢酸に溶けにくく、水、エタノール又は *n* ブタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 231 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 : 10000) 5 mL に *p* ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液 1 mL 及び硫酸 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい色～赤色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3316 cm⁻¹, 1708 cm⁻¹, 1687 cm⁻¹, 1481 cm⁻¹, 1320 cm⁻¹ 及び 1274 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +89 ~ +93°(乾燥後, 0.4 g, 希水酸化ナトリウム試液, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.70 g をケルダールフラスコに入れ、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2

mL ずつを 2 回加えて加熱し、更に強過酸化水素水 2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2.8 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、薄めた強アンモニア水 (7 100) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、薄めた強アンモニア水 (7 100) を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (5:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 105 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これに *p* ジメチルアミノシナムアルデヒドのエタノール溶液 (1 500) / 硫酸のエタノール溶液 (1 50) 混液 (1:1) を均等に噴霧するとき、赤色の単一スポットを認めるか、又は他のスポットを認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え、振り混ぜて溶かした後、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

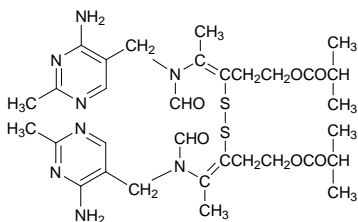
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 24.431 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$$

貯法 容器 気密容器。

008201

ビスイブチアミン

Bisibuthiamine



$\text{C}_{32}\text{H}_{46}\text{N}_8\text{O}_6\text{S}_2$: 702.89

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスイブチアミン ($\text{C}_{32}\text{H}_{46}\text{N}_8\text{O}_6\text{S}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、イソブタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

融点: 約 143 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし、塩酸ヒ

ドロキシルアミン溶液 (3 20) / 水酸化ナトリウム溶液 (3 20) 混液 (1:1) 2 mL を加え、50 ~ 60 $^{\circ}$ C の水浴中で 2 分間加温した後、塩酸 0.8 mL 及び塩化第二鉄試液 1 滴を加え、更に水 8 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 5 mg をメタノール 1 mL に溶かし、水 2 mL、塩酸システイン溶液 (1 100) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、30 分間放置する。次に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 1 mL を加え、更にイソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール 20 mL に加温して溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g を希硝酸 6 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える (0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) チオクロム反応陽性物質 本品を乾燥し、その 0.10 g を量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に脱水物に換算した塩酸チアミン標準品 0.100 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれ共栓遠心沈殿管に入れ、酸性塩化カリウム試液 3 mL を加えて振り混ぜ、次にチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 10) 2 mL を加え、更にイソブタノール 10 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜて放置する。イソブタノール層をとり、紫外線 (主波長 370 nm) を照射するとき、試料溶液の蛍光は標準溶液の蛍光より濃くない (塩酸チアミンとして 0.10 % 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.100 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に光を遮ぎり、酢酸エチル/メタノール/水/氷酢酸混液 (90:55:14:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾

する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 減圧, シリカゲル, 24 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液（1 1000）5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、振り混ぜた後、30 分間放置し、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品（あらかじめ塩酸チアミン（日局）と同様の方法で水分（0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定）を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 5 mL ずつを、褐色共栓試験管 T 及び T に正確に量り、T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液（1 10）5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液（1 10）5.0 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜる。別に標準溶液 5 mL ずつを褐色共栓試験管 S 及び S に正確に量り、試料溶液と同様に操作する。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から行ったそれぞれの液の波長 368 nm における吸光度 A_T , A_T , A_S 及び A_S を測定する。

ビスイブチアミン（ $C_{32}H_{46}N_6O_6S_2$ ）の量（mg）

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量（mg）

$$\times \frac{A_T - A_T}{A_S - A_S} \times 1.042$$

貯法

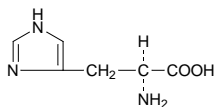
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

003617

L ヒスチジン

L Histidine



$C_6H_9N_3O_2$: 155.15

本品を乾燥したものは定量するとき、L ヒスチジン

（ $C_6H_9N_3O_2$ ）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

（1）本品の水溶液（1 2000）5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

（2）本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2020 cm^{-1} , 1634 cm^{-1} , 1587 cm^{-1} 及び 1315 cm^{-1} 付近に吸収を認める。もし、吸収の位置が異なる場合には、本品を最少量の水に溶かした後、60 °C で濃縮乾固したものにつき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +11.8 ~ +12.8 ° (乾燥後, 5.5 g, 6 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 7.0 ~ 8.5 である。

純度試験

（1）溶状 本品 0.40 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

（2）塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える（0.021 % 以下）。

（3）硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える（0.028 % 以下）。

（4）アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる（0.02 % 以下）。

（5）重金属 本品 1.0 g に水 30 mL 及び希塩酸 2.5 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）。

（6）ヒ素 本品 1.0 g に希塩酸 4.5 mL 及び水 0.5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（7）他のアミノ酸 本品 0.20 g を水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-プロパノール/強アンモニア水混液（67 : 33）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液（1 50）を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下（1 g, 105 °C, 3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、氷酢酸 50 mL を加え、激しくかき混ぜながら、0.1 mol/L 過塩素酸を用いて通常の滴定速度の約 1/3 の割合で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.515 mg $C_6H_9N_3O_2$

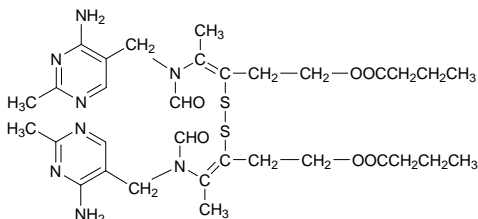
貯法 容器 気密容器。

109086

ビスブチチアミン

Bisbutyrtiamine

o ブチリルチアミンジスルフィド

C₃₂H₄₆N₆O₆S₂ : 702.89

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスブチチアミン (C₃₂H₄₆N₆O₆S₂) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

本品は希塩酸に溶ける。

融点：129 ~ 135 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、水 2 mL、塩酸システイン溶液 (1 : 100) 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。次に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、イソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品 0.05 g にメタノール 5 mL を加えて溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (3 : 20) 水酸化ナトリウム溶液 (3 : 20) 混液 (1 : 1) 2 mL を加え、50 ~ 60 °C の水浴中で 2 分間加温した後、塩酸 0.8 mL 及び塩化第二鉄試液 0.5 mL を加え、更に水 8 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) チオクロム反応陽性物質 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、酸性塩化カリウム試液を加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 1000 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T, T, S 及び S に正確に量り、以下定量法と同様に操作し、各イソブタノール層

の蛍光の強さ F_T, F_T, F_S 及び F_S を測定する。次式によって計算するとき、チオクロム反応陽性物質の量は 0.5 % 以下である。

チオクロム反応陽性物質の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times \frac{1}{250}$$

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノール 20 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 1 mL 及び pH 13.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、37 ± 2 °C の水浴中で正確に 20 分間加温する。直ちに酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 1 mL 及び pH 13.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、直ちに酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T 及び T に正確に量り、T にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を速やかに加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に標準溶液 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 S 及び S に正確に量り、以下試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後、各イソブタノール層を別の試験管にとり、必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を少量ずつ加え、穏やかに振り混ぜた後、放置し、澄明なイソブタノール液をとる。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び波長 440 nm 付近における蛍光の極大波長における蛍光の強さ F_T, F_T, F_S 及び F_S を測定する。

ビスブチチアミン (C₃₂H₄₆N₆O₆S₂) の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_T}{F_S - F_S} \times 1.042$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

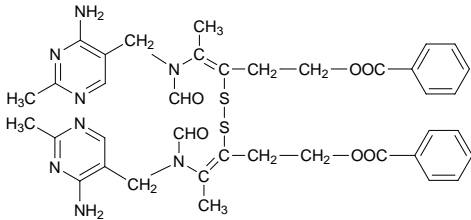
容器 気密容器。

008202

ビスベンチアミン

Bisbentiamine

ベンゾイルチアミンジスルフィド

C₃₈H₄₂N₈O₆S₂ : 770.92

本品を乾燥したものは、定量するとき、ビスベンチアミン (C₃₈H₄₂N₈O₆S₂) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はやや苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

融点：140 ~ 144 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、水 2 mL、塩酸システイン溶液 (1 : 100) 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。次に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、イソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品 0.05 g にメタノール 5 mL を加え、加温して溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (3 : 20) 水酸化ナトリウム溶液 (3 : 20) 混液 (1 : 1) 2 mL を加え、50 ~ 60 °C の水浴中で 2 分間加温した後、塩酸 0.8 mL 及び塩化第二鉄試液 0.5 mL を加え、更に水 8 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) チオクロム反応陽性物質 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 1000 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T, T', S 及び S' に正確に量り、以下定量法

と同様に操作し、各イソブタノール層の蛍光の強さ F_T , $F_{T'}$, F_S 及び $F_{S'}$ を測定する。次式により計算するとき、チオクロム反応陽性物質の量は 0.2 % 以下である。

チオクロム反応陽性物質の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_{T'}}{F_S - F_{S'}} \times \frac{1}{250}$$

乾燥減量 0.50 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.11 g を精密に量り、メタノール 20 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 1 mL 及び pH 13.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、37 ± 2 °C の水浴中で正確に 20 分間加温する。直ちに酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 1 mL 及び pH 13.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、直ちに酸性塩化カリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 T 及び T' に正確に量り、T' にはチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を速やかに加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。T' には水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 2 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ、イソブタノール 15 mL を正確に加え、密栓して 2 分間激しく振り混ぜる。別に標準溶液 5 mL ずつを共栓遠心沈殿管 S 及び S' に正確に量り、以下試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後、各イソブタノール層を別の試験管にとり、必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を少量ずつ加え、穏やかに振り混ぜた後、放置し、澄明なイソブタノール液をとる。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び 440 nm 付近における蛍光の極大波長における蛍光の強さ F_T , $F_{T'}$, F_S 及び $F_{S'}$ を測定する。

ビスベンチアミン (C₃₈H₄₂N₈O₆S₂) 量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_{T'}}{F_S - F_{S'}} \times 1.143$$

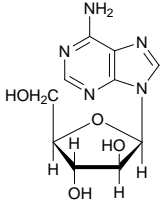
貯法 容器 気密容器。

108874

ビダラビン

Vidarabine

アデニンアラビノシド

 $C_{10}H_{13}N_5O_4$: 267.24

本品を乾燥したものは定量するとき、ビダラビン

($C_{10}H_{13}N_5O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、水又はエタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

融点：約 250 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg にクエン酸の無水酢酸溶液 (1 : 50) 0.5 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (3 : 10000) 3 mL をとり、新たに製したオルシンのエタノール溶液 (1 : 10) 0.2 mL 及び硫酸第二鉄アンモニウムの塩酸溶液 (1 : 1000) 3 mL を加えて沸騰水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 80000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.3 g にジメチルスルホキシド 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL に過ヨウ素酸ナトリウム溶液 (1 : 1250) 30 mL を加え、直ちに振り混ぜた後、室温で 15 分間放置後、水を対照として、紫外可視吸光度測定法により、波長 300 nm における吸光度を測定する。別にジメチルスルホキシド 1 mL に過ヨウ素酸ナトリウム溶液 (1 : 1250) 30 mL を加え、同様に操作を行い、これらの吸光度を比較するとき、その差は 0.05 以下である。吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (259 nm): 557 ~ 577 (乾燥後, 0.02 g, 水, 2000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +5 ~ +7° (乾燥後, 0.5 g, 0.1 mol/L 塩酸, 200 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.030 g に移動相を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に本品 0.030 g 及びアデニン 0.035 g に移動相を加えて溶かし、100 mL

とする。この液 2 mL をとり、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 10 μ L につき次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、ビダラビン、アデニンの順に溶出する。試料溶液 10 μ L につき、標準溶液のクロマトグラムを参考にアデニンの保持時間が過ぎるまで試験するとき、ビダラビン以外のピークを認めない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用スルホン化シリカゲルを充填する。

カラム温度：室温

移動相：pH 4.6 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム緩衝液

流量：ビダラビンの保持時間が約 4 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき上記の条件で操作し、分離度を求め、4.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液のビダラビンのピークが約 6 cm になるように調整する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.080 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

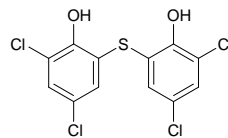
0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 13.362 mg $C_{10}H_{13}N_5O_4$

貯法 容器 気密容器。

100974

ピチオノール

Bithionol

 $C_{12}H_6Cl_2O_2S$: 356.05

本品を乾燥したものは定量するとき、ピチオノール ($C_{12}H_6Cl_2O_2S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～灰白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は無水エタノールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 100) 5 mL に塩酸第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 1564

cm^{-1} , 1454 cm^{-1} 及び 729 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 $187 \sim 190 \text{ }^\circ\text{C}$

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g を分解フラスコにとり、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し、更に強過酸化水素水 2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g を無水エタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。ただし、スポットの大きさは直径 6 ~ 10 mm とする。次に四塩化炭素/ヘキサン/イソプロパノール/水酢酸混液 (20 : 6 : 2 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長: 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, $105 \text{ }^\circ\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.15 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 35.605 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{16}\text{Cl}_4\text{O}_2\text{S}$$

貯法 容器 密閉容器。

109087

ヒドロキシエチルデンプン 200000

Hydroxyethylated Starch 200000

本品はモチトウモロコシデンプン (waxy sorghum starch) をエチレンオキシドでヒドロキシエチル化した後、部分加水分解したもので、平均分子量は約 200000 である。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシエトキシル基 [($\text{OC}_2\text{H}_4\text{OH}$: 61.06) として] 19.43 ~ 21.08 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール、イソプロパノール又はアセトンにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (3 ~ 50) の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 ~ 1000) 5 mL にヨウ素試液 1 滴

を加えるとき、液は赤色～赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 ~ 3000) 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗青緑色に変わる。更に薄めた硫酸 (1 ~ 2) 1 mL 又は水酢酸 1 mL を加えても液の色は変化しない。

旋光度 [α]_D²⁰: +180.0 ~ +188.0° (乾燥後, 3 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.15 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 2.0 mL を加える (0.48 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 窒素 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N: 14.007) の量は 0.010 % 以下である。ただし、分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし、加える水酸化ナトリウム溶液 (2 ~ 5) の量は 45 mL とする。

(6) 還元性物質 本品を乾燥し、その 3.00 g を正確に量り、水を加えて加温して溶かし、冷後、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖を $105 \text{ }^\circ\text{C}$ で 6 時間乾燥し、その 0.300 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL を正確に量り、アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1 ~ 40) 1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え、0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 2 mL)。

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である。

(7) イソプロパノール及びエチレングリコール 本品 5.0 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にイソプロパノール 0.025 g 及び水分測定用エチレングリコール 0.150 g を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2.0 μL ずつをとり、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行うとき、試料溶液のイソプロパノールのピーク高さは標準溶液のそれより小さい。また、試料溶液のエチレングリコールのピーク面積は標準溶液のそれより小さい。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 1.5 m のガラス製カラムに 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用多孔性ポリマーを充てんする。

カラム温度: $200 \text{ }^\circ\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス: ヘリウム

流量: 毎分 50 ~ 60 mL の一定量になるように調整する。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間).

強熱残分 1.50 % 以下 (1 g).

粘度

(1) ヒドロキシエチルデンプン 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100 mL とし, 試料溶液とする. 試料溶液及び水につき, 25 ± 0.02 ℃ で粘度測定法により試験を行うとき, 次の式によって計算される極限粘度は 0.14 ~ 0.20 である.

$$\text{極限粘度} = \frac{\ln \frac{\text{試料溶液の流下時間 (秒)}}{\text{水の流下時間 (秒)}}}{\text{試料の採取量 (g)}}$$

(2) 高分子分画 本品を乾燥し, その約 6 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100 mL とし, フラスコに移し, 25 ± 1 ℃ でかき混ぜながら, これに 7 ~ 13 % の沈殿を得るに必要な量のイソプロパノール (通例 100 ~ 110 mL) を徐々に加える. 次に 35 ℃ の水浴中で時々振り混ぜながら沈殿を溶かした後, 25 ± 1 ℃ で 15 時間以上放置し, 傾斜して上澄液を除き, 下層の沈殿を水浴上で蒸発乾固する. 残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥し, 乾燥物につき,

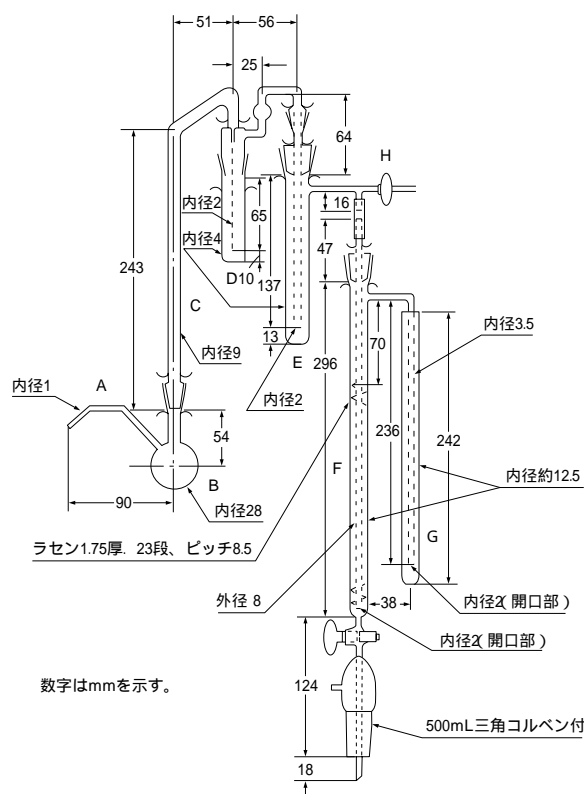
(1) を準用し, 極限粘度を計算するとき, 0.30 以下である.
(3) 低分子分画 本品を乾燥し, その約 6 g を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 100 mL とし, フラスコに移し, 25 ± 1 ℃ でかき混ぜながら, これに 87 ~ 93 % の沈殿を得るに必要な量のイソプロパノール (通例 140 ~ 200 mL) を徐々に加える. 次に 25 ℃ で遠心分離し, 上澄液を水浴上で蒸発乾固する. 残留物を 105 ℃ で 3 時間乾燥し, 乾燥物につき, (1) を準用し, 極限粘度を計算するとき, 0.05 以上である.

抗原性試験 本品 6.0 g を生理食塩液に溶かして 100 mL とし, 滅菌し, 試料溶液とする. この液につき, デキストラン 40 (日局) の抗原性試験に準じて試験を行うとき, これに適合する.

発熱性物質 本品 6.0 g をとり, 生理食塩液を加えて溶かし, 100 mL とする. この液につき, 試験を行うとき, これに適合する.

定量法

(1) 装置 図に示すものを用いる.



- 数字はmmを示す。
- A : 二酸化炭素導入管
 - B : 分解フラスコ
 - C : 空冷管
 - D : ガス洗浄器
 - E : ヨウ化エチル吸収管
 - F : エチレン吸収管
 - G : 臭素吸収管
 - H : ガラス共栓コック

(2) 操作法 本品を乾燥し, その 50 ~ 100 mg を精密に量り, 分解フラスコ B に入れ, ヨウ化水素酸 10 mL 及び沸騰石を加え, D には赤リン 0.5 g 及び液の高さが 3 cm 以上になる量のカドミウム溶液 (1 19) を入れる. E, F 及び G にはそれぞれ硝酸銀・エタノール試液 10 mL, ヒドロキシエチルデンプン 200000 用臭素・酢酸試液 15 mL 及びヨウ化カリウム溶液 (1 10) 10 mL をそれぞれ正確に入れ, 装置を組立て, A から二酸化炭素を 1 秒間に 1 ~ 2 気泡の速さで通じながら B を 140 ~ 145 ℃ で 90 分間加熱する. B 上部のガラス管内のくもりが消え, E 内容液がほとんど澄明になったとき, E を 50 ~ 60 ℃ の水浴中で加温し, E と F の間の連結を注意してとりはずす. F 及び G の内容液をヨウ化カリウム溶液 (1 10) 10 mL 及び水 150 mL を入れたヨウ素瓶に移し, F 及び G を水洗し, 洗液を合わせ, 栓をして 5 分間放置する. これに希硫酸 5 mL を加え, 0.05 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 2 mL). 同様の方法で空試験を行う.

$$\begin{aligned} & \text{F 及び G 中の } \text{OC}_2\text{H}_4\text{OH 含量 (a \%)} \\ & = \frac{0.05 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液の量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 3.053 \end{aligned}$$

E の内容液を 300 mL フラスコに入れ, 容器を水洗し,

洗液を合わせ、水を加えて約 150 mL とする。この液を沸騰するまで加熱し、冷後 0.05 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸第二鉄アンモニウム試液 3 mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

E 中の $\text{OC}_2\text{H}_4\text{OH}$ 含量 (b %)

$$= \frac{0.05 \text{ mol/L チオシアン酸アンモニウム液の量 (mL)}}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times 6.106$$

ヒドロキシエトキシル基の定量値を C (%) とすると

$$C = a + b$$

貯法 容器 気密容器。

111764

ヒドロキシエチルデンプン 400000

Hydroxyethylated Starch 400000

本品はモチトモロコシデンプン (waxy sorghum starch) をエチレンオキシドでヒドロキシエチル化した後、部分加水分解したもので、平均分子量は約 400000 である。

本品は定量するとき、ヒドロキシエトキシル基

〔 $\text{OC}_2\text{H}_4\text{OH}$: 61.06〕として 22.15 ~ 24.75 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、わずかに塩味がある。

本品は水に徐々に溶け、熱湯に溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトン、又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (3 50) の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にヨウ素試液 1 滴を加えるとき、液は赤色 ~ 赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 3000) 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を呈し、徐々に暗青緑色に変わる。さらに薄めた硫酸 (1 2) 1 mL 又は水酢酸 1 mL を加えても液の色は変化しない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +176.0 ~ +184.0° (乾燥後、塩化ナトリウム含量補正後, 3 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化ナトリウム 本品を乾燥し、その約 10 g を精密に量り、共栓フラスコに入れて水 100 mL を加え、加温して溶かし、冷後、振り混ぜながら硝酸 3 mL 及びニトロベンゼン 3 mL を加える。次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え、強く振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL）。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 5.844 mg NaCl

塩化ナトリウムの含量は 3.0 % 以下である。

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

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 窒素 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N: 14.007) の量は 0.05 % 以下である。ただし、分解に用いる硫酸の量は 10 mL とし、加える水酸化ナトリウム溶液 (2 5) の量は 45 mL とする。

(6) 還元性物質 本品を乾燥し、その 3.00 g を正確に量り、水を加えて加温して溶かし、冷後、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にブドウ糖を 105 °C で 6 時間乾燥し、その 0.300 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 500 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液それぞれ 5 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL ずつを正確に量り、アルカリ銅試液 5 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム溶液 (1 40) 1 mL 及び希硫酸 1.5 mL を加え、0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 2 mL）。

試料溶液に対する滴定量は比較液に対する滴定量以上である。

(7) アセトン及びエチレングリコール 本品 5.0 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にアセトン 1.25 g を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする (アセトン溶液)。エチレングリコール 0.15 g 及び上記アセトン溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確にとり、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2.0 μL ずつをとり、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行うとき、試料溶液のアセトン及びエチレングリコールのピーク面積は標準溶液のそれより小さい。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 1.5 m のガラス製カラムに 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用多孔性ポリマーを充てんする。

カラム温度：160 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：毎分 40 ~ 50 mL の一定量になるように調整する。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 6 時間)。

強熱残分 3.5 % 以下 (1 g)。

極限粘度

(1) ヒドロキシエチルデンプン 本品を乾燥し、その 0.2 ~ 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び水につき、25 ± 0.02 °C で粘度測定法により試験を行うとき、次の式によって計算される極限粘度は 0.21 ~ 0.28 である。

極限粘度

$$= \frac{\ln \frac{\text{試料溶液の流下時間 (秒)}}{\text{水の流下時間 (秒)}}}{\text{試料の採取量 (g)} \times [1 - (\text{塩化ナトリウム含量} \% \times \frac{1}{100})]}$$

ただし、塩化ナトリウム含量は純度試験 (2) で得られた値を用いる。

(2) 高分子分画 本品を乾燥し、その約 6 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、フラスコに

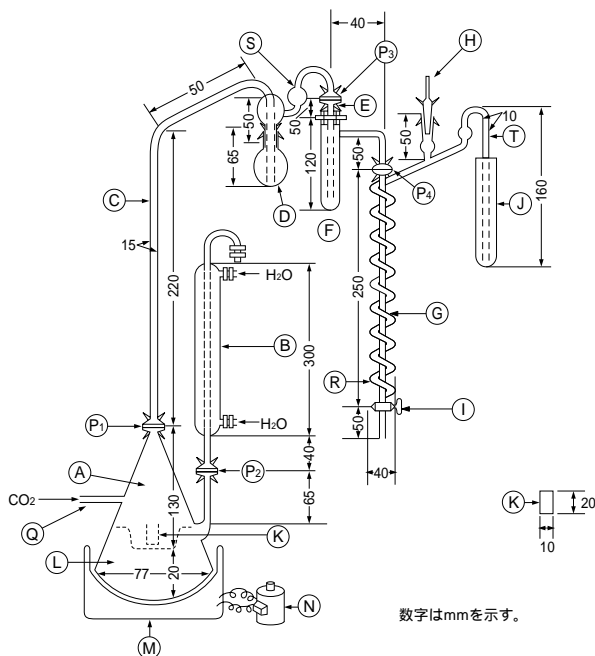
移し、 25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 5 ~ 10 % の沈殿を得るのに必要な量の無水エタノール（通例 165 ~ 170 mL）を徐々に加えた後、 25 ± 1 °C で遠心分離して上澄液を除き、沈殿に、脱水に必要な量のアセトン（通例 20 ~ 40 mL）を加え、激しくかき混ぜて沈殿を粉末状にし、傾斜して上澄液を除く。

残留物を一夜風乾した後、105 °C で 6 時間乾燥し、乾燥物につき (1) を準用して極限粘度を計算するとき、0.42 以下である（塩化ナトリウムの補正は行わない）。

(3) 低分子分画 本品を乾燥し、その約 6 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、フラスコに移し、 25 ± 1 °C でかき混ぜながら、これに 90 ~ 95 % の沈殿を得るに必要な量の無水エタノール（通例 260 ~ 290 mL）を徐々に加えた後、 25 ± 1 °C で遠心分離し、上澄液に 6 °C 以下で無水エタノールを更に 150 mL 加える。次に 6 °C 以下で遠心分離し、得られた沈殿に、脱水に必要な量のアセトン（通例 30 ~ 40 mL）を加え、激しくかき混ぜて沈殿を粉末状にし、傾斜して上澄液を除く。残留物を一夜風乾した後、105 °C で 6 時間乾燥し、乾燥物につき (1) を準用して極限粘度を計算するとき、0.10 以上である（塩化ナトリウムの補正は行わない）。

定量法 本品にヨウ化水素酸を加え、加熱して生じるヨウ化エチルを硝酸銀で、エチレンを臭素でそれぞれ吸収させ、過剰の硝酸銀をチオシアン酸アンモニウムで、臭素をチオ硫酸ナトリウムで逆滴定して、本品中のヒドロキシエトキシル基を定量する。装置は使用前によく洗浄し、完全に乾燥したものをを用いる。

(1) 装置 図に示すものを用いる。



- A : 分解フラスコ
- B : 還流冷却器
- C : 空冷管
- D : ガス洗浄器 (チオ硫酸ナトリウム・硫酸カドミウム試液 6 mL を入れる)
- E : ガス導入管
- F : ヨウ化エチル吸収管
- G : エチレン吸収管
- H : ガラス共栓
- I : ガラス共栓コック
- J : 臭素吸収管 (ヨウ化カリウム試液 10 mL を入れる)
- K : はかり管
- L : ジャケット (キシレン/*n* ブタノール混液 (19 : 1) でほぼ満たす)
- M : マントルヒーター
- N : 可変抵抗器
- P₁, P₂, P₃, P₄ : すり合わせ結合部
- Q : 二酸化炭素導入管
- R : 逆流止めフィルター
- S : ゴム栓
- T : ガス導出管部

(2) 試料の調製 本品 3 g をとり、水 50 mL を加え加温して溶かし、透析用セルロースチューブに入れ、一夜流水に対して透析後、更に水 2 L に対して 8 時間透析する。透析内液をろ紙でろ過し、ろ液にアセトン 1000 mL を加える。ゴム状の沈殿が生じた後傾斜してアセトンを除き、再びアセトン 100 mL を加え、沈殿が粉末状になるまで激しくかき混ぜる。沈殿を減圧ろ過して集め、一夜風乾したものを定量用試料とする。ヒドロキシエチルデンブンの含量はあらかじめ、試料 0.9 g を正確に量り、水に溶かして正確に 30 mL とした液につき、20 °C、層長 100 mm で比旋光度を測定し、次の式によって求めておく。

ヒドロキシエチルデンブンの含量 (%) = $[\alpha]_D^{20} \times 0.5556$

(3) 操作法 (2) で調製した試料の 50 ~ 70 mg を、はかり管 K を用いて精密に量り、分解フラスコ A の内側に挿入し、液状のフェノール 2 mL、無水プロピオン酸 2 mL、ヨウ化水素酸 17 mL 及び沸騰石数個を加える。別にヨウ化エチル吸収管 F に硝酸銀・エタノール試液 10 mL を正確に加え、ガス導入管 E をさし込み、E の下端が F の底から 1 ~ 2 mm 離れているようにゴム栓 S で固定する。各すり合わせ連結部 P₁, P₂, P₃, P₄ にシリコン樹脂を薄く塗り、A と還流冷却器 B 及び空冷管 C、C と E、F とエチレン吸収管 G をそれぞれ連結し、各連結部をクランプで締める。ついで、ガラス共栓 H からヒドロキシエチルデンブ 400000 用臭素・酢酸試液 10 mL を正確に G に量り、H を閉じる。二酸化炭素導入管 Q から二酸化炭素を通じ、E から 1 秒当たり 1 ~ 2 個の気泡が出るようにガス量を調節する。A をマントルヒーター M に入れ、ヨウ化水素酸が C の中央まで還流するように可変抵抗器 N を調節し、1 時間加熱する。加熱が終わった後、ガス洗浄器 D をはずし、ついで F、J を吸収液が逆流しないようにはずし、直ちに H より水を加え、ガラス共栓コック I を開き、G の内容液を 200 mL の共栓三角フラスコに洗い込む。ついで臭素吸収管 J の内容液と、J の内側及びガス導入部 T の内外を水で洗い、それぞれの洗液を、同じフラスコに入れる。希硫酸 5 mL を加え、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンブ 試液 1

mL)。(エチレン)

0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= ヒドロキシエトキシル基 3.053 mg

F の内容液を 300 mL の共栓三角フラスコに移し、F の内側及び E の内外を水で同じフラスコに洗い込む。この液を沸騰するまで加熱し、冷後、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する（指示薬：硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。(ヨウ化エチル)

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= ヒドロキシエトキシル基 6.106 mg

同様の方法で空試験を行い、補正する。

ヒドロキシエトキシル基の量 (%)

$$= \frac{\left\{ \frac{f}{2} (a_0 - a) + \frac{f}{2} (b_0 - b) \right\} \times 6.106 \times 100}{W_0}$$

a_0 : 空試験の 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定値 (mL)

a : 本試験の 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の滴定値 (mL)

b_0 : 空試験の 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液の滴定値 (mL)

b : 本試験の 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液の滴定値 (mL)

f : 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の規定度係数

$\frac{f}{2}$: 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液の規定度係数

W_0 : 分解フラスコ中に量った試料中のヒドロキシエチルデンプン量 (mg)

$$W_0 = W \times \frac{K}{100}$$

K : (2)「試料の調製」で求めたヒドロキシエチルデンプンの含量 (%)

W : 分解フラスコに量った試料の量 (mg)

抗原性試験 本品 6.0 g をとり、生理食塩液を加えて溶かし、100 mL とし、滅菌し、試料溶液とする。この液につき、デキストラン 40 (日局) の抗原性試験に準じて試験を行うとき、これに適合する。

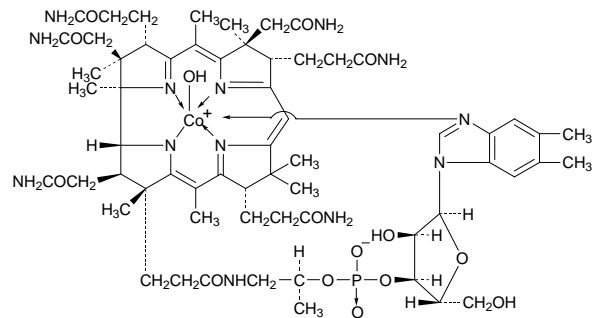
発熱性物質 本品 6.0 g をとり、生理食塩液を加えて溶かし、100 mL とする。この液につき、試験を行うとき、これに適合する。

貯法 容器 気密容器。

008208

ヒドロキシコバラミン

Hydroxocobalamin



$C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P$: 1346.36

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヒドロキシコバラミン ($C_{62}H_{89}CoN_{13}O_{15}P$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は暗赤色の結晶又は結晶性の粉末で、おおいはない。

本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノールに溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 275 nm, 350 ~ 352 nm 及び 522 ~ 530 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 , A_2 及び A_3 とするとき、 A_1/A_2 は 0.76 ~ 0.84, A_3/A_2 は 0.31 ~ 0.35 である。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を加えて混ぜ、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し、酢酸ナトリウム 0.5 g、希酢酸 0.5 mL 及び 1 ニトロソ 2 ナフトール 3 β ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1 : 500) 0.5 mL を加えるとき、液は直ちに赤色~だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5 mL を追加し、1 分間煮沸しても液の赤色は消えない。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、50 mL とした液の pH は 8.0 ~ 10.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.02 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は暗赤色澄明である。

(2) 他のコバラミン類

(i) 吸着剤

ジエチルアミノエチルセルロース ジエチルアミノエチルセルロース 10 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 100 mL を加え、均一になるまでよく混ぜた後、水 150 mL をかき混ぜながら加える。静置後、上澄液を傾斜して捨てる。更に水 150 mL を加えてよく混ぜ、吸引る過し、ろ液が中性になるまで水洗する。

カルボキシメチルセルロース カルボキシメチルセルロース

ス 10 g に薄めた塩酸 (9 200) 100 mL を加え、均一になるまでよく混ぜた後、水 150 mL をかき混ぜながら加える。静置後、上澄液を傾斜して捨てる。更に水 150 mL を加えてよく混ぜ、吸引ろ過し、ろ液が中性となるまで水洗する。

(ii) クロマトグラフ管

内径約 12 mm、長さ約 22 cm の管を用い、下部にはガラス繊維を入れる。

(iii) クロマトグラフ柱

ジエチルアミノエチルセルロースクロマトグラフ柱

(i) で得たジエチルアミノエチルセルロースに水 100 mL を加えて均一になるまでよく混ぜた後、これをクロマトグラフ管に入れ、約 145 mm の層になるように圧さく棒で詰め、次にガラス繊維を詰め、管の内壁に付着した吸着剤をガラス棒で押し下げて落とし、クロマトグラフ柱の上部から軽く押さえる。つづいて流出液が澄明で、pH が一定になるまで水洗する。

カルボキシメチルセルロースクロマトグラフ柱 (i) で得たカルボキシメチルセルロースに水 100 mL を加えて均一になるまでよく混ぜた後、これをクロマトグラフ管に入れ、約 100 mm の層になるように圧さく棒で詰め、次にガラス繊維を詰め、管の内壁に付着した吸着剤をガラス棒で押し下げて落とし、クロマトグラフ柱の上部から軽く押さえる。つづいて流出液が澄明で、pH が一定になるまで水洗する。

(iv) 試料溶液

本品約 0.05 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、薄めた塩酸 (9 100) を滴下して pH を 4.0 以下に調整する。

(v) 操作法

ジエチルアミノエチルセルロースクロマトグラフ柱の流出液がカルボキシメチルセルロースクロマトグラフ柱に入るようにそれぞれのクロマトグラフ管を固定し、試料溶液をジエチルアミノエチルセルロースクロマトグラフ柱に入れる。試料溶液が吸着剤に流入したとき、水で試料容器及びクロマトグラフ管の内壁を洗った後、更に加えて溶離する。最初に流出する無色の流出液は捨てる。つづいて流出する有色流出液が出はじめてから 48 mL を集め、水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 361 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定し、次式により他のコバラミン類の量を算出するとき、3.0 % 以下である。

他のコバラミン類の量 (%)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A}{207} \times 50000$$

(3) 酸性不純物 (2) の試験を行ったジエチルアミノエチルセルロースクロマトグラフ柱に塩化ナトリウム溶液 (1 100) を加えて溶出し、流出液 48 mL を集め、塩化ナトリウム溶液 (1 100) を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、塩化ナトリウム溶液 (1 100) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 351 ~ 361 nm の間の吸収の極大波長で吸光度 A を測定し、次式により酸性不純物の量を算出するとき、3.0 % 以下である。

酸性不純物の量 (%)

$$= \frac{1}{\text{試料の採取量 (mg)}} \times \frac{A}{190} \times 50000$$

乾燥減量 14 ~ 18 % (0.05 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 100 °C, 2 時間)。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液につき、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 351 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

ヒドロキシコバラミン (C₆₂H₈₉CoN₁₃O₁₅P) の量 (mg)

$$= \frac{A}{196} \times 10000$$

貯法

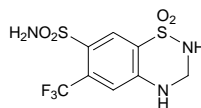
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 気密容器。

001514

ヒドロフルメチアジド

Hydroflumethiazide



C₈H₈F₃N₃O₄S₂: 331.29

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロフルメチアジド (C₈H₈F₃N₃O₄S₂) 98.0 ~ 102.0 % を含み、また、フッ素 (F: 19.00) 15.5 ~ 18.9 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 271 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg にクロモトプロ酸試液 5 mL を加えて 5 分間放置するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸 (1 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液は、フッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 1000 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、

波長 272 ~ 276 nm 及び 331 ~ 335 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 4.50 ~ 4.90 である。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(4) 芳香族第一アミン 本品 0.060 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 1 mL を正確に量り、希塩酸 3.0 mL、水 3.0 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 0.15 mL を加えて振り混ぜた後、1 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置する。この液につき、アセトン 1.0 mL に希塩酸 3.0 mL 及び水 3.0 mL を加えて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 518 nm における吸光度を測定するとき、0.10 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金るつば)。

定量法

(1) ヒドロフルメチアジド 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、200 mL のピーカーに入れ、ピリジン 80 mL を加えて溶かし、マグネソンのメタノール溶液 (1 1000) 4 滴を加え、液が飛散しないように注意しながら窒素を溶液中に穏やかに吹き込む。次に窒素吹き出し口を液面よりわずかに上げ、窒素を通じ、かき混ぜながら 0.5 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液で滴定する (電位差滴定法、アンチモン電極)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.5 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1 mL
= 82.82 mg $C_{27}H_{36}F_2O_6$

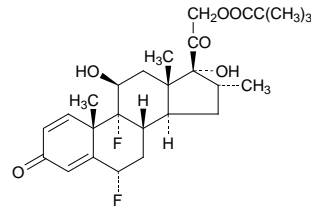
(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 4 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

008209

ピバル酸フルメタゾン

Flumetasone Pivalate



$C_{27}H_{36}F_2O_6$: 494.57

本品を乾燥したものは定量するとき、ピバル酸フルメタゾン ($C_{27}H_{36}F_2O_6$) 96.0 ~ 104.0 % を含み、またフッ素 (F: 19.00) 6.9 ~ 8.4 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、アセトニトリル、氷酢酸、ジクロロメタン又はニトロメタンに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg にニトロメタン 5 mL を加えて溶かし、無水塩化アルミニウム 0.2 g を加えて振り混ぜるとき、緑色の蛍光をもった濃い黄色を呈する。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加えて溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品及びピバル酸フルメタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとピバル酸フルメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びピバル酸フルメタゾン標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

(4) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法によって分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +69 ~ +77° (乾燥後, 0.1 g, アセトン, 10 mL, 100 mm)。

融点 269 ~ 273 °C

純度試験 他のステロイド 本品 0.020 g をとり、アセトン 2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にピバル酸フルメタゾン標準品 0.020 g をとり、アセトン 20 mL を加え、この液 3 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/アセトニトリル/水混液 (500:90:3) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 2) を均等に噴霧し、110 °C で 30 分間加熱するとき、

試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (0.2 g, 白金るつば)。

定量法

(1) ビバル酸フルメタゾン 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

ビバル酸フルメタゾン ($C_{27}H_{36}F_2O_6$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{332} \times 20000$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

109401

ビフィズス菌

Bifidobacterium

本品はビフィズス菌 (Bifidobacterium) の生菌菌体を集め、乾燥した後、デンプン、乳糖、白糖など適当な賦形剤又はそれらの混合物と混合して製したものである。

本品は定量するとき、1 g 中にビフィズス菌の生菌を $1 \times 10^8 \sim 2 \times 10^{12}$ 個含む。

性状 本品は白色～わずかに黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

確認試験

(1) スライドグラス上に 1 白金耳量の水をとり、これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり、かき混ぜて懸濁し、適当な大きさに広げた後、室温又は遠火で乾燥する。次に 2～3 回小炎の中を通過させて固定した後、「ラクトミン」のグラム染色法の (1) 又は (2) により染色し、これを鏡検するとき、濃紫色に染まったこん棒状、わん曲状及び Y 字状などの桿菌を認める。

(2) 定量法で得た集落をとり、ビフィズス菌試験用液状培地 (1) 又はビフィズス菌試験用液状培地 (2) 50 mL に接種する。36±1 °C で 24～72 時間嫌気培養した後、培養液を遠心分離し、上澄液 20 mL を分液漏斗にとる。これに希硫酸 5 mL 及びエーテル 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、エーテル層を分取し、水 10 mL を加え、振り混ぜた後、水層を除き、エーテル層を水浴上で加温してエーテルを留去する。残留物を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。フェノール溶液 (1/100) 10 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加え、これに試料溶液 5 mL を加えるとき、液の青紫色は黄色に変わる。

(3) (2) で得た遠心分離後の上澄液 20 mL をとり、希硫酸 5 mL を加えて水蒸気蒸留を行う。この留液約 20 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液で中和した液は酢酸塩の定

性反応 (3) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、希釈液 (1) 又は希釈液 (2) 30 mL 中に加え、強く振り混ぜ、更に同希釈液を加えて正確に 50 mL とし、よく振り混ぜ、この液 1 mL を正確に量り、別に正確に分注した同希釈液 9 mL 中に加える操作 (10 倍希釈法) を繰り返し、1 mL 中に生菌を 200～2000 個含む濃度 (1) 又は 20～200 個含む濃度 (2) に希釈し、それぞれ試料溶液 (1) 又は試料溶液 (2) とする。これらの試料溶液を用い、次の操作 (1)、(2) 又は (3) を行った後、出現した集落数を数え、平均集落数を求める。

操作 (1) あらかじめ 45～48 °C に保ったビフィズス菌試験用カンテン培地 (1) 又はビフィズス菌試験用カンテン培地 (2) を 20 mL ずつ 3 枚のペトリ皿に分注して平板に固め、適度に表面を乾燥した後、試料溶液 (1) を 0.1 mL ずつ加え、コンラージ棒で一様に塗布した後、36±1 °C で 48～72 時間嫌気培養する。

試料 1 g 中の生菌数 (個)

$$= \text{平均集落数} \times 50 \times \text{希釈倍数} \times 10 / \text{試料採取量 (g)}$$

希釈倍数: 10 倍希釈法による希釈倍数

操作 (2) あらかじめ 45～48 °C に保ったビフィズス菌試験用カンテン培地 (1) 又はビフィズス菌試験用カンテン培地 (2) を 5 mL ずつ 3 枚のペトリ皿に分注して固めた後、試料溶液 (2) を 1 mL ずつ加える。更に 45～48 °C に保った同培地を 10 mL ずつ加えてすばやく混和し、固める。必要ならば更に同培地 5 mL を加えて重層し、固めた後、36±1 °C で 48～72 時間嫌気培養する。

試料 1 g 中の生菌数 (個)

$$= \text{平均集落数} \times 50 \times \text{希釈倍数} / \text{試料採取量 (g)}$$

操作 (3) あらかじめ 45～48 °C に保ったビフィズス菌試験用カンテン培地 (1) 又はビフィズス菌試験用カンテン培地 (2) を 9 mL ずつ 3 本の試験管に分注し、これに試料溶液 (2) を 1 mL ずつ加え、すばやく混和し、この液を直ちに氷水中に入れ、冷却して固め、その上に溶かした同培地 1～2 mL を加えて重層し、固める (A 法) か、又はこの液を 2 mL のメスピペットに吸い上げ、そのまま横にして固まらせる (B 法)。36±1 °C で 48～72 時間嫌気培養する。

A 法 試料 1 g 中の生菌数 (個)

$$= \text{平均集落数} \times 50 \times \text{希釈倍数} / \text{試料採取量 (g)}$$

B 法 試料 1 g 中の生菌数 (個)

$$= \text{平均集落数} \times 50 \times \text{希釈倍数} \times 5 / \text{試料採取量 (g)}$$

貯法 容器 気密容器。

培地及び希釈液 培地及び希釈液で 2 種類あるものは、本品中のビフィズス菌に適したものを使用する。また、カンテンの配合量は適宜増減してもよい。

1. ビフィズス菌試験用液状培地 (1)

牛肉・肝臓浸出液	1000	mL
カゼイン製ペプトン	10	g
ブドウ糖	10	g
ポリソルベート 80	1	g
L シスチン	0.5	g

(あらかじめ約 2 mL の希塩酸に溶かして添加する.)

pH 7.0 ~ 7.2

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 10 分間加熱して滅菌した後、使用する。

2. ビフィズス菌試験用液状培地 (2)

ブタ肝臓浸出液	1000	mL
カゼイン製ペプトン	20	g
乳糖	20	g
ブドウ糖	10	g
塩化ナトリウム	5	g
リン酸二水素カリウム	4	g
L グルタミン酸ナトリウム	2	g
L シスチン	2	g

(あらかじめ 10 ~ 20 % の水酸化ナトリウム溶液に溶かして添加する.)

pH 6.6 ~ 6.8

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 12 分間加熱して滅菌した後、使用する。

3. ビフィズス菌試験用カンテン培地 (1)

ウシ肝臓浸出液	150	mL
獣肉製ペプトン	10	g
カゼイン製ペプトン	5	g
酵母エキス	5	g
肉エキス	3	g
大豆製ペプトン	3	g
ブドウ糖	10	g
リン酸一水素カリウム	1	g
リン酸二水素カリウム	1	g
デンプン	0.5	g
L 塩酸システイン	0.5	g
硫酸マグネシウム	0.2	g
塩化ナトリウム	0.01	g
硫酸第一鉄	0.01	g
硫酸マンガン	7	mg
ポリソルベート 80	1	g
カンテン	15	g
ウマ血液 (又はヒツジ血液)	50	mL
精製水	790	mL

pH 7.1 ~ 7.3

血液以外の成分を加温して溶かし、pH を 7.2 に調整し、高圧蒸気滅菌器を用いて 115 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、約 50 °C に冷やし、血液を加えて使用する。

4. ビフィズス菌試験用カンテン培地 (2)

ビフィズス菌試験用液状培地 (2) にカンテン 15 g を加える。

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

pH 6.7 ~ 6.9

5. 希釈液 (1)

カゼイン製ペプトン	1	g
塩化ナトリウム	5	g
精製水	1000	mL

pH 6.8 ~ 7.0

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

6. 希釈液 (2)

無水リン酸一水素ナトリウム	6.0	g
リン酸二水素カリウム	4.5	g
ポリソルベート 80	0.5	g
L 塩酸システイン	0.5	g
カンテン	1.0	g
精製水	1000	mL

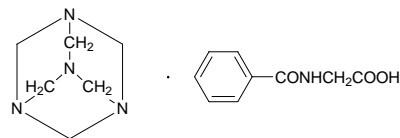
pH 6.8 ~ 7.0

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

008210

ヒプル酸メテナミン

Methenamine Hippurate


 $C_8H_{12}N_4 \cdot C_9H_9NO_3 : 319.36$

本品を乾燥したものは定量するとき、ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 : 140.19$) 42 ~ 46 % 及び馬尿酸 ($C_9H_9NO_3 : 179.17$) 54 ~ 58 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルに溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は約 4.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 10) 1 mL にサリチル酸 0.1 g を加え、硫酸 5 mL を徐々に加えて加温するとき、液は持続する暗赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 10) 1 mL に希硫酸 3 mL を加えて加熱し、冷後、水酸化ナトリウム試液 8 mL を加えて再び加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 1 g に水 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 2 mL を加え、時々振り混ぜながらしばらく放置する。析出した結晶をガラスろ過器 (G 3) を用いてろ取し、水 30 mL でじゅうぶん洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点 (分解) は 187 ~ 192 °C である。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 223 ~ 227 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品及びヒプル酸メテナミン標準品を乾燥し、赤外吸

収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとヒプル酸メテナミン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びヒプル酸メテナミン標準品をイソプロパノールに溶かした後、イソプロパノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に水 28 mL を加えて溶かし、希硝酸 12 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.5 mL を加える (0.071 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 38 mL を加えて溶かし、希塩酸 2 mL を加えて混和し、30 分間放置した後、ろ過する。ろ液 20 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.5 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 4.0 g に水 48 mL を加えて溶かし、希塩酸 2 mL を加えて混和した後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、アンモニア試液を加えて中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 0.27・kPa 以下, 60 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) ヘキサミン 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水 100 mL 及び希塩酸 25 mL を加え還流冷却器を付け、15 分間加熱する。冷後、冷却器を水で洗い込み、更に水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL を正確に量り、あらかじめフラスコ中で氷冷したネスラー試液* 20 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (3/20) 10 mL の混液に加え、フラスコの内壁を少量の水で洗い込み 30 分間放置する。次いでフラスコの内壁を水/氷酢酸混液 (3:2) 10 mL で洗い込み、0.05 mol/L ヨウ素液 40 mL を正確に加えて混和し、直ちに過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンブン試液 2 mL)。

別に希塩酸 2.5 mL に水 7.5 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行う。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL} = 1.1682 \text{ mg C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$$

(2) 馬尿酸 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 17.917 \text{ mg C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$$

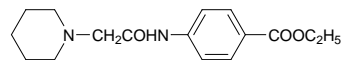
貯法 容器 気密容器。

109089

ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル

Ethyl *p* Piperidinoacetylaminobenzoate

ピペリジルアセチルアミノ安息香酸エチル

C₁₈H₂₂N₂O₃: 290.36

本品を乾燥したものは定量するとき、ピペリジノアセチルアミノ安息香酸エチル (C₁₈H₂₂N₂O₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 滴を加えて溶かし、ヨウ素試液を滴加するとき、褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水 5 mL 及び希塩酸 5 滴を加えて溶かし、ライネッケ塩試液を滴加するとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、15 分間煮沸し、冷却した後、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1/100) 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(4) 本品のエタノール溶液 (1/100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm に吸収の極大を示す。

融点 83 ~ 88 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.50 g に希塩酸 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.10 g に中和エタノール 10 mL を加えて溶かし、水 10 mL を加えた後、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液の色は紅色である。

(3) 塩化物 本品 0.6 g にエタノール 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL, エタノール 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.027 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 0.20 g に希塩酸 1.5 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.084 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) アミノ安息香酸エチル 本品 0.10 g をとり、希塩酸 10 mL を加えて溶かし、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液 (1/100) 1.0 mL を加えるとき、液の色

は次の比較液より濃くない。

比較液：アミノ安息香酸エチル 0.010 g に希塩酸を加えて溶かし、100 mL とする。この液 1.0 mL に希塩酸を加えて 10 mL とし、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの希塩酸溶液（1 : 100）1.0 mL を加える。

（7）硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g、シリカゲル、3 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 40 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

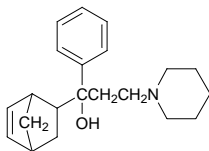
0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.518 mg $C_{16}H_{22}N_2O_3$

貯法 容器 密閉容器。

100926

ビペリデン

Biperiden



$C_{21}H_{29}NO$: 311.46

本品を乾燥したものは定量するとき、ビペリデン（ $C_{21}H_{29}NO$ ）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、エーテルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品 0.02 g にリン酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は緑色を呈する。

（2）本品 0.2 g に水 100 mL 及び薄めた塩酸（1 : 2）0.5 mL を加え、加熱して溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 mL に臭素試液 5 ~ 6 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

（3）（2）の試料溶液 5 mL に薄めた硫酸（1 : 10）1 mL を加えて振り混ぜ、過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき、試液の色は消える。

（4）本品 0.05 g に希塩酸 1 mL 及び水 50 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 252 nm、256 ~ 258 nm 及び 262 ~ 264 nm に吸収の極大を示し、波長 253 ~ 255 nm 及び 259 ~ 261 nm に吸収の極小を示す。

融点 112 ~ 115 °C

純度試験

（1）溶状 本品 0.20 g に水 100 mL 及び薄めた塩酸（1 : 2）0.5 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷却する

とき、液は無色澄明である。

（2）塩化物 本品 1.0 g に水 100 mL を加え、70 °C の水浴中で 5 分間振り混ぜながら加熱し、冷後、ろ過し、ろ液 40 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える（0.022 % 以下）。

（3）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（4）ヒ素 本品 1.0 g をケルダールフラスコにとり、硫酸 5 mL を加え、硝酸 2 mL を徐々に加えた後、静かに加熱する。更に時々硝酸 1 ~ 2 mL ずつを追加して液が無色 ~ 淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL を加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ~ 3 mL とする。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（5）類縁物質 本品 0.40 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液（80 : 15 : 2）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を 10 分間風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g、80 °C、4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.146 mg $C_{21}H_{29}NO$

貯法

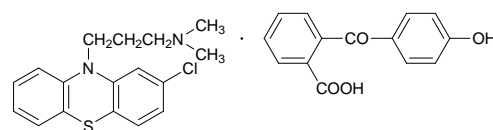
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101400

ヒベンズ酸クロルプロマジン

Chlorpromazine Hibenzate



$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$: 561.09

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒベンズ酸クロルプロマジン（ $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$ ）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、アセトン又はクロロホルムに溶けにくく、エタノール又はエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、エーテル 20 mL ずつで 3 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 3 回洗い、エーテル層を分取する。このエーテル抽出液 20 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物に 0.05 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) のエーテル抽出液 30 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加えて溶かし、この液を 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL に加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 30 分間放置する。析出した結晶をろ取り、メタノール少量で洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 175 ~ 179 °C である。

(3) (1) の水層をとり、希塩酸 10 mL を加え、時々振り混ぜながらしばらく放置する。析出した結晶をろ取り、水少量で洗った後、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 210 ~ 215 °C である。

融点 172 ~ 175 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサノール/アセトン/ジエチルアミン混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たクロルプロマジン及びヒベンズ酸 (原点) 以外のスポットは、標準溶液から得たクロルプロマジンのスポットより小さくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、氷酢酸 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 56.11 \text{ mg } C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$$

貯法

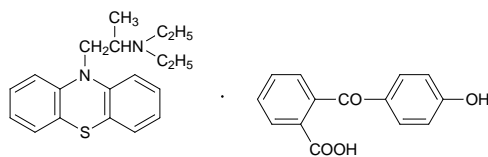
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

008212

ヒベンズ酸プロフェナミン

Profenamine Hybenzate



$C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$: 554.70

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒベンズ酸プロフェナミン ($C_{19}H_{24}N_2S \cdot C_{14}H_{10}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 190 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は赤色を呈し、放置するとき、徐々に濃赤色となる。この液を 2 分し、一部を直火で加熱するとき、液は褐色を経て赤紫色となる。他の一部に重クロム酸カリウム試液 1 滴及び水 3 mL を加えるとき、液は帯褐赤色を呈する。

(2) 本品 0.3 g に炭酸カリウム溶液 (1 : 5) 10 mL を加え、エーテル 15 mL ずつで 3 回抽出する (水層は (3) の試験に用いる)。エーテル抽出液を合わせ、蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加え、加温して溶かし、これを 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL に加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 30 分間放置する。結晶をろ取り、少量のメタノールで洗った後、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、その融点は 139 ~ 143 °C (分解) である。

(3) (2) の水層をとり、希塩酸 10 mL を加え、時々振り混ぜながらしばらく放置する。析出した結晶をガラスろ過器 (G 4) を用いてろ取り、水で洗った後、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 210 ~ 215 °C である。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm 及び 285 ~ 290 nm に吸収の極大を示し、波長 266 ~ 271 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルム/メタノール混液 (7 : 3) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (7 : 3) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール

ル/薄めたアンモニア試液(9 50)混液(5:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得たプロフェナミン及びヒベンズ酸以外のスポットは標準溶液から得たプロフェナミンのスポットより大きくなり、かつ濃くない。本操作は遮光しながら行う。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 ~ 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 55.47 mg C₁₉H₂₄N₂S · C₁₄H₁₀O₄

貯法

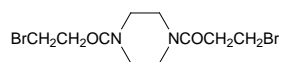
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

105222

ピポブロマン

Pipobroman



C₁₀H₁₆Br₂N₂O₂: 356.05

本品を乾燥したものは定量するとき、ピポブロマン(C₁₀H₁₆Br₂N₂O₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 2 mg に水 2 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、塩酸ヒドロキシルアミン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液(3 25) 2 mL を加えて 30 分間放置する。次いで希塩酸を加えて酸性とし、塩化第二鉄試液 2 mL を加えるとき、液はだいたい赤色~赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g をるつぼにとり、無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよくかき混ぜた後、徐々に加熱して完全に分解する。残留物に熱湯 5 mL を加えて溶かし、冷後、酢酸を加えて酸性とし、ろ過する。ろ液は臭化物の定性反応(1)を呈する。

融点 102 ~ 106 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 臭化物 本品 1.0 g をとり、水 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、プロムフェノールブルー試液 1 滴を加え、

次いで希硝酸を滴加して酸性とする。これにメタノール 100 mL を加え、よく振り混ぜて溶かした後、ジフェニルカルバゾン試液 3 mL を加える。次いで 0.01 mol/L 酢酸第二水銀液 4.0 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 減圧, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化カリウム・メタノール液 25 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱する。冷後、水 75 mL 及び希硝酸 20 mL を加えて振り混ぜ、次いで 0.1 mol/L 硝酸銀液 20 mL を正確に加えて振り混ぜた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する(指示薬: 硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

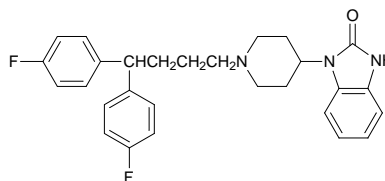
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 17.803 mg C₁₀H₁₆Br₂N₂O₂

貯法 容器 気密容器。

105192

ピモジド

Pimozide



C₂₈H₂₉F₂N₃O: 461.55

本品は定量するとき、ピモジド(C₂₈H₂₉F₂N₃O) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の粉末で、におい及び味はない。本品は水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を白金るつぼにとり、金属ナトリウムの小片を加え、注意して徐々に加熱し、炭化した後、強熱して分解する。冷後、注意して水 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 0.5 mL をとり、ジルコニル・アリザリン S 試液 1 滴を加えるとき、液の色は赤色から黄色に変わる。

(2) 本品 0.05 g に、希酢酸 100 mL を加えて溶かした液 5 mL にドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿又は混濁を生じる。

(3) 本品 0.04 g にメタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 268 nm, 273 ~ 275 nm 及び 280 ~ 284 nm に吸収の極大を、また、波長 246 ~ 250 nm, 268 ~ 270 nm 及び 275 ~ 277 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 1695 cm⁻¹, 1502 cm⁻¹, 1482

cm^{-1} , 1220 cm^{-1} 及び 754 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 $214 \sim 218 \text{ }^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $10 \mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/氷酢酸/水混液 ($8:2:1$) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に $80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ で 30 分間乾燥する。冷後、ヨウ素蒸気を満たした槽中に 30 分間放置した後、観察するとき、試料溶液から得た主スポットを除くスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5% 以下 (1 g , $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.10% 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.07 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 25 mL を加えて溶かし、 0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 $1 \text{ mL} = 9.230 \text{ mg C}_{28}\text{H}_{29}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}$

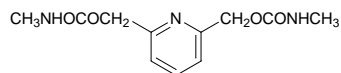
貯法 容器 密閉容器。

100090

ピリジノール カルバメート

Pyridinol Carbamate

2β ピリジンジメタノールビス (N メチルカルバメート)



$\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_4$: 253.25

本品を乾燥したものは定量するとき、ピリジノールカルバメート ($\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_4$) 98.5% 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加え、徐々に加熱し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、液は混濁する。

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 0.3 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし、ピクリン酸飽和エタノール溶液 10 mL を加え、水浴上で 5 分間加温した後、冷却する。生じた沈殿をろ取り、エタノールから再結晶し、 $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$ で 2 時間乾燥するとき、その融点は $148 \sim 153 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (分解) である。

(4) 本品の水溶液 ($1:50000$) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 $261 \sim 265 \text{ nm}$ に吸収の極大を示す。

融点 $136 \sim 139 \text{ }^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 $5 \mu\text{L}$ ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 ($15:2$) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5% 以下 (1 g , $105 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10% 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 $1 \text{ mL} = 25.325 \text{ mg C}_{11}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_4$

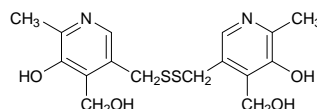
貯法 容器 気密容器。

105747

ピリチオキシン

Pyriothioxin

ピリチノール



$\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$: 368.47

本品を乾燥したものは定量するとき、ピリチオキシン ($\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$) 98.0% 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、におい及び味はない。
 本品は酢酸に溶けやすく、水、エタノール又はクロロホルムにほとんど溶けない。
 本品は希塩酸に溶ける。
 融点：約 218 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 1000) 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい褐色を呈し、次に塩酸 1 滴を加えるとき、黄色に変わる。
- (2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 1000) 1 mL に新たに製した 2 β ジプロムキノクロイミドのエタノール溶液 (1 → 4000) 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。また、本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 1000) 1 mL にホウ酸の飽和溶液 1 mL を加えた後、同様の操作を行うとき、液は青色を呈しない。
- (3) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 酢酸鉛試液混液 (5 : 2) 7 mL を加えて加温するとき、液は黄色から褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。
- (4) 本品の希硫酸溶液 (1 → 1000) 10 mL にヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加え、更にカドミウム末 2 g を加えて激しく振り混ぜるとき、液の色は徐々に脱色する。
- (5) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 294 ~ 298 nm に吸収の極大を示し、波長 258 ~ 262 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g に希塩酸 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 5.0 g に水 90 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.042 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 (2) のろ液 20 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。
- (4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (5) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。
- (6) 遊離イオウ 本品 0.50 g に希塩酸 50 mL を加えて溶かし、ベンゼン 20 mL を加えて激しく振り混ぜる。ベンゼン層を分取し、その 10 mL をとり、100 mL の共栓フラスコに入れ、金属ナトリウムの新しい切片 0.05 g を加えて 1 分間静かに振り混ぜた後、エタノール 10 mL を加え、金属ナトリウムの小片が消失するまで放置する。更に酢酸亜鉛試液 10 mL 及び水 60 mL を加えて穏やかに振り混ぜた後、*N,N* ジメチル *p* フェニレンジアミン試液 10 mL を層積し、直ちに硫酸アンモニウム鉄 (Ⅲ) 試液* 2 mL を加え、激しく振り混ぜて放置するとき、水層の色は淡緑青色～青色を呈しない。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし、電極としてガラス甘汞を用いる。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.424 mg $C_{16}H_{20}N_2O_4S_2$

貯法

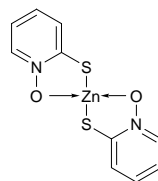
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107764

ピリチオン亜鉛

Zinc Pyrithione



$(C_5H_4ONS)_2Zn$: 317.70

本品を乾燥したものは定量するとき、ビス (2 ピリジルチオオ 1 オキシド) 亜鉛 [$(C_5H_4ONS)_2Zn$] 90.0 % 以上を含む。

性状 本品は帯黄灰白色の粉末で、においはない。

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：225 ~ 235 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の約 5 mg を試験管に取り、2 A ジニトロクロロベンゼン 10 mg を加え、小火焰上で約 1 分間加熱する。これに水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤褐色を呈する。
- (2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液を加えるとき、暗緑色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 10 mg を小試験管に取り、金属ナトリウムの小片を加えて、ガラス棒でよくかき混ぜながら小火焰上で加熱熔融した後、あらかじめ蒸発皿に水 5 mL をとり、その中で試験管を破碎し内容物を溶解する。溶液をろ過し、そのろ液に酢酸鉛試液を加えるとき、黒色の沈殿を生じる。
- (4) 本品 1 g をとり、灰化し、その残留物に希塩酸を加えて溶かした液は亜鉛塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 2.5 g をとり、灰化した後、水 100 mL を加え 5 分間煮沸し、冷後、水を加えて全量を 100 mL とした後ろ過する。ろ液 25 mL を検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.025 % 以下)。
- (2) ヒ素 本品 0.20 g に硝酸カリウム 0.5 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.5 g を混ぜ、強熱して融解する。冷後、希硫酸 15 mL を加えて溶かし、白煙が生じるまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 A を用いる方法により、試験を行う (10 ppm 以下)。
- (3) 鉛 本品 1.0 g をとり、濃硝酸 20 mL を加えてよ

く振り混ぜ、加熱して溶かした後、更に加熱を続け、液が約 7 mL となるまで濃縮する。次に、室温まで急冷し、水を加えて 100 mL とし試料溶液とする。この液 20 mL につき、鉛試験法により試験を行う (25 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 45.6 ~ 52.2 % (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、500 mL のヨウ素フラスコに入れ、これに塩酸 20 mL を加えて溶解する。更に水 200 mL を加え、0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 15.885 mg (C₅H₄ONS)₂Zn

貯法

保存条件 遮光して保存する。

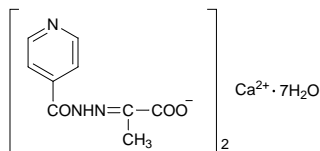
容器 気密容器。

103127

ビルビン酸カルシウムイソニアゾン

Pyruvic Acid Calcium Isoniazide

イソニアジドビルビン酸カルシウム



C₁₃H₁₆CaN₂O₆ · 7H₂O : 578.54

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ビルビン酸イソニアゾン (C₅H₄N₂O₃ : 207.19) 89.5 ~ 93.5 % 及びカルシウム (Ca : 40.08) 8.5 ~ 9.2 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に溶けにくく、無水エタノールにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.2 g にアンモニア試液 2 mL 及び水 3 mL を加えて溶かし、硝酸銀・アンモニア試液 1 mL を加えて加温し、放置するとき、液は混濁して濃暗灰色を呈し、試験管壁に銀鏡を生じる。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL を加えて溶かし、ヨウ素試液 2 mL を加えて放置するとき、黄色の沈殿を生じ、ヨードホルムのおいを発する。

(3) 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液を加えて中性とした後、ろ過する。ろ液はカルシウム塩の定性反応(1)及び(3)を呈する。

(4) 本品 0.01 g に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、500 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 268 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 15 mL を加えて溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) イソニアジド 本品 1.0 g を遠心沈殿管にとり、ジメチルホルムアミド 20 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、遠心分離 (10000 min⁻¹, 5 分間) し、上澄液を試料溶液とする。別にイソニアジド (日局) 0.010 g をとり、ジメチルホルムアミドを加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2 mL ずつを正確に共栓試験管に量り、無水エタノール 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜた後、ブルーテトラゾリウム・エタノール試液 (1 : 1000) 1 mL 及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシドの無水エタノール溶液 (1 : 20) 1 mL をそれぞれ正確に加え、更によく振り混ぜた後、室温で 15 分間放置する。次に氷酢酸 1 mL 及び水 10 mL をそれぞれ正確に加え、よく振り混ぜた液につき、別にジメチルホルムアミド 2 mL を正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 530 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、A_T は A_S より大きくない。

水分 19.0 ~ 23.0 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) ビルビン酸イソニアゾン 本品約 3 g を精密に量り、1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を加えて溶かし、水 100 mL を加え、1 mol/L 塩酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし、初めの変曲点から次の変曲点までの量を消費量とする。

1 mol/L 塩酸 1 mL = 207.19 mg C₅H₄N₂O₃

(2) カルシウム 本品約 0.5 g を精密に量り、弱く加熱して炭化した後、強熱して灰化する。冷後、残留物に水 2 mL 及び希塩酸 5 mL を加えて溶かし、300 mL のフラスコに入れ、水 80 mL で洗い込み、ピュレットから 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 10 mL を加える。次に 8 mol/L 水酸化カリウム試液 5 mL 及び NN 指示薬 0.1 g を加え、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定を続け、前後の 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液の消費量を合わせる。ただし、滴定の終点は液の赤色が消え、青色を呈するときとする。

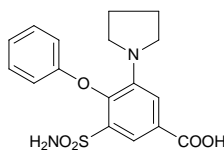
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 2.0039 mg Ca

貯法 容器 密閉容器。

108620

ピレタニド

Piretanide

C₁₇H₁₈N₂O₅S : 362.40

本品を乾燥したものを定量するとき、ピレタニド (C₁₇H₁₈N₂O₅S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかににおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール又はピリジンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 225 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし、硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜる。更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡緑色を呈する。

(2) 本品を pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液に溶かした液 (1 : 40000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 277 nm 及び 340 ~ 344 nm に吸収の極大を示し、255 ~ 259 nm 及び 309 ~ 313 nm に吸収の極小を示し、268 nm 付近に吸収の肩を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1697 cm⁻¹, 1588 cm⁻¹, 1336 cm⁻¹ 及び 1221 cm⁻¹ の付近に吸収を認める。

吸光度 E_{1%}^{1cm} (275 nm): 255 ~ 269 (乾燥後, 25 mg, pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液, 2000 mL)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.8 g に水 75 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 75 mL とし、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える (0.030 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.032 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製

し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メチルエチルケトン/氷酢酸混液 (50 : 50 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.240 mg C₁₇H₁₈N₂O₅S

貯法

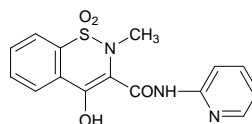
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108401

ピロキシカム

Piroxicam

C₁₅H₁₃N₃O₃S : 331.35

本品を乾燥したものは定量するとき、ピロキシカム (C₁₅H₁₃N₃O₃S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに溶けやすく、2-メトキシエタノールにやや溶けにくく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 201 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg を試験管にとり、水酸化ナトリウム 0.5 g を加え、加熱して融解する。冷後、塩酸 1 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸メタノール試液溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm 及び 332 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により測定するとき、波数 3340 cm⁻¹, 1630 cm⁻¹, 1532 cm⁻¹, 1352 cm⁻¹, 1150 cm⁻¹ 及び 774 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム/メタノール混液 (2:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (2:1) を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (2:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/強アンモニア水混液 (180:20:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を 100 $^{\circ}$ C で 15 分間乾燥する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、2-メトキシエタノール 100 mL に溶かし、水 50 mL を加え、0.2 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: クレゾールレッド試液 10 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

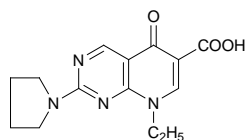
$$0.2 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 66.27 \text{ mg C}_{15}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$$

貯法 容器 気密容器。

105230

ピロミド酸

Piromidic Acid



$\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_3$: 288.30

本品を乾燥したものは定量するとき、ピロミド酸 ($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品はギ酸に溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、ジメチルホルムアミドに極めて溶けにくく、水、メタノール、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 305 ~ 310 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品に紫外線を照射するとき、淡青白色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.01 g に、硫酸 0.5 mL を加えて溶かすとき、液は濃黄色を呈する。これに水 10 mL を加えるとき、微黄色～淡黄白色の沈殿を生じ、更に紫外線を照射するとき、淡青白色の蛍光を発する。

(3) 本品 0.075 g に水酸化ナトリウム試液を加えて溶か

し、50 mL とする。この液 1 mL をとり、水を加えて 500 mL とした液につき、薄めた水酸化ナトリウム試液 (1/500) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271 ~ 275 nm 及び 330 ~ 334 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 40 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、次いで希硝酸 10 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL、水酸化ナトリウム試液 5 mL、希硝酸 11 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 40 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、次いで希塩酸 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液 30 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL、水酸化ナトリウム試液 5 mL、希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 2 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液 (5:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 10 分間風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加えてよく振り混ぜながら、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する。終点近くで不溶物があれば、穏やかに加温して溶かし、冷後、滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

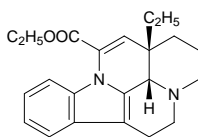
$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.830 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_3$$

貯法 容器 気密容器。

108653

ビンボセチン

Vinpocetine



C₂₂H₂₆N₂O₂ : 350.45

本品を乾燥したものは定量するとき、ビンボセチン (C₂₂H₂₆N₂O₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、ジメチルホルムアミド又は無水酢酸にやや溶けにくく、アセトニトリル、メタノール、エタノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品及びビンボセチン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとビンボセチン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 0.7 mL に溶かし、テトラメチルシランを内標準として核磁気共鳴スペクトル測定法 (¹H) により測定するとき、1.0 及び 1.4 付近に三重線のシグナルを、1.9 及び 4.4 付近に多重線のシグナルを、4.1 及び 6.1 付近に単一線のシグナルを示し、4.4、4.1 及び 6.1 付近の各シグナルの面積強度比は、ほぼ 2 : 1 : 1 である。

吸光度 E_{1%¹cm} (274 nm): 330 ~ 343 (乾燥後, 1 mg, メタノール, 100 mL)。

旋光度 [α]_D²⁰: +127 ~ +134° (乾燥後, 1.0 g, ジメチルホルムアミド, 100 mL, 100 mm)。

融点 150 ~ 153 °C

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.034 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液 1 mL を正確に加える (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品約 0.050 g を精密に量り、アセトニトリルを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にビンボセチン標準品約 0.01 g を精密に量り、アセトニトリルを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。こ

の液 5 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のアポピンカミン (保持時間: 約 11 分)、及びその他の類縁物質の各ピーク面積と標準溶液のビンボセチンのピーク面積を自動積分法によって測定するとき、アポピンカミンは 0.4 % 以下、その他の類縁物質の合計は 0.4 % 以下である。

$$\text{アポピンカミンの量 (\%)} = \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T1}}{A_s} \times \frac{1}{1.04} \times 5$$

$$\text{その他の類縁物質の量 (\%)} = \frac{W_s}{W_T} \times \frac{A_{T2}}{A_s} \times 5$$

W_s : ビンボセチン標準品の量 (mg)

W_T : 試料の採取量 (mg)

A_{T1} : 試料溶液中のアポピンカミンのピーク面積

A_{T2} : 試料溶液中のアポピンカミン以外の類縁物質のピーク面積の合計

A_s : 標準溶液中のビンボセチンのピーク面積

1.04 : ビンボセチンに対するアポピンカミンの相対感度

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 20 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル 70 mL に酢酸アンモニウム溶液 (1 : 65) 30 mL を加える。

流量: ビンボセチンの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定: ビンボセチン標準品及びアポピンカミン約 2 mg ずつを量り、アセトニトリル 4 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アポピンカミン、ビンボセチンの順で流出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μL から得たビンボセチンのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からビンボセチンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 35.045 mg C₂₂H₂₆N₂O₂

貯法

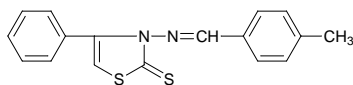
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

008400

フェザチオン

Fezatione

C₁₇H₁₄N₂S₂ : 310.44

本品を乾燥したものは定量するとき、フェザチオン (C₁₇H₁₄N₂S₂) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はメチルエチルケトン又はクロロホルムに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：120 ~ 126 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にプロピレングリコール 2 mL を加えて溶かし、5 分間煮沸し、冷後、塩酸ヒドロキシルアミンのプロピレングリコール溶液 (1 : 10) 2 mL 及び水酸化カリウムのプロピレングリコール溶液 (3 : 50) 2 mL を加え、2 分間煮沸する。冷後、塩化第二鉄のエタノール溶液 (1 : 200) 0.5 mL を加えた後、1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えるとき、液は褐紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.5 g を加え、徐々に加熱して融解し、炭化する。冷後、希塩酸 10 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメチルエチルケトン 20 mL を加えて溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別に本品 0.02 g にクロロホルム 100 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にベンゼンを展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは暗い青色を呈し、それぞれの R_f 値は等しい。また、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより小さくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、アセトンを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50 mL とする。

この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 352 nm 付近の吸収の極大波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{フェザチオン (C}_{17}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{S}_2\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{129.7} \times 10000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

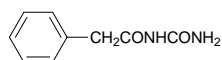
容器 気密容器。

105125

フェナセミド

Phenacemide

フェニルアセチルウレア

C₉H₁₀N₂O₂ : 178.19

本品を乾燥したものは定量するとき、フェナセミド (C₉H₁₀N₂O₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 淡黄白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はエタノール、アセトン又はクロロホルムに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg を時計ざらにとり、硝酸カリウム・硫酸溶液 (1 : 10) 2 mL を加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、この液を水 10 mL を入れた試験管に入れ、亜鉛末 0.2 g を加え、再び水浴上で 30 分間加熱する。冷後、水を加えて 25 mL としてろ過し、ろ液 1 mL にナフトキノンスルホン酸ナトリウム溶液 (1 : 400) 1 mL を加えるとき、沈殿を生じる。これを 15 分間放置した後、エタノール 3 mL を加えるとき、沈殿は溶け、液はだいたい赤色澄明である。

(2) 本品 0.020 g にフェニルヒドラジン 0.2 mL を加え、190 ~ 200 °C で 8 分間加熱する。冷後、薄めたアンモニア水 (1 : 2) 1 mL 及び硫酸ニッケル溶液 (1 : 10) 1 mL を加えた後、更にクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は紅色を呈する。

融点 211 ~ 215 °C

純度試験 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、フラスコに入れ、水 50 mL 及び硫酸 8 mL を加え、還流冷却器を付け、1 時間煮沸する。冷後、内容物を分液漏斗に入れ、フラスコ及び冷却器はクロロホルム 15 mL ずつで 3 回洗い、洗液は分液漏斗に合わせ、よく振り混ぜて抽出する。次にクロロホルム 45 mL 及び 30 mL ずつで 2 回抽出する。抽出液は毎回ろ過し、ろ紙は熱クロロホルム少量で洗い、洗液はろ液に合わせる。これを水浴上で蒸発乾固し、残留物に

無水エタノール 25 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴）。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 17.819 mg C₉H₁₀N₂O₂

貯 法

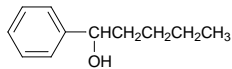
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

102316

フェニペントール

Fenipentol



C₁₁H₁₆O : 164.24

本品は定量するときフェニペントール (C₁₁H₁₆O) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は無色～淡黄色の澄明な液体で、特異なおいがあり、味は苦く、刺激性がある。

本品はメタノール、エタノール、アセトン、エーテル、クロロホルム又は *n* ヘキサンと混和し、水にほとんど溶けない。

沸点：約 130 ℃ (減圧, 2.13 kPa)。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1 : 2500) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 249 nm, 251.5 ~ 253.5 nm, 257 ~ 259 nm 及び 263.5 ~ 265.5 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品及びフェニペントール標準品それぞれ 0.1 g をとり、アセトン 5 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ヘキサン/酢酸エチル混液 (17 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにリンモリブデン酸・エタノール溶液 (1 : 20) を均等に噴霧し、更に硫酸を均等に噴霧した後、105 ℃ で 10 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得た主なスポットは青色を呈し、それらの *R_f* 値は等しい。

屈折率 *n*_D²⁰ : 1.502 ~ 1.512

比重 *d*₄²⁰ : 0.950 ~ 0.970

純度試験

(1) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、アセトン 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 2 μL をガスクロマトグラフ用シリンジを用いて量り、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行い、溶媒のピークとフェニペントールのピークの間に見られるピークの合計面積 *A*₁ 及びフェニペントールのピーク面積 *A*₂ とを質量法によって求めるとき、*A*₁ / (*A*₁ + *A*₂) × 100 の値は 1.0 % 以下である。

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器 (感度 1 mV)

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m のカラムにポリエチレングリコール 20 M を 150 ~ 180 μm のクロモソルブ W に 15 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：180 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分 40 mL の一定量になるように調整する。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.55 g を 100 mL の共栓フラスコに精密に量り、これにアセチル化剤 3 mL を正確に加えて溶かし、ピリジンで湿潤させた栓をした後、沸騰水浴上で 30 分間加熱する。ついで水 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、更に 1 分間加熱する。冷後、栓及びフラスコの口をエタノール 10 mL で洗い込み、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液, 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

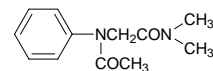
0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 82.12 mg C₁₁H₁₆O

貯 法 容 器 気密容器。

104406

フェニルアセチルグリシンジメチルアミド

N Phenyl *N* acetylglycine Dimethylamide



C₁₂H₁₆N₂O₂ : 220.27

本品を乾燥したものは定量するとき、フェニルアセチルグリシンジメチルアミド (C₁₂H₁₆N₂O₂) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、水、エタノール、アセトン又は酢酸エチルに溶けやすい。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 4.7 ~ 6.7 である。

確認試験

(1) 本品 1 g に希硫酸 5 mL を加えて煮沸するとき、酢酸のにおいを発する。

(2) 本品 1 g に希硫酸 10 mL を加え、還流冷却器を付けて 2 時間煮沸する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) を冷却しながら静かに加えてアルカリ性とし、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する。抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固した後、残留物をメタノールから再結晶し、デシケーター (シリカゲル) で 3 時間乾燥するとき、その融点は 112 ~ 115 ℃ である。

融 点 94 ~ 102 ℃

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 2.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.004 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/エタノール混液 (5:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、暗紫色の単一のスポットを認める。
- (6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 B より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、窒素定量法により、試験を行う。

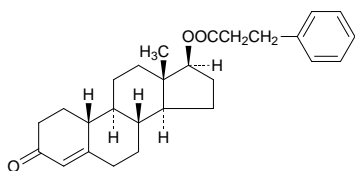
0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.1013 mg $C_{27}H_{34}O_3$

貯法 容器 気密容器。

104429

フェニルプロピオン酸ナンドロロン

Nandrolone Phenylpropionate



$C_{27}H_{34}O_3$: 406.56

本品を乾燥したものは定量するとき、フェニルプロピオン酸ナンドロロン ($C_{27}H_{34}O_3$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はクロロホルム又はジオキサンの極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、エタノール、アセトン又は植物油にやや溶けやすく、*n*-ヘプタンに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 1 mg に硫酸 1 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱して溶かし、冷後、氷酢酸 1 mL 及びアセトン 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品及びフェニルプロピオン酸ナンドロロン標準品のそれぞれ 4 mg にエタノール/クロロホルム混液 (1:1) 1 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。この液

につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ヘプタン/アセトン混液 (3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ R_f 値を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1730 cm^{-1} , 1670 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} に吸収を認める。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 237 ~ 241 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α_D^{20}]: +49 ~ +52° (乾燥後, 0.2 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 95 ~ 101 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にジオキサン 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 他のステロイド及び不純物 本品 0.040 g をとり、エタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に試料溶液 0.3 mL を正確に量り、エタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ヘプタン/アセトン混液 (3:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びフェニルプロピオン酸ナンドロロン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 239 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。フェニルプロピオン酸ナンドロロン ($C_{27}H_{34}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{フェニルプロピオン酸ナンドロロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

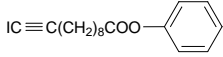
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105148

フェニル 11 ヨード 10
ウンデシノエート

Phenyl 11 iodo 10 undecynoate

 $C_{17}H_{21}IO_2$: 384.25

本品は定量するとき、フェニル 11 ヨード 10 ウンデシノエート ($C_{17}H_{21}IO_2$) 97.5 % 以上を含む。

性状 本品は黄色粘性の液で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール、エタノール及びエーテルと混和する。水とはほとんど混和しない。

比重 d_{20}^{20} : 1.35 ~ 1.37

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 : 200) 5 mL に亜鉛末 1 g 及び氷酢酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け 15 分間煮沸する。冷後、その上澄液約 2 mL に亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈し、デンプン試液を追加するとき、液は濃青紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 200) 5 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け 30 分間煮沸する。冷後、1 mol/L 塩酸試液 7 mL を加えてよく振り混ぜる。その 1 mL に 2-β-ジプロムキノクロルイミドのエタノール溶液 (1 : 400) 1 mL 及びアンモニア試液 5 滴を加えるとき、液は青色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 200) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール溶液 (1 : 30) 1 mL 及び 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加え、10 秒間煮沸する。冷後、1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えてよく混和した後、塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(4) 本品の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 237 nm 及び 287 ~ 289 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 1 mL を加えて混和するとき、液は黄色~黄褐色澄明である。

(2) ヨウ素 本品 1.0 g にメタノール 200 mL を加えて混和し、その 1 mL に氷酢酸 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈しない。また、デンプン試液を追加するとき、液は青色又は紫色を呈しない。

(3) フェノール 本品 1.0 g にメタノール 200 mL を加えて混和し、その 1 mL に 2-β-ジプロムキノクロルイミドのエタノール溶液 (1 : 400) 1 mL 及びアンモニア試液 5 滴を加えるとき、液は青色を呈しない。

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、メタノール 10 mL、氷酢酸 10 mL 及び砂状の亜鉛 4 g を加え、還流冷却器を付け、1 時間煮沸する。冷却器を通じて、更にメタノール 2 mL 及び熱湯 5 mL を加える。熱時脱脂綿を用いてろ過し、

砂状の亜鉛をメタノール 5 mL ずつで 3 回、熱湯 5 mL ずつで 3 回洗い、洗液をろ液に合わせ、冷後、希硝酸 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 38.425 mg $C_{17}H_{21}IO_2$

貯法

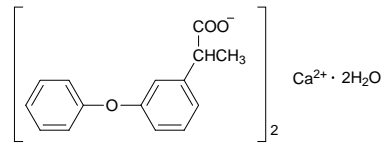
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108389

フェノプロフェンカルシウム

Fenopropfen Calcium

 $C_{30}H_{26}CaO_6 \cdot 2H_2O$: 558.63

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フェノプロフェンカルシウム ($C_{30}H_{26}CaO_6$: 522.60) 98.0 % 以上及びカルシウム (Ca : 40.08) 7.4 ~ 7.8 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、収れん性の味がある。

本品は無水エタノール、アセトン又は氷酢酸に溶けやすく、水、メタノール又はクロロホルムに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品の無水エタノール溶液 (1 : 50) は旋光性がない。

本品の水溶液 (1 : 500) の pH は 6.3 ~ 7.3 である。

確認試験

(1) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271 ~ 274 nm 及び 277 ~ 280 nm に吸収の極大を示し、264 ~ 267 nm に吸収の肩を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1587 cm^{-1} , 1567 cm^{-1} , 1488 cm^{-1} , 1425 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , 940 cm^{-1} 及び 690 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品 0.1 g に希酢酸 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液はカルシウム塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g をアセトン 20 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL、アセトン 20 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.060 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし、

試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/氷酢酸混液（10 : 1）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 5.5 ~ 7.5 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) フェノプロフェンカルシウム 本品約 0.35 g を精密に量り、非水滴定用アセトン 40 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。別に非水滴定用アセトン 40 mL に氷酢酸 10 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 26.130 mg $C_{20}H_{26}CaO_6$

(2) カルシウム 本品約 0.2 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び無水エタノール 40 mL に溶かした後、水 70 mL を加え、更にビューレットを用いて 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 10 mL を加える。次に 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.3 mL 及び NN 指示薬 0.1 g を加え、直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定し、前後の消費量を合わせる。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

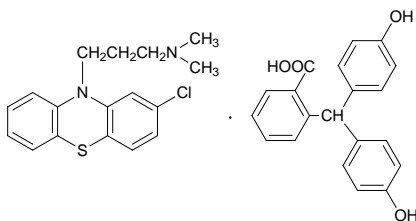
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 0.8016 mg Ca

貯法 容器 気密容器。

101401

フェノールフタリン酸クロルプロマジン

Chlorpromazine Phenolphthalinate



$C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{20}H_{16}O_4$: 639.20

本品を乾燥したものは定量するとき、フェノールフタリン酸クロルプロマジン ($C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{20}H_{16}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けにくく、無水エタノール又はアセトンに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、エーテル 20 mL ずつで 3 回抽出する〔水

層は(3)の試験に用いる〕。エーテル抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 3 回洗い、エーテル層を分取する。このエーテル層 20 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物に 0.05 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) のエーテル層 30 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 2 mL 及び希塩酸 20 mL を加えて溶かし、ピクリン酸試液 10 mL を滴加し、5 時間放置する。析出した結晶をろ取りし、少量のアセトンから再結晶し、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 175 ~ 179 $^{\circ}$ C である。

(3) (1) の水層をとり、希塩酸 10 mL を加え、時々振り混ぜながらしばらく放置する。析出した結晶をろ取りし、水で洗い、105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 234 ~ 240 $^{\circ}$ C である。

融点 198 ~ 202 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には、鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.050 g を無水エタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (35 : 14 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得たクロルプロマジン及びフェノールフタリン酸のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たクロルプロマジンのスポット (R_f 値約 0.8) より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用アセトン/氷酢酸混液 (1 : 1) 40 mL に溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 31.960 mg $C_{17}H_{19}ClN_2S \cdot C_{20}H_{16}O_4$

貯法

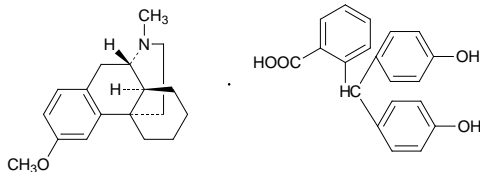
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

101758

フェノールフタリン酸デキストロメトルファン

Dextromethorphan Phenolphthalinate


 $C_{18}H_{25}NO \cdot C_{20}H_{16}O_4 : 591.74$

本品を乾燥したものは定量するとき、フェノールフタリン酸デキストロメトルファン ($C_{18}H_{25}NO \cdot C_{20}H_{16}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はジメチルスルホキシドにやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点：約 273 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.3 g に水 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、脱脂綿を用いてろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物 1 mg をとり、新たにモリブデン酸アンモニウム 5 mg を硫酸 1 mL に溶かした液に加えるとき、液は黄緑色を呈する。

(2) (1) の残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 3 時間乾燥し、融点を測定するとき、108 ~ 111 °C である。

(3) (1) の残留物の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1/10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。

(4) (1) の水層 10 mL にフェリシアン化カリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +28 \sim +32^\circ$ (乾燥後, 0.25 g, ジメチルスルホキシド, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.025 g にメタノール 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水/強アンモニア水混液 (25 : 20 : 5 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た 2 個の主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポット

より濃くない。また、この薄層板に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のだいたい色のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL に溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL

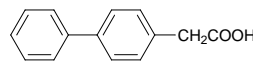
= 29.587 mg $C_{18}H_{25}NO \cdot C_{20}H_{16}O_4$

貯法 容器 密閉容器。

108974

フェルビナク

Felbinac


 $C_{14}H_{12}O_2 : 212.24$

本品を乾燥したものは定量するとき、フェルビナク ($C_{14}H_{12}O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1/20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1688 cm^{-1} , 1412 cm^{-1} , 1256 cm^{-1} , 929 cm^{-1} 及び 740 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 163 ~ 166 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をアセトン 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

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

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/氷酢酸混液 (50 : 25 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得

た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、更に水 15 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

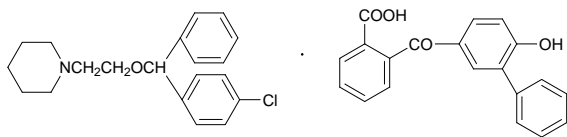
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 21.224 mg $C_{14}H_{12}O_2$

貯法 容器 気密容器。

008404

フェンジゾ酸クロペラスチン

Chloperastine Fendizoate



$C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$: 648.19

本品を乾燥したものは定量するとき、フェンジゾ酸クロペラスチン ($C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はイソプロピルアミンに溶けやすく、氷酢酸に溶けにくく、水、メタノール、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に希塩酸 1 mL 及び水 10 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら 10 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(2) 本品 1 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL 及びエーテル 10 mL を加えて振り混ぜた後、水層をとり、エーテル 10 mL で洗い、希塩酸 25 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水で洗い、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 260 ~ 263 °C である。

融点 185 ~ 189 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 50 mL を加え、70 °C で 5 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) *p*-クロルベンゾフェノン 本品 0.20 g をとり、メタノール/イソプロピルアミン混液 (19:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に *p*-クロルベンゾフェノン 0.010 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準

溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/強アンモニア水混液 (90:10:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めても標準溶液のスポットより大きくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 100 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

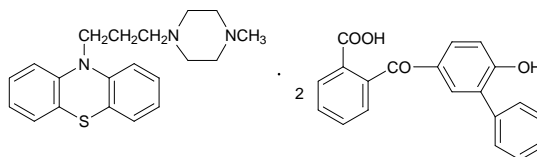
= 64.82 mg $C_{20}H_{24}ClNO \cdot C_{20}H_{14}O_4$

貯法 容器 気密容器。

105095

フェンジゾ酸ペラジン

Perazine Difendizoate



$C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$: 976.14

本品を乾燥したものは定量するとき、フェンジゾ酸ペラジン ($C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノールにやや溶けにくく、メタノール又は氷酢酸に溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品 3 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は暗赤色を呈する。この液の半量をとり、加熱するとき、赤褐色を呈する。残りの液に重クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、緑褐色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム溶液 (1:10) 5 mL を加え、エーテル 3 mL ずつで 3 回抽出する [水層は (4) の試験に用いる]。エーテル抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加え、加温して溶かし、これを 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1:75) 30 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 252 ~ 258 °C (分解) である。

(3) 本品のエタノール溶液 (1:100000) につき、紫外

可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 252 ~ 255 nm 及び 287 ~ 292 nm に吸収の極大を示す。

(4) (2) の水層をとり、希塩酸 5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水で洗い、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 259 ~ 264 °C (分解) である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、5 分間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、メタノール/強アンモニア水混液 (19:1) を加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/強アンモニア水混液 (19:1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール/強アンモニア水混液 (100:30:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たペラジン及びフェンジゾ酸 (原点付近) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たペラジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.75 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 100 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 48.81 \text{ mg } C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_{20}H_{14}O_4$$

貯法

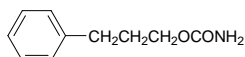
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

008405

フェンプロバメート

Phenprobamate



$C_{10}H_{13}NO_2$: 179.22

本品を乾燥したものは定量するとき、フェンプロバメート

($C_{10}H_{13}NO_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は初めやや苦く、後に舌をわずかに麻ひする。

本品はアセトン、ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール又はエーテルにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品 0.1 g に薄めた硫酸 (1:2) 1 mL を加え、加熱し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、液は混濁する。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 1680 cm^{-1} , 1605 cm^{-1} , 1090 cm^{-1} 及び 700 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 102.5 ~ 105.5 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にアセトン 30 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL にアセトン 30 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、ジオキサンを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジオキサンを加えて正確に 50 mL とし、更にこの液 3 mL を正確に量り、ジオキサンを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/メタノール混液 (19:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認めるか、又は他のスポットを認めても、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 M より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、300 mL のケルダールフラスコに入れ、エタノール 10 mL を加

えて溶かし、薄めた硫酸(1 2) 20 mL を加え、還流冷却器を付け、6 時間加熱する。冷後、少量の希エタノールで還流冷却器の内壁を洗い込み、窒素定量法の蒸留装置に連結する。受器には 0.05 mol/L 硫酸 25 mL を正確に加え、これに冷却器の下端を浸す。漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2 5) 60 mL を加え、注意して水 20 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ、徐々に水蒸気を通じて留液約 100 mL を得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: プロムクレゾールグリーン・メチルレッド試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

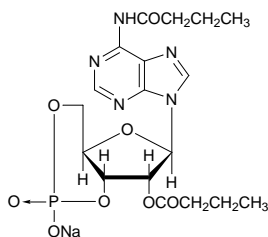
0.05 mol/L 硫酸 1 mL = 17.922 mg $C_{10}H_{13}NO_2$

貯法 容器 密閉容器。

108877

ブクラデシンナトリウム

Bucladesine Sodium



$C_{18}H_{23}N_5NaO_8P$: 491.37

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ブクラデシンナトリウム($C_{18}H_{23}N_5NaO_8P$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品は水、メタノール又はエタノールに溶けやすく、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)を呈する。
- (2) 本品 0.2 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、必要ならば過する。この液はリン酸塩の定性反応(2)を呈する。
- (3) 本品及びブクラデシンナトリウム標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとブクラデシンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -30 ~ -33°(脱水物に換算したもの 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ~ 7.2 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は

無色~微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かし、薄めた酢酸(1 5)で pH を 3.5 に調整する。更に pH 3.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし、検液とする。別に鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 25 mL とし、比較液とする。検液及び比較液に硫化ナトリウム試液 1 滴ずつを加えて混和し、5 分間放置した後、直径 25 mm, 孔径 0.2 μ m のメンブランフィルターをつけたろ過装置を用いて吸引ろ過する。メンブランフィルターを風乾し、メンブランフィルターの色を比較するとき、検液より得たメンブランフィルターの色は、比較液より得たメンブランフィルターの色より濃くない(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に本品、 N^6 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウム及び 2 0 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウム 5 mg ずつを移動相に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のブクラデシンナトリウム以外のピークで N^6 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウムのピーク面積、2 0 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウムのピーク面積及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液の N^6 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウム、2 0 ブチリルアデノシン 3 5 環状リン酸ナトリウム及びブクラデシンナトリウムのピーク面積のそれぞれ 1.0 倍、1.0 倍及び 0.5 倍より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 5 μ L から得たブクラデシンナトリウムのピーク高さが 3 cm 以上になるように調整する。
面積測定範囲: 溶媒のピークの後からブクラデシンナトリウムの保持時間の約 1.3 倍の範囲

水分 4.0 % 以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びブクラデシンナトリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.10 g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 20 mL を正確に加えた後、水を加えて 250 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブクラデシンナトリウムのピーク面積の比 Q_1 及び Q_2 を求める。

ブクラデシンナトリウム($C_{18}H_{23}N_5NaO_8P$)の量(mg)
= 脱水物に換算したブクラデシンナトリウム標準品

$$\text{の量(mg)} \times \frac{Q_1}{Q_2}$$

内標準溶液 2 ナフタリンスルホン酸ナトリウムの水溶液(1 200)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4 ~ 6 mm，長さ 10 ~ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/0.1 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液（50：7：1）

流量：ブシラミンナトリウムの保持時間が 15 ~ 20 分になるように調整する。

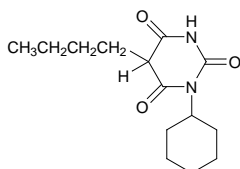
カラムの選定：N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム，2-O ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム及び 2-ナフタリンスルホン酸ナトリウム 0.01 g ずつを移動相 25 mL に溶かす。この液 5 μL につき，上記の条件で操作するとき，N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム，2-O ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウム，2-ナフタリンスルホン酸ナトリウムの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離し，N⁶ ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウムと 2-O ブチリルアデノシン 3,5 環状リン酸ナトリウムの分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

101052

ブコローム

Bucolome



C₁₄H₂₂N₂O₃ : 266.34

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ブコローム（C₁₄H₂₂N₂O₃）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦しい。

本品はメタノール，エタノール，アセトン，ピリジン，クロロホルム又はジメチルホルムアミドに溶けやすく，水にほとんど溶けない。

確認試験

（1）本品 0.02 g にクロロホルム/ピリジン混液（9：1）5 mL 及び硫酸銅溶液（1：100）5 mL を加え，激しく振り混ぜた後，静置するとき，クロロホルム層は帯紫赤色を呈する。

（2）本品 1 mg に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え，水浴中で 60 分間加熱した後，水冷し，ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液 5 mL を加え，90 ℃ で 30 分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する。

（3）本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき，発生するガスは，潤した赤色リトマス紙を

青変する。

（4）定量法の試料溶液につき，同様にして調製した空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 268 ~ 274 nm に吸収の極大を示す。融点 81 ~ 85 ℃

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g にアセトン 20 mL を加えて溶かすとき，液は無色澄明である。

（2）重金属 本品 1.0 g をとり，第 2 法により操作し，試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（3）ヒ素 本品 0.5 g をとり，第 3 法により検液を調製し，装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

（4）吸光度比 定量法の試料溶液につき，同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 252 nm 及び 271 nm における吸光度 A₁ 及び A₂ を測定するとき，A₁/A₂ は 0.290 ~ 0.325 である。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g，減圧，60 ℃，4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り，0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。直ちに，この液 10 mL を正確に量り，pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，この液 5 mL を正確に量り，pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。この液につき，別に本品を加えることなく，上記と同様に操作して得た空試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 271 nm における吸光度 A を測定する。

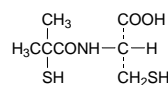
$$\text{ブコローム (C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_3\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{709.6} \times 200000$$

貯法 容器 気密容器。

109062

ブシラミン

Bucillamine



C₇H₁₃NO₃S₂ : 223.31

本品を乾燥したものは定量するとき，ブシラミン

（C₇H₁₃NO₃S₂）98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，わずかに特異なにおいがあり，味はやや酸味を有する。

本品はメタノール又はエタノールに溶けやすく，エーテルにやや溶けやすく，水にやや溶けにくい。

確認試験

（1）本品 0.02 g に水 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かした後，ニトロプルシドナトリウム試液 2 滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する。

（2）本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3350 cm⁻¹，1745

cm^{-1} , 1734 cm^{-1} , 1620 cm^{-1} , 1522 cm^{-1} , 1425 cm^{-1} , 1296 cm^{-1} 及び 1200 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $+33.0 \sim +36.5^\circ$ (乾燥後, 2 g, エタノール, 50 mL, 100 mm)。

融点 $136 \sim 140^\circ\text{C}$

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.060 g を水/メタノール混液 (1:1) に溶かし, 正確に 20 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 1.5 mL を正確に量り, 水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき, 直ちに次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液のブシラミン以外のピークの合計面積は, 標準溶液のブシラミンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40°C 付近の一定温度

移動相: クエン酸溶液 (1 : 500) / メタノール混液 (1 : 1)

流量: ブシラミンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品 0.10 g 及び 4 フルオロ安息香酸 0.010 g をとり, メタノールに溶かし 100 mL とする。この液 10 mL をとり, 水を加えて 50 mL とする。この液 20 μL につき, 上記の条件で操作するとき, ブシラミン, 4 フルオロ安息香酸の順に溶出し, その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度: 標準溶液 20 μL から得たブシラミンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: ブシラミンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60°C , 6 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.25 g を精密に量り, メタノール 35 mL に溶かし, 水 15 mL を加え, 0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL = 11.166 mg $\text{C}_4\text{H}_9\text{NO}_2\text{S}_2$

貯法 容器 気密容器。

008409

フッ化ジアンミン銀

Diammine Silverfluoride

本品はフッ化ジアンミン銀 $[\text{Ag}(\text{NH}_3)_2\text{F}]$ 溶液

である。

本品は定量するとき, 銀 (Ag: 107.87) 24.2 ~ 26.8 g/dL, フッ素 (F: 19.00) 5.0 ~ 5.9 g/dL 及びアンモニア (NH_3 : 17.03) 8.9 ~ 10.5 g/dL を含む。

製法 硝酸銀の水溶液に, かき混ぜながら炭酸ナトリウムの水溶液をもはや沈殿が生じなくなるまで少量ずつ加える。生成した炭酸銀の黄色の沈殿を, 硝酸イオンが認められなくなるまで水でじゅうぶん洗う。得られた炭酸銀に約 20 % 過剰量のフッ化水素酸溶液を少量ずつ加えて溶解する。発泡が終われば加熱して炭酸塩を溶解し, 次いで冷却しながらフッ素対応量のアンモニアガスを吸収させ, 水で規定の含量に調整する。

性状 本品は無色澄明の液で, わずかにアンモニア臭がある。本品は光又は熱によって徐々に変化する。

比重 約 1.27

確認試験

(1) アルフッソン溶液 (1 : 100) 5 mL ずつを 2 本の試験管にとり, 一方に本品 1 滴を加えよく混和して 5 分間放置後対照と比較するとき, 赤紫色から青紫色ないし青色に変化する。

(2) 本品は銀塩の定性反応 (1) を呈する。

(3) 本品はアンモニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 硝酸塩 本品 3 mL に水 2 mL を加え, 更に冷却しながら注意して硫酸 5 mL を加えよく振り混ぜ, 冷後, 上澄液 3 mL に硫酸第一鉄試液 2 mL を層積するとき, その界面に暗褐色の輪帯を生じない。

(2) 銅塩 本品 20 mL を試験管にとり, 上方より観察するとき, 淡青色を呈しない。

(3) ナトリウム塩 本品の炎色反応を行うとき, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液の炎色より濃くない。

定量法

(1) 銀 本品 3 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り, 硝酸 10 mL 及び水 50 mL を加え, 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。

0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液 1 mL
= 10.787 mg Ag

(2) フッ素 本品 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 65°C に加温しながら 0.2 mol/L 塩化カルシウム液 20 mL を正確に加える。冷後, 希酢酸及び希アンモニア水を加えて pH 4.0 ~ 4.5 に調整し, 5 分間煮沸し, 冷後, 水を加えて正確に 100 mL とし, 一夜放置する。この液をろ過し, 初めのろ液 10 mL を捨て, ろ液 50 mL を正確に量り, pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL 及びエチレンジアミン四酢酸マグネシウム試液 5 mL を正確に加え, 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.05 g)。同様の方法で空試験を行う。

0.2 mol/L 塩化カルシウム液 1 mL = 7.599 mg F

(3) アンモニア 本品 2 mL を正確に量り, 水 50 mL を入れたケルダールフラスコに加えてしびき止めのついた蒸

留装置に連結する。受器には 0.5 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加えて、更に水 50 mL を入れて冷却器の下端をこの液に浸す。漏斗より硫化ナトリウム試液 10 mL と 30 % 水酸化ナトリウム液 30 mL を加え、更に水 10 mL で洗い込み、直ちにピンチコック付ゴム管を閉じ、水蒸気を通じて留液 80 ~ 100 mL を得るまで蒸留する。冷却管の下端を液面から離し、少量の水でその部分を洗い込み、1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定する（指示薬：メチルレッド試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 17.031 mg NH₃

貯法

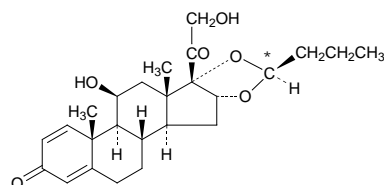
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 ポリエチレン製の気密容器。

109526

ブデソニド

Budesonide



C₂₅H₃₄O₆ : 430.53

本品は 22 位の不斉炭素原子におけるエピマーの混合物である。本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ブデソニド (C₂₅H₃₄O₆) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。本品はメタノールにやや溶けやすく、アセトニトリル又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約 240 °C (分解)。

確認試験 本品及びブデソニド標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとブデソニド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁵ : +102 ~ +109 ° (0.25 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.025 g をアセトニトリル 15 mL に溶かし、pH 3.2 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。15 分間以上放置した後、試料溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれのピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法により各々の類縁物質の量を求めるとき、保持時間 16 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピークに対する相対保持時間がそれぞれ約 0.1, 0.4, 0.6 及び 0.9 の類縁物質の量は、各々 0.5 % 以下で、それらの合計は 1.0 % 以下である。また、その他の類縁物質の量は各々 0.1 % 以下でそれらの合計は 0.5 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.2 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (17 : 8)

流量：ブデソニドの 2 つのピークのうち先に溶出するピークの保持時間が約 16 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ブデソニドの 2 つのピークの間隔が 1.5 以上であり、また先に溶出するピークの理論段数が 5500 以上で、シンメトリー係数が 1.5 より小さいものを用いる。

面積測定範囲：ブデソニドの 2 つのピークのうち先に溶出するピークの保持時間の約 1.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

異性体比 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.025 g をアセトニトリル 15 mL に溶かし、pH 3.2 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。15 分間以上放置した後、試料溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、保持時間 16 分付近に近接して現れる 2 つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_b 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_a を測定するとき、A_b / (A_a + A_b) は 0.40 ~ 0.51 である。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品及びブデソニド標準品約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル 15 mL に溶かし、pH 3.2 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。15 分間以上放置した後、試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の保持時間 16 分付近に近接して現れる 2 つのピークの面積 A_{Ta}, A_{Tb}, A_{Sa} 及び A_{Sb} を測定する。

ブデソニド (C₂₅H₃₄O₆) の量 (mg)

$$= \text{ブデソニド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_{Ta} + A_{Tb}}{A_{Sa} + A_{Sb}}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：pH 3.2 の 0.025 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (17 : 8)

流量：ブデソニドの 2 つのピークのうち、先に溶出するピークの保持時間が約 16 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 20 μL につき、上記の条件で操

作するとき、ブデソニドの 2 つのピークの分離度が 1.5 以上であり、また先に溶出するピークの理論段数が 5500 以上で、シンメトリー係数が 1.5 より小さいものを用いる。

貯法

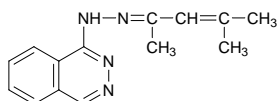
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108438

ブドララジン

Budralazine

C₁₄H₁₆N₄: 240.30

本品を乾燥したものは定量するとき、ブドララジン (C₁₄H₁₆N₄) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は、黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品は、クロロホルム又は氷酢酸に溶けやすく、ベンゼンにやや溶けにくく、エーテル又はエタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.3 g に 1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加え、15 分間加温する。冷後、水 50 mL 及び ニトロベンズアルデヒドのエタノール溶液 (1 : 50) 25 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取し、水洗した後、105 °C で 3 時間乾燥したものの融点は 232 ~ 238 °C である。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3310 cm⁻¹, 1584 cm⁻¹, 1528 cm⁻¹, 1370 cm⁻¹, 1348 cm⁻¹ 及び 727 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 130 ~ 133 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 幾何異性体及び類縁物質 本品 0.40 g をとり、ベンゼンを加えて溶かし正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 2.0 mL をとり、ベンゼンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用酸化アルミニウム (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットし、速やかにベンゼン/n ブタノール混液 (200 : 9) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット (R_f 値約 0.7) 以外のスポット (幾何異性体, R_f 値約

0.6) は、標準溶液から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポット及び幾何異性体のスポットと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 0.2 % 以下 (1.0 g, 90 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.015 mg C₁₄H₁₆N₄

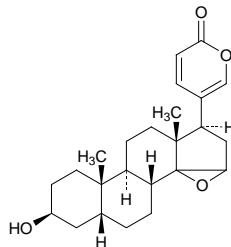
貯法 容器 気密容器。

101058

ブホゲニン

Bufogenin

レジブホゲニン

C₂₄H₃₂O₄: 384.51

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ブホゲニン (C₂₄H₃₂O₄) 96.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はピリジンに極めて溶けやすく、エタノール又はアセトンに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は黄色~黄褐色を呈し、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.1 g にピリジン 0.5 mL を加えて溶かし、無水酢酸 0.3 mL を加え、40 °C で 2 時間時々振り混ぜて放置した後、水中に注ぎ、析出した結晶をろ取し、水で洗い、アセトンから再結晶し、デシケーター (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 220 ~ 226 °C である。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 298 ~ 302 nm に吸収の極大を示す。

融点 164 ~ 170 °C (乾燥後)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、その色は色の比較液 A より濃くない。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品及びブホゲニン標準品それぞれ 0.020 g をとり、それぞれにクロロホルム 5.0 mL を加えて

溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/クロロホルム混液 (4 : 3 : 3) を展開溶媒として約 14 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧した後、100 $^{\circ}$ C で 2 ~ 3 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黄緑色を呈し、それらの R_f 値は等しい。また、本品はこれと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間).
強熱残分 0.5 % 以下 (0.2 g).

定量法 本品及びブホゲニン標準品 (あらかじめ本品と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 15 mL ずつを正確に量り、それぞれにエタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300 nm における吸光度 A_1 及び A_5 を測定する。

ブホゲニン ($C_{24}H_{32}O_4$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したブホゲニン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_1}{A_5}$$

貯法

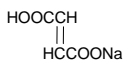
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104325

フマル酸一ナトリウム

Monosodium Fumarate



$C_4H_3NaO_4$: 138.05

本品を乾燥したものは定量するとき、フマル酸一ナトリウム ($C_4H_3NaO_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、特異な酸味がある。

本品は水にやや溶けにくく、メタノール、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にレゾルシン 2 ~ 3 mg 及び硫酸 1 mL を加えて振り混ぜ、120 ~ 130 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、冷却しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 5) を滴加してアルカリ性とした後、水を加えて 10 mL とした液は、紫外線下で観察するとき、緑青色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、40 $^{\circ}$ C に加温して溶かし、温時臭素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、試液の色は消える。

(3) 本品の水溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 204 ~ 208 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、40 $^{\circ}$ C に加温して溶かした液は、ナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。
pH 本品 1.0 g に水 30 mL を加えて溶かした液の pH は 3.0 ~ 4.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加え、40 $^{\circ}$ C に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 30 mL を加えて振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加して溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL を加える (0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 30 mL を加えて振り混ぜ、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに紅色を呈するまでアンモニア試液を滴加して溶かし、希酢酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.5 g をとり、水 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、酸性塩化第一スズ試液 10 mL 及び無ヒ素亜鉛 3 g を用い、ヒ素標準液は 1.0 mL を用いる (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソブタノール/水/氷酢酸混液 (10 : 6 : 3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 120 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 50.5 ~ 52.5 % (乾燥後, 1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL}$$

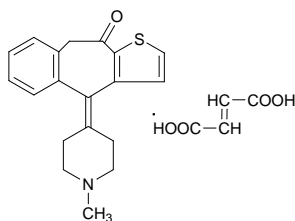
$$= 13.805 \text{ mg } C_4H_3NaO_4$$

貯法 容器 気密容器。

108464

フマル酸ケトチフェン

Ketotifen Fumarate

C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄ : 425.50

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、フマル酸ケトチフェン (C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄褐色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール又は氷酢酸にやや溶けにくく、水又は無水酢酸に溶けにくく、クロロホルム又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 190 ℃ (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 100) 2 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を滴加するとき、試液の色は直ちに消える。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 100) 2 mL にブロムフェノールブルー試液 1 mL を加えて振り混ぜ、更にクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。
- (3) 本品 0.03 g をとり、水 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は硫酸塩の定性反応を呈する。
- (4) 本品のメタノール溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 294 ~ 298 nm に吸収の極大を示し、253 ~ 257 nm に吸収の極小を示す。
- (5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2670 cm⁻¹, 2510 cm⁻¹, 1717 cm⁻¹, 1650 cm⁻¹, 1396 cm⁻¹, 784 cm⁻¹ 及び 750 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は色の比較液 E より濃くない。
- (2) 塩化物 本品 0.6 g に炭酸ナトリウム試液 2.5 mL を加えて溶かし、水浴上で加熱して蒸発乾固した後、約 500 ℃ に強熱する。残留物を水 15 mL に溶かし、必要ならばろ過し、薄めた硝酸 (3 : 10) を加えて中性とし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に炭酸ナトリウム試液 2.5 mL、中性とするのに要した量の薄めた硝酸 (3 : 10)、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.015 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をアンモニア試液のメタノール溶液 (1 : 100) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。こ

の液 1 mL を正確に量り、アンモニア試液のメタノール溶液 (1 : 100) を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アンモニア試液のメタノール溶液 (1 : 100) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (90 : 15 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグエンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.35 g を精密に量り、無水酢酸/氷酢酸混液 (7 : 3) 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

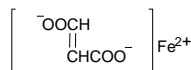
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.55 mg C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄

貯法 容器 気密容器。

102337

フマル酸第一鉄

Ferrous Fumarate

C₄H₂FeO₄ : 169.90

本品を乾燥したものは定量するとき、フマル酸第一鉄 (C₄H₂FeO₄) 96.5 % 以上を含む。

性状 本品は赤とう色～赤褐色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.5 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、加温して溶かした後、ろ過する。ろ液は、第一鉄塩の定性反応を呈する。
- (2) 本品 2 g に希塩酸 25 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱する。冷後、析出した結晶をろ取し、これを薄めた塩酸 (1 : 100) 5 mL ずつで数回洗い、100 ℃ で 30 分間乾燥し、その 0.05 g をとり、レゾルシン 3 mg 及び硫酸 1 mL を加えて振り混ぜ、120 ~ 130 ℃ で 5 分間加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、冷却しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 : 5) を徐々に滴加してアルカリ性とし、水を加えて 10 mL とする。この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、液は緑色の蛍光を発する。

純度試験

- (1) 硫酸塩 本品 0.5 g に薄めた塩酸 (1 : 20) 10 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液と

し、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.38 % 以下)。

(2) 重金属 本品 0.40 g を磁製皿にとり、徐々に加熱して炭化物が残らなくなるまで灰化する。冷後、塩酸 5 mL を加えて溶かし、水浴上で蒸発乾固し、残留物に塩酸 15 mL、硝酸 4 mL 及び水 6 mL を加え、1 分間煮沸する。冷後、分液漏斗に移し、磁製皿は少量の水で洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、エーテル 20 mL ずつで 3 回振り混ぜた後、静置し、分離したエーテル層を除く。水層をビーカーにとり、水浴上で加熱してエーテルを留去する。冷後、塩酸ヒドロキシルアミン 0.05 g を加えて溶かし、1 分間煮沸し、冷後、強アンモニア水を滴加して液の pH を 3 ~ 4 に調整した後、ネスラー管に移し、ビーカーを少量の水で洗い、洗液をネスラー管に合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製皿に塩酸 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (50 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、水 10 mL 及び硫酸 10 mL を加え、フマル酸が完全に沈殿するまで加熱する。冷後、水 30 mL を加え、ろ過する。残留物を水で洗い、洗液はる液に合わせ、水を加えて 100 mL とし、その 20 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) 第二鉄塩 本品約 0.5 g を精密に量り、塩酸 3 mL 及び水 25 mL を加え、水浴上で加温して速やかに溶かし、冷後、ヨウ化カリウム 2 g を加えてよく振り混ぜた後、密栓し 5 分間暗所に放置する。次に水 50 mL を加え、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンブン試液 3 滴)。第二鉄塩は 2.0 % 以下である。

$$0.01 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 0.5585 \text{ mg Fe}$$

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、希硫酸 2 mL を加えて、水浴上で振り混ぜながら加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に硫酸第一鉄アンモニウム約 0.1 g を精密に量り、希硫酸 2 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空試験液として水をそれぞれ 1 mL ずつを正確に量り、塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 : 10) 2 mL, 2,2-ビピリジル試液 10 mL 及び酢酸アンモニウム溶液 (1 : 5) 10 mL を加え、水を加えて正確に 100 mL とし、30 分間放置した後、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液、標準溶液及び空試験液から得たそれぞれの液の波長 522 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_0 を測定する。

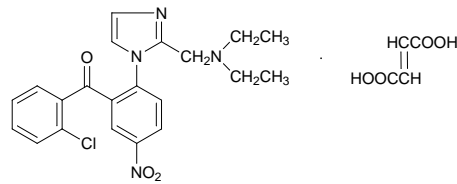
$$\text{フマル酸第一鉄 (C}_4\text{H}_2\text{FeO}_4\text{) の量 (mg)} \\ = \text{硫酸第一鉄アンモニウムの量 (mg)} \\ \times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 0.866$$

貯法 容器 密閉容器。

109523

フマル酸ニゾフェノン

Nizofenone Fumarate



$\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_3 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$: 528.94

本品を乾燥したものは定量するとき、フマル酸ニゾフェノン ($\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_3 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けやすく、酢酸 (100) にやや溶けにくく、水又はエタノール (99.5) に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 5 mL を加えて溶かし、希硝酸 1 滴、過酸化水素試液 1 mL、クロロホルム 1 mL 及びニクロム酸カリウム溶液 (1 : 300) 1 滴を加え、激しく振り混ぜるとき、クロロホルム層は淡青色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、その 1 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1681 cm^{-1} , 1522 cm^{-1} , 1352 cm^{-1} , 872 cm^{-1} 及び 747 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

(4) 本品 0.045 g 及び薄層クロマトグラフ用フマル酸 0.01 g をとり、それぞれにエタノール (99.5) / 水混液 (4 : 1) 2 mL を加えて穏やかに加温して溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/ギ酸/水混液 (90 : 9 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た上部のスポットは標準溶液から得たスポットの R_f 値と等しい。

pH 本品 1.0 g を水 400 mL に溶かした液の pH は 3.3 ~ 4.3 である。

融点 159 ~ 162 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加え、必要ならば加温して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

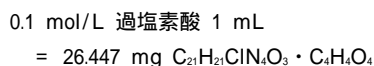
(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて

行う。本品 0.20 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水（28）混液（100：2：1）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは標準溶液から得たニゾフェノンのスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸（100）混液（4：1）70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法

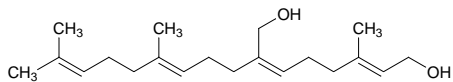
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

531003

ブラウノイ抽出精製油

Purified Plau noi Extract



$\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{O}_2$: 306.48

本品は、トウダイグサ科クロトン属の植物（Croton sublyratus Kurz）から抽出、精製して得た油である。

本品は定量するとき、ブラウノール（ $\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ）80.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色～淡褐色澄明の粘性の液である。

本品はメタノール、エタノール、ピリジン又はエーテルと混和する。

本品は水にほとんど溶けない。

比重 d_{20}^{20} : 0.945 ~ 0.960

確認試験

（1）本品及びブラウノール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルとブラウノール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

（2）本品約 0.02 g をとり、メタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。別にブラウノール標準品約 0.02 g をとり、メタノール 20 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料

溶液及び標準溶液 1 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用高性能シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、酢酸エチル/トルエン混液（3：1）を展開溶媒として約 8 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにバニリン・硫酸試液を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得た主スポットは赤紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい（ R_f 値：約 0.5）。

屈折率 n_D^{20} : 1.503 ~ 1.513

純度試験

（1）酸 本品 1.0 g に中和エタノール 30 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

（2）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

（3）類縁物質 本品のブラウノール（ $\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ）として 0.050 g に対応する量をピリジンに溶かし、正確に 10 mL とし、試料原液とする。この液 1 mL を正確に共栓試験管に量り、*N,O* ビス トリメチルシリル トリフルオロアセトアミド 0.2 mL を正確に加え、1 分間激しく振り混ぜた後、室温で 30 分間放置し、試料溶液とする。別に試料原液 2 mL を正確に量り、ピリジンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL 及び 6 mL をそれぞれ正確に量り、ピリジンを加えて正確に 20 mL とし、標準原液（1）及び標準原液（2）とする。これらの液 1 mL ずつを正確に量り、それぞれ別の共栓試験管に入れ、以下試料原液と同様に操作し、標準溶液（1）及び標準溶液（2）とする。試料溶液、標準溶液（1）及び標準溶液（2）の約 2 μ L の一定量につき、次の条件で、ガスクロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のピーク面積を自動積分法により求める。ピリジン 1 mL を正確に量り、*N,O* ビス トリメチルシリル トリフルオロアセトアミド 0.2 mL を正確に加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。試料溶液から得たブラウノール以外のピークで、標準溶液（1）（ブラウノールとして 0.5 %）のピーク面積以上、標準溶液（2）（ブラウノールとして 3 %）のピーク面積以下のピークは 5 個以下で、標準溶液（2）のピーク面積を超えるピークは認めない。更に、試料溶液のブラウノールのピーク面積及びブラウノール以外のピークの合計面積、 A 及び A_1 を測定する。面積百分率 $A_1 \times 100 / (A + A_1)$ を求めるとき、20 % 以下である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

試料注入装置及び試料導入法：ソルベントレス注入装置（図に示す）を使用し、サンプルニードルの先端に試料溶液の約 2 μ L の一定量を付け、約 3 分間後、導入する。標準溶液（1）、標準溶液（2）及び空試験の液についても同様に操作する。

注）ソルベントレス注入装置：本装置は、別名ムービングニードル注入装置とも呼ばれ、ガラス製のボディ部分とガラス製のニードル部分からなる。ニードルは外部から磁石を用いて移動させることができ、ニード

ルの先端にマイクロシリンジにて試料溶液を塗布し、試料中の低沸点の溶媒を蒸発させた後、ニードルをガスクロマトグラフ装置の加熱部に移動させ、ニードル先端に残った試料をカラムに導入することのできる装置である。

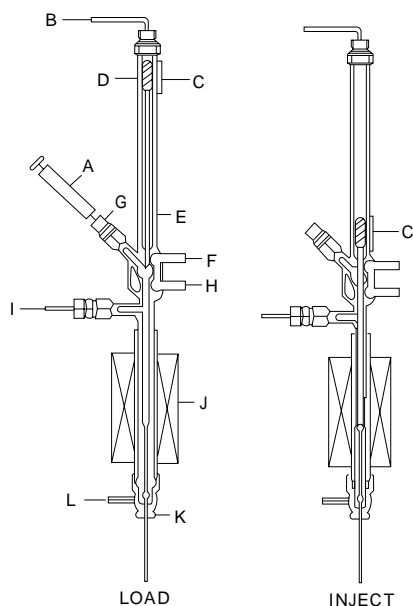
カラム：内径約 0.2 mm、長さ約 25 m の熔融シリカ製カラムの内面に厚さ約 0.33 μm のガスクロマトグラフ用メチルシリコーンポリマーを化学結合したものである。

カラム温度：245 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素又はヘリウム

流量：ブラウノールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 (2) 約 2 μL につき、上記の条件で操作し、次式によりブラウノールのピークの理論段数を求めるとき、70000 段以上のものを用いる。



- A：マイクロシリンジ
- B：ソルベント放出口
- C：永久磁石
- D：鉄製棒片
- E：ガラス製プローブ
- F：冷却水入口
- G：シリコラパーセブタム
- H：冷却水出口
- I：キャリアーガス入口
- J：注入口ヒータ部
- K：カラム接続部
- L：リーク出口

$$\text{理論段数 } n = 16 \times \left[\frac{t_R}{W} \right]^2$$

t_R ：ブラウノールの保持時間

W ：ブラウノールのピークの両側の変曲点における接線とピークの両すそを結ぶ直線との二つの交点間の長さ

検出感度：標準溶液 (1) をピリジンで 10 倍に希釈した液約 2 μL を注入したとき、ブラウノールのピーク面積を精度よく測定できるように設定する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からブラウノールの保持時間の 2.5 倍の範囲

定量法 本品 0.09 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とし、この液 3 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とする。この液 5 mL を量り、メタノールを加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別に、ブラウノール標準品約 0.04 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とし、この液 6 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正

確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブラウノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

本品中のブラウノール ($C_{20}H_{30}N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ブラウノール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ノニルのメタノール溶液 (1 : 400)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4.6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (4 : 1)

流量：パラオキシ安息香酸ノニルの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ブラウノール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法

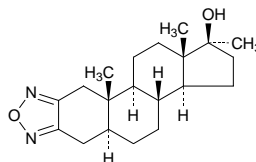
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102422

フラザボール

Furazabol



$C_{20}H_{30}N_2O_2$: 330.46

本品を乾燥したものは定量するとき、フラザボール ($C_{20}H_{30}N_2O_2$) 96.0 ~ 104.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール又はアセトンにやや溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に無水酢酸/ピリジン混液 (4 : 1) 5 mL を加えて溶かし、還流冷却器を付け、150 ~ 155 ℃ の油浴中で 1.5 時間煮沸する。冷後、反応液を少量の水を入れた水 20 mL に流し込み、析出した結晶をエーテル 20 mL で抽出する。エーテル層は水 10 mL、炭酸水素ナトリウム試液 10 mL 及び水 10 mL で順次洗い、無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて脱水した後、減圧で蒸発乾固する。残留物にエーテル 2 mL を加えて溶かし、クロマトグラフ用中性アルミナ 3 g を入れた内径約 10 mm のクロマト管に入れ、エーテル 15 mL で溶出する。溶出液を減圧で蒸発乾固した後、残留物をエーテルから再結晶し、デシケーター (減圧、

シリカゲル)で2時間乾燥するとき、その融点は165 ~ 169 °C である。

(2) 本品及びフラザポール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとフラザポール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びフラザポール標準品をメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +34.0 ~ +42.0° (乾燥後, 0.3 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 154 ~ 157 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にクロロホルム 5 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.25 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL にアセトン 30 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.25 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、水 10 mL を加える。更に、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 30 mL, 水 10 mL を加え、更に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.077 % 以下)。

(4) 重金属 本品 0.5 g をとり、第2法により操作し試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第3法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 他のステロイド 本品 0.010 g をとりアセトン 1.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にフラザポール標準品 5.0 mg をとりアセトンを加えて溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール混液 (9:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、100 ~ 120 °C に加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、認めないか、又は認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びフラザポール標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを無水エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。更に、これらの液 2 mL ずつを正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 217 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フラザポール ($C_{20}H_{30}N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{フラザポール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

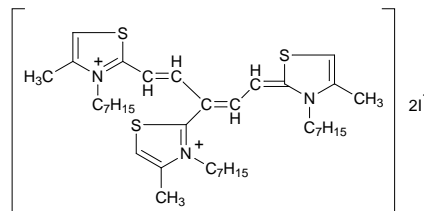
貯法 容器 気密容器。

105247

プラトニン

Platonin

感光色素 NK 19, 感光素 101 号



$C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$: 909.91

本品を乾燥したものは定量するとき、プラトニン ($C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は青緑色の結晶性の粉末で、においはなく、特異な苦味がある。

本品はメタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 mg を硝酸 5 滴に溶かし、水 1 mL 及びクロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は濃い赤だいたい色を呈する。

(2) 本品 0.1 g をクロロホルム 2 mL に溶かし、テトラフェニルボロンナトリウム 0.1 g 及び 1 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜる。静置した後、上層 2 滴をとり、希塩酸 1 mL 及び亜硝酸ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈する。これに、デンブン試液を加えるとき、液は濃青紫色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 332 ~ 335 nm 及び 591 ~ 595 nm に吸収の極大を示す。

融点 202 ~ 206 °C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 20 mL に加温して溶かすとき、液は紫色澄明である。

(2) 液性 本品 1.0 g に水 30 mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液の pH は 5.8 ~ 8.0 である。

(3) 重金属 本品 5 g をケルダールフラスコに入れ、硫酸 10 mL 及び硝酸 10 mL を加え、静かに加熱する。更に時々硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して液が無色 ~ 微黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL を加え、白煙が発生するまで加熱しながら濃縮する。冷後、注意しながら水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに赤色を呈するまで強アンモニア水を滴加した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とし、これ

を検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL をネスラー管にとり、本品を除いて試料溶液と同様に処理して得た液を加え、強アンモニア水で中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 (3) の試料溶液 10 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、移動相 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。ピーク面積を自動積分法によって測定するとき、本品のピーク (ヨウ素イオンのピークを含む) 以外の他のピークの合計面積は全体のピーク面積の 1.0 % 以下である。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：常温

移動相：アセトニトリル/水/トリエチルアミン/氷酢酸混液 (400 : 100 : 1 : 1)

流量：プラトニンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

測定範囲：プラトニンの保持時間の約 5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 90 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、水/メタノール混液 (7 : 3) 100 mL を加え、超音波を 10 分間あてて溶かし、0.01 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液で電導度測定する。

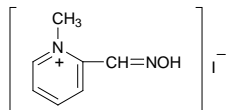
0.01 mol/L テトラフェニルボロンナトリウム液 1 mL
= 4.550 mg $C_{38}H_{61}I_2N_3S_3$

貯法 容器 気密容器。

105583

プラリドキシムヨウ化メチル

Pralidoxime Iodide



$C_7H_9IN_2O$: 264.06

本品を乾燥したものは定量するとき、プラリドキシムヨウ化メチル ($C_7H_9IN_2O$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点：約 216 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.3 g に水 10 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい黄色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 223 ~ 228 nm 及び 292 ~ 297 nm に吸収の極大を、波長 260 ~ 265 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ放置するとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、40 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をとり、水 30 mL を加えて溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

(2) ヨウ素 本品 0.10 g に水 3 mL を加えて溶かし、デンブソ試液 0.5 mL を加え、30 分間氷水中に放置するとき、液は暗青色を呈しない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプラリドキシムヨウ化メチル標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 250 mL とする。これらの液 5 mL を正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プラリドキシムヨウ化メチル ($C_7H_9IN_2O$) の量 (mg)

$$= \text{プラリドキシムヨウ化メチル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

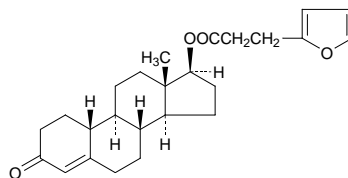
貯法 容器 気密容器。

100078

フリルプロピオン酸ナンドロロン

Nandrolone Furylpropionate

フランプロピオン酸ノルテストステロン



$C_{25}H_{32}O_4$: 396.52

本品を乾燥したものは定量するとき、フリルプロピオン酸ナンドロロン ($C_{25}H_{32}O_4$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、エタノール又は

エーテルに溶けやすく、ゴマ油にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は初めごく暗い黄色を呈し、徐々に暗褐色に変わる。この液に注意して水 2 mL を加えるとき、液は暗紅色に変わる。

(2) 本品 0.05 g をとり、薄めたエタノール(9 10) 20 mL を加えて溶かし、2,4 ジニトロフェニルヒドラジン 0.05 g を加え、還流冷却器を付け、15 分間煮沸する。次いで塩酸 0.3 mL を加え、更に 15 分間煮沸する。冷後、生じた沈殿をろ取し、エタノールから再結晶し、デシケーター(減圧、五酸化リン)で 3 時間乾燥するとき、その融点は 157 ~ 163 °C(分解)である。

(3) 本品のエタノール溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +42 ~ +49°(乾燥後, 0.3 g, エタノール 30 mL, 100 mm)。

融点 87 ~ 89 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液(9:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧して加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びフリルプロピオン酸ナンドロロン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 3 mL を正確に量り、それぞれにエタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 238 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フリルプロピオン酸ナンドロロン($C_{25}H_{32}O_4$)の量(mg)
= フリルプロピオン酸ナンドロロン標準品の量(mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

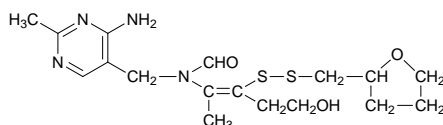
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102425

フルスルチアミン

Fursultiamine


 $C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$: 398.54

本品を乾燥したものは定量するとき、フルスルチアミン($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、水に溶けにくい。

本品は希塩酸に溶ける。

融点: 約 130 °C(分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 6 mL を加えて溶かし、亜鉛末 0.1 g を加え、数分間放置するとき、特異なおいを発する。

(2) (1)で得た液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後、イソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液 1.5 mL に水を加え、正確に 1000 mL とする。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g に希塩酸 2.3 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える(0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) チアミン 本品を乾燥し、その 0.10 g を量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL を正確に量り、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 4 mL を加え、次にイソブタノール 10 mL を正確に加え、密栓して 30 秒間激しく振り混ぜて放置する。イソブタノール層を分取し、紫外線(主波長 370 nm)を照射するとき、その蛍光は次の比較液より強くない(塩酸チアミンとして 0.2 % 以下)。

比較液: 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品 0.010 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料溶

液と同様に操作する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 5 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.06 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かし, 水を加えて正確に 500 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り, 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かし, 水を加えて正確に 500 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り, それぞれ 25 mL のメスフラスコ T, T', S 及び S' に入れる。T 及び S' にはそれぞれ塩酸システイン溶液 (1/100) 1 mL, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL, 希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし, 1 時間放置する。T' 及び S' にはそれぞれ pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL, 希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし, 1 時間放置する。T, T' 及び S の液 5 mL ずつを正確に量り, それぞれ褐色共栓試験管に入れ, それぞれにチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜた後, 水酸化ナトリウム溶液 (1/10) 5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。別に S' の液 5 mL を正確に量り, 褐色共栓試験管に入れ, 水酸化ナトリウム溶液 (1/10) 5.0 mL を加えて振り混ぜた後, チアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜる。それぞれの液につき, 水を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 368 nm における吸光度 A_T , $A_{S'}$, $A_{T'}$ 及び A_S を測定する。

フルスルチアミン ($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2$) の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

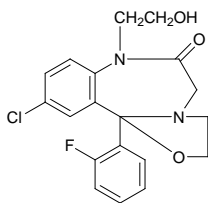
$$\times \frac{A_T - A_{T'}}{A_S - A_{S'}} \times 1.182$$

貯法 容器 気密容器。

108872

フルタゾラム

Flutazolam



$C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$: 376.81

本品を乾燥したものは定量するとき, フルタゾラム ($C_{19}H_{18}ClFN_2O_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはなく, 味はわずかに苦い。

本品は氷酢酸, エタノール又はクロロホルムに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エーテルにやや溶けにくく, 水にはほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1/100) は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を氷酢酸 5 mL に溶かすとき, 液は淡黄色を呈し, この液に紫外線 (254 nm) を照射するとき, 黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.01 g を希塩酸 10 mL に溶かし, この液 2 mL にドラージェンドルフ試液 1 mL を加えるとき, 赤だいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり, 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法により分解した後, よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品のメタノール溶液 (1/50000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 244 ~ 248 nm に吸収の極大を示し, 267 ~ 271 nm に吸収の肩を示す。

(5) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3450 cm^{-1} , 1670 cm^{-1} , 1220 cm^{-1} , 820 cm^{-1} 及び 770 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (246 nm): 295 ~ 315 (乾燥後, 2 mg, メタノール 100 mL)。

融点 148 ~ 152 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え, 時々振り混ぜながら, 1 時間放置した後, ろ過する。ろ液 25 mL をとり, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) フッ化物 本品 1.0 g に水 10 mL を加え, 時々振り混ぜながら, 1 時間放置した後, ろ過し, 試料溶液とする。別にフッ化ナトリウム標準試薬を白金るつばにとり, 500 ~ 550 °C で 1 時間乾燥し, デシケーター (シリカゲル) で放冷し, その約 22.1 mg を精密に量り, 水を加えて溶かし, 正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液のそれぞれ 5 mL を量り, アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液の混液 (1:1:1) 0.3 mL を加え, 1 時間放置するとき, 試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない (5 ppm 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により, 試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり, クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (4:1) 10 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (4:1) を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL を薄

層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/イソプロピルアミン混液(38:2:1)を展開溶媒として約15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5%以下(1 g, 105℃, 2時間)。

強熱残分 0.10%以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.6 gを精密に量り、無水酢酸60 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 37.681 mg C₂₁H₂₈ClFN₂O₃

貯法

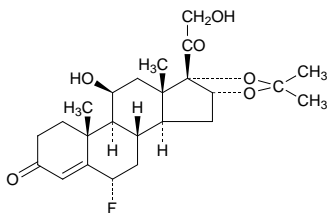
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102367

フルドロキシコルチド

Fludrocortide



C₂₄H₃₃FO₆: 436.51

本品を乾燥したものは定量するとき、フルドロキシコルチド(C₂₄H₃₃FO₆) 97.0 ~ 102.0%を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又は酢酸エチルにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品0.01 gにメタノール1 mLを加えて溶かし、フェーリング試液1 mLを加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品0.01 gをとり、0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液0.5 mL及び水20 mLの混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液(1:50000)につき、紫外可視光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長234 ~ 237 nmに吸収の極大を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数3450 cm⁻¹, 1710 cm⁻¹, 1670 cm⁻¹, 1095 cm⁻¹, 1060 cm⁻¹及び865 cm⁻¹付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: +145 ~ +153°(乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品0.050 gをとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に5 mLとし、試料溶液とする。

この液3 mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエーテル/酢酸エチル混液(1:1)を展開溶媒として約15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下(0.5 g, 105℃, 4時間)。

強熱残分 0.1%以下(0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及びフルドロキシコルチド標準品を乾燥し、その約0.02 gずつを精密に量り、それぞれにメタノール20 mLを加えて溶かし、次に内部標準溶液としてプレドニソンのメタノール溶液(1:500)10 mLを正確に加えた後、水を加えて正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフ法によって試験を行う。それぞれの液のフルドロキシコルチド及び内部標準物質のピーク高さを測定し、内部標準物質のピーク高さに対するフルドロキシコルチドのピーク高さ比H_F及びH_Sを求める。

フルドロキシコルチド(C₂₄H₃₃FO₆)の量(mg)

$$= \text{フルドロキシコルチド標準品の量(mg)} \times \frac{H_F}{H_S}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 240 nm)

カラム: 内径約4 mm, 長さ約25 cmのステンレス管に7 μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40℃付近の一定温度

移動相: メタノール70 mLに水30 mLを加える。

流量: フルドロキシコルチドの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定: パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸ブチル5 mgずつを量り、メタノール70 mLを加えて溶かし、水を加えて100 mLとする。この液5 μLにつき、上記の条件で操作し、分離度を求め、5.0以上のものを用いる。

貯法

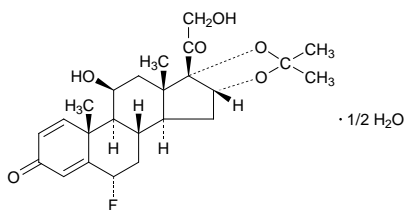
保存条件 遮光して、なるべく20℃以下で保存する。

容器 密閉容器。

108768

フルニソリド

Flunisolide

C₂₄H₃₁FO₆ · 1/2H₂O : 443.51

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フルニソリド (C₂₄H₃₁FO₆) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、エタノール又はアセトンにやや溶けやすく、アセトニトリル又はクロロホルムにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 243 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は、フッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 239 ~ 243 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品及びフルニソリド標準品を赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠削法により試験を行い、本品のスペクトルとフルニソリド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +104 ~ +111° (脱水物に換算したものの 0.2 g, クロロホルム, 20 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 15 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) フッ化物 本品 0.10 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 10.0 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 5.0 mL をとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、水を加えて 20 mL とした後、1 時間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準液 1.0 mL 及び薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL をとり、アリザリンコンプレキソン試液/pH 4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸第一セリウム試液混液 (1 : 1 : 1) 10 mL を加え、以下試料溶液の調

製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 : 20) 5.0 mL をとり、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (0.012 % 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.025 g をアセトン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液 (1) とする。また、試料溶液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、次の 2 条件の薄層クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットのそれぞれは、1.0 % 以下、総量は 2 % 以下である。

薄層クロマトグラフ法 I

薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板に、試料溶液 20 μL、標準溶液 (1) 2 μL, 5 μL 及び 10 μL をスポットする。次にトルエン/エタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、試料溶液から得た主スポット以外のスポットを標準溶液から得たスポットと比較してその量を求める。

薄層クロマトグラフ法 II

薄層クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板を 120 °C で 15 分間加熱し、冷却した後、メタノール/水混液 (9 : 1) を展開溶媒として上端まで展開し、風乾したものをを用いる。薄層板に試料溶液 10 μL、標準溶液 (2) 2 μL, 5 μL, 7 μL 及び 10 μL をスポットする。次にメタノール/水/氷酢酸混液 (60 : 40 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射し、試料溶液から得た主スポット以外の R_f 値 0.08 付近のスポットを標準溶液から得たスポットと比較してその量を求める。

水分 1.8 ~ 2.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及びフルニソリド標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル約 10 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 200 mL とする。この液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 3 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルニソリドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フルニソリド (C₂₄H₃₁FO₆) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したフルニソリド標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 酢酸ヒドロコルチゾンのアセトニトリル溶液 (1 : 4000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシル

シリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/氷酢酸混液（69：30：1）

流量：フルニソリドの保持時間が約 15 分になるように調整する。

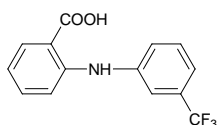
カラムの選定：標準溶液 20 μL につき上記の条件で操作するとき、フルニソリド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.7 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

008417

フルフェナム酸

Flufenamic Acid



$C_{14}H_{10}F_3NO_2$: 281.23

本品を乾燥したものは定量するとき、フルフェナム酸 ($C_{14}H_{10}F_3NO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色～淡黄緑色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味は極めて苦い。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノール、氷酢酸、エタノール又はエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加えて溶かし、*p*-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液 (1 1000) 1 mL を加え、更に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり、硫酸 2 mL を加えて加熱するとき、液は黄色を呈し、緑色の蛍光を発する。

(3) 本品 5.0 mg に塩酸のメタノール溶液 (1 2000) 500 mL を加えて溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 218 ~ 222 nm, 286 ~ 288 nm 及び 342 ~ 344 nm に吸収の極大を示す。また、波長 286 ~ 288 nm 及び 342 ~ 344 nm のそれぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 1.80 ~ 2.10 である。

(4) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜた液は、フッ化物の定性反応を呈する。

融点 133 ~ 136 ℃

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えて溶かし、氷酢酸 2 mL 及び水を加えて 100 mL とし、よく振り混ぜ、生じた沈殿をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。こ

れを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL、水酸化ナトリウム試液 5 mL、氷酢酸 0.5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.071 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) の試料溶液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.30 mL、水酸化ナトリウム試液 5 mL、氷酢酸 0.5 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.058 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 鉄 強熱残分で得た残留物に、薄めた塩酸 (2 3) 1 mL 及び薄めた硝酸 (1 3) 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。次に薄めた塩酸 (2 3) 3 mL 及び水を加えて溶かし、必要ならばろ過し、ネスラー管に入れ、水 10 mL で洗い、洗液及び水を加えて 25 mL とする。この液に過硫酸アンモニウム 0.03 g を加えて溶かし、チオシアン酸アンモニウム溶液 (1 10) 2 mL を加えるとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：硫酸 1 mL を砂浴上で蒸発乾固した後、鉄標準液 7.5 mL、薄めた塩酸 (2 3) 1 mL 及び薄めた硝酸 (1 3) 0.5 mL を加え、以下試料と同様に操作する。

(5) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(6) *m*-トリフロロメチルアニリン 本品 0.10 g をとり、氷酢酸 10 mL を加えて溶かし、*p*-ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール溶液 (1 1000) 5 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とした液の色は、次の比較液より濃くない。

比較液：*m*-トリフロロメチルアニリン標準品 0.10 g をとり、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とし、その 1 mL を正確に量り、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を量り、以下試料と同様に操作する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 ℃, 4 時間)。

強熱残分 0.25 % 以下 (1 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を共栓三角フラスコに精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加え、ゆるく栓をし、穏やかに加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬：チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

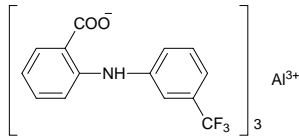
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 28.123 mg $C_{14}H_{10}F_3NO_2$

貯法 容器 密閉容器。

100443

フルフェナム酸アルミニウム

Flufenamic Acid Aluminium

C₄₂H₂₇AlF₉N₃O₆ : 867.65

本品を乾燥したものは定量するとき、フルフェナム酸 (C₁₄H₁₀F₃NO₂ : 281.23) 94.2 ~ 98.0 % 及びアルミニウム (Al : 26.98) 2.9 ~ 3.5 % を含む。

性状 本品はわずかに緑色を帯びた淡黄色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はアセトンに極めて溶けやすく、無水エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 5 mg に無水エタノール 5 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈する。
- (2) 本品 0.5 g をとり、エタノール 3 mL を加えてかき混ぜた後、薄めた希塩酸 (1 : 3) 25 mL を加え、ガラス棒でよくかき混ぜながら水浴上で 1 時間加熱する。冷後、沈殿をろ取りし、水で洗い、希エタノールから再結晶し、デシケーター (減圧、シリカゲル) で乾燥するとき、その融点は 131 ~ 136 °C である。
- (3) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 287 ~ 291 nm 及び 343 ~ 350 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A₁ 及び A₂ とするとき、A₂/A₁ は 0.45 ~ 0.55 である。
- (4) (2) のろ液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。
- (5) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。
- (2) 液性 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、10 分間よく振り混ぜ、ろ過して得た液は中性である。
- (3) 塩化物 本品 0.15 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、薄めた希硝酸 (3 : 5) 30 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離して得た水層 10 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.284 % 以下)。
- (4) 硫酸塩 本品 2.0 g をとり、クロロホルム 10 mL に溶かし、薄めた希塩酸 (1 : 10) 20 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離して得た水層 10 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 %

以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をとり、薄めた塩酸 (1 : 2) 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、放置する。分離した水層 5 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に四塩化炭素/エタノール/氷酢酸混液 (50 : 9 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 80 °C, 減圧 0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 2 時間)。

定量法

- (1) フルフェナム酸 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、クロロホルム 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 30 mL を加え、15 分間激しく振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水層は更にクロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで洗液が酸性を呈しなくなるまで洗う。洗液は毎回クロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出し、クロロホルム層は先の抽出液に合わせる。全クロロホルム液を水浴上で蒸発する (水層及び全水洗液を合わせた液は定量法 (2) に用いる)。残留物に中和エタノール 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 5 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.123 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{10}\text{F}_3\text{NO}_2$$

- (2) アルミニウム (1) の水層及び全水洗液を合わせた液を 100 mL のメスフラスコにろ過し、容器及びろ紙を水で洗い、洗液はメスフラスコ中の液に合わせ、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 30 mL を正確に量り、アンモニア試液を加え、ブロムフェノールブルー試験紙を用いて pH 3 に調整し、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、5 分間穏やかに煮沸する。冷後、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 10 mL 及びエタノール 75 mL を加え、0.01 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 3 mL)。ただし、滴定の終点は、液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

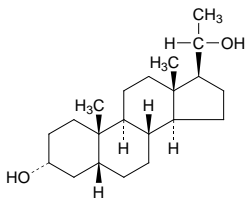
$$0.01 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 0.26982 \text{ mg Al}$$

貯法 容器 密閉容器。

105592

プレグナンジオール

Pregnanediol

C₂₁H₃₆O₂ : 320.51

本品を乾燥したものは定量するとき、プレグナンジオール (C₂₁H₃₆O₂) 96.5 ~ 103.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、無水エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、アセトンに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 : 236 ~ 243 °C

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液はだいたい色を呈する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液の色は退色する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3380 cm⁻¹, 2920 cm⁻¹, 2850 cm⁻¹, 1450 cm⁻¹ 及び 1038 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +26 ~ +33° (乾燥後, 0.05 g, 無水エタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 類縁物質 本品 0.025 g をとり、無水エタノール 2 mL 及びクロロホルム 6 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、試料原液とする。試料原液 2 mL を正確に量り、共栓小試験管に入れ、水浴上で注意して蒸発乾固した後、残留物に *N* メチル *N* トリメチルシリルアセトアミド 0.2 mL を加えて密栓し、5 分間加熱して溶かし、冷後、内部標準溶液としてリグノセリン酸メチルのクロロホルム溶液 (1/2000) 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に試料原液 3 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、共栓小試験管に入れ、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μL をガスクロマトグラフ用マイクロシリンジを用いて量り、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行い、試料溶液の主ピーク、溶媒、内部標準物質及び *N* メチル *N* トリメチルシリルアセトアミドに基づくピーク以外のピークの合計面積 *A_T* 及び内部標準物質のピーク面積 *I_T* を求める。また、標準溶液のプレグナンジオールトリメチルシリル誘導体のピーク面積 *A_S* 及び内部標準物質のピーク面積 *I_S* を求めるとき、*A_T*/*I_T* は *A_S*/*I_S* より小さい。ただし、ピーク面積は自動積分法によって測定する (ただし、内部標準物質及び *N* メチル *N* トリメチルシリルアセトアミドの不純物のピークは除く)。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、試料気化室及び検出器温度、キャリアーガス、流量及びスプリット比は定量法の操作条件を準用する。

感度：標準溶液から得たクロマトグラムでプレグナンジオールトリメチルシリル誘導体のピーク高さが記録紙のフルスケールの約 4 % になるように調整する。

面積測定時間：プレグナンジオールトリメチルシリル誘導体の保持時間の 0.5 ~ 1.5 倍の範囲。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びプレグナンジオール標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、それぞれ約 0.025 g を精密に量り、無水エタノール 2 mL 及びクロロホルム 6 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、冷後、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とする。この液 2 mL ずつを正確に量り、共栓小試験管に入れ、水浴上で注意して蒸発乾固した後、残留物に *N* メチル *N* トリメチルシリルアセトアミド 0.2 mL を加えて密栓し、5 分間加熱して溶かし、冷後、内部標準溶液としてリグノセリン酸メチルのクロロホルム溶液 (1/200) 1 mL を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL をガスクロマトグラフ用マイクロシリンジを用いて量り、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行い、それぞれの液のプレグナンジオールトリメチルシリル誘導体及び内部標準物質のピーク面積を自動積分法によって測定し、内部標準物質のピーク面積に対するプレグナンジオールトリメチルシリル誘導体のピーク面積比 *A_T* 及び *A_S* を求める。

プレグナンジオール (C₂₁H₃₆O₂) の量 (mg)

$$= \text{プレグナンジオール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 0.25 mm、長さ約 20 m のガラス管の内壁にガスクロマトグラフ用メチルシリコンポリマー (液体) を付着させる。

カラム温度：245 °C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：270 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：リグノセリン酸メチルの保持時間が 12 ~ 15 分になるように調整する。

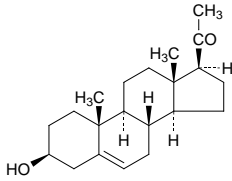
スプリット比：カラム直前で試料ガスをカラム側に 1, 装置外に排出する流路に 100 の割合で 2 つに分岐する。

貯法 容器 気密容器。

105593

プレグネノロン

Pregnenolone

C₂₁H₃₂O₂ : 316.48

本品を乾燥したものは定量するとき、プレグネノロン (C₂₁H₃₂O₂) 96.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はピリジン又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、アセトン又はエーテルに溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g をエタノール 3 mL に溶かし、これに *m* ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 8) 0.5 mL を加えて放置するとき、液は徐々に黄赤色を呈する。

(2) 本品及びプレグネノロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、それぞれをクロロホルムに溶かした後、クロロホルムを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 [α]_D²⁰ : +26 ~ +32° (乾燥後, 0.1 g, エタノール, 10 mL, 100 mm)。

融点 188 ~ 194 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.50 g をエタノール 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 他のステロイド 本品 0.10 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにエタノール/硫酸混液 (1 : 1) を均等に噴霧した後、105 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、大きくない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びプレグネノロン標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料

溶液及び標準溶液 5 mL ずつを共栓試験管に正確に量り、加温しながら減圧で蒸発乾固し、残留物をピリジン/無水酢酸混液 (3 : 2) 0.5 mL に溶かし、栓をして水浴中で 30 分間加熱する。冷後、少量のエーテルを加え、加温しながら減圧でピリジン/無水酢酸混液を留去する。更にピリジン及び酢酸臭がなくなるまでこの操作を繰り返した後、残留物をデシケーター (減圧, シリカゲル, 水酸化ナトリウム) で 1 時間乾燥し、これに 2 % ヒドロキシルアミン試液 10 mL を正確に加え、直ちに栓をして、室温で 5 分間ごとに激しく振り混ぜながら 30 分間放置する。次にそれぞれの液 5 mL を正確に共栓遠沈管にとり、希過塩素酸第二鉄試液 5 mL を正確に加え、栓をしてよく振り混ぜ、5 分間放置した後、遠心分離する。それぞれの上澄液につき、エタノール 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 *A_T* 及び *A_S* を測定する。

プレグネノロン (C₂₁H₃₂O₂) の量 (mg)

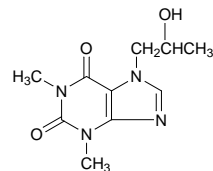
$$= \text{プレグネノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

001547

プロキシフィリン

Proxiphylline

C₁₀H₁₄N₄O₃ : 238.24

本品を乾燥したものは定量するとき、プロキシフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水酢酸又はアセトンにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 3 ~ 4 滴を加えるとき消える。

(2) 本品の水溶液 (1 : 100) 1 mL にタンニン酸試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3490 cm⁻¹, 1702 cm⁻¹, 1662 cm⁻¹, 1460 cm⁻¹, 1289 cm⁻¹ 及び 1141 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 134 ~ 138 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 酸又はアルカリ 本品 0.5 g を水 75 mL に溶かし、ブロムチモールブルー試液 0.25 mL を加えるとき、液の色は黄色又は緑色である。また、これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 2.0 mL を加えるとき、液の色は青色である。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) テオフィリン 本品 1.0 g を水 3 mL に溶かし、硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

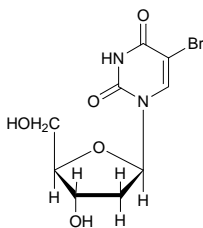
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 23.824 mg C₉H₁₁BrN₂O₅

貯法 容器 密閉容器。

101048

ブロクスウリジン

Broxuridine



C₉H₁₁BrN₂O₅ : 307.10

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ブロクスウリジン (C₉H₁₁BrN₂O₅) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～類白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール又はアセトンに溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に水 5 mL を加え、加温して溶かした後、ジフェニルアミン・氷酢酸試液 5 mL を加えて 5 分間加熱するとき、液は青色を呈する。
- (2) 本品 0.02 g をとり、水酸化ナトリウム試液 20 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解し、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させる。この液 1 mL に希酢酸 1 mL、フルオレセインナトリウム溶液 (1 : 2500) 2 滴及びクロラミン試液 0.5 mL を加え、よく振り混ぜ、2 分間放置した後、チオ硫酸ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液はうすい紅色を呈する。

- (3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D²⁰: +29 ~ +32° (0.2 g, 希水酸化ナトリウム試液, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品を粉末とし、その 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 4.3 ~ 5.3 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品を粉末とし、その 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 臭化物 本品を粉末とし、その 1.0 g をとり、20 mL の比色管に入れ、ジメチルホルムアミド 5 mL を加えて溶かした後、希硝酸 1 mL 及び水を加えて 10 mL とし、検液とする。別に臭化ナトリウム水溶液 (1 : 10000) 0.26 mL をとり、希硝酸 1 mL 及び水を加えて 10 mL とし、比較液とする。検液及び比較液に硝酸銀試液 0.5 mL ずつを加えて混和し、暗所に 5 分間放置した後、黒色の背景を用い、比色管の上方又は側方から観察して混濁を比較するとき、検液の呈する混濁は比較液の呈する混濁より濃くない。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

- (5) 類縁物質 本品を粉末とし、その 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に水飽和 *n*-ブタノール溶液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くなく、また、ヨウ素蒸気にさらして観察するとき、単一のスポットを認める。

水分 1.5 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 80 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL

= 30.710 mg C₉H₁₁BrN₂O₅

貯法

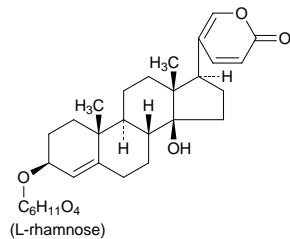
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

008418

プロスシラリジン

Proscillaridin



$C_{30}H_{42}O_8$: 530.65

本品を乾燥したものは定量するとき、プロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$) 96 ~ 104 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸に溶けやすく、メタノール、エタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく、酢酸エチルに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：190 ~ 225 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg に氷酢酸 1 mL を加えて溶かし、無水酢酸/硫酸混液 (50 : 1) 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、直ちに緑色に変わる。

(2) 本品及びプロスシラリジン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとプロスシラリジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びプロスシラリジン標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -85.0 ~ -93.0° (乾燥後, 0.25 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.05 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 類縁物質 本品 0.020 g にメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水を飽和した酢酸エチル/メタノール混液 (199 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 110 ~ 120 °C で 45 ~ 60 分間乾燥する。これにエタノール/硫酸混液 (7 : 3) を均等に噴霧し、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 299 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

$$\text{プロスシラリジン (C}_{30}\text{H}_{42}\text{O}_8\text{) の量 (mg) = } \frac{A}{107} \times 12500$$

貯法

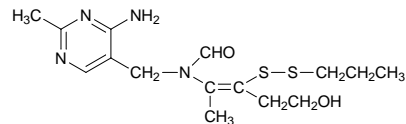
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105648

プロスルチアミン

Prosultiamine



$C_{15}H_{24}N_4O_2S_2$: 356.51

本品を乾燥したものは定量するとき、プロスルチアミン ($C_{15}H_{24}N_4O_2S_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 6 mL を加えて溶かし、亜鉛末 0.1 g を加え、数分間放置するとき、特異なにおいを発する。

(2) (1) で得た液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後、イソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線下で観察するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液：1/60 mol/L 重クロム酸カリウム液 1.5 mL に水を加えて正確に 1000 mL とする。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g に希塩酸 3 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) チアミン 本品を乾燥し、その 0.10 g を量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に

100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 2 mL を正確に量り、チアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜた後、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 4 mL を加え、次にイソブタノール 10 mL を正確に加え、密栓して 30 秒間激しく振り混ぜた後、放置する。イソブタノール層を分取し、紫外線（主波長 370 nm）を照射するとき、その蛍光は次の比較液より強くない（塩酸チアミンとして 0.2 % 以下）。

比較液：脱水物に換算した塩酸チアミン標準品 0.010 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料溶液と同様に操作する。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g、減圧、五酸化リン、5 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品（あらかじめ塩酸チアミン（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ 25 mL のメスフラスコ T、T'、S 及び S' に入れる。T 及び S' にはそれぞれ塩酸システイン溶液（1/100）1 mL、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL、希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし、1 時間放置する。T' 及び S' にはそれぞれ pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL、希水酸化ナトリウム試液 1.0 mL 及び水を加えて 25 mL とし、1 時間放置する。T、T' 及び S の液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ褐色共栓試験管に入れ、それぞれにチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液（1/10）5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。別に S' の液 5 mL を正確に量り、褐色共栓試験管に入れ、水酸化ナトリウム溶液（1/10）5.0 mL を加えて振り混ぜた後、チアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜる。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 368 nm における吸光度 A_T 、 $A_{S'}$ 、 $A_{T'}$ 及び $A_{S'}$ を測定する。

プロスルチアミン（ $C_{16}H_{24}N_4O_2S_2$ ）の量（mg）

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量（mg）

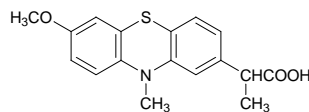
$$\times \frac{A_T - A_{T'}}{A_{S'} - A_{S'}} \times 1.057$$

貯法 容器 気密容器。

105660

プロチジン酸

Protizinic Acid


 $C_{17}H_{17}NO_3S$: 315.39

本品を乾燥したものは定量するとき、プロチジン酸（ $C_{17}H_{17}NO_3S$ ）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はないが、後に刺激感を残す。

本品はメタノール、エタノール、アセトン又はエーテルに溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

（1）本品のメタノール溶液（1/1000）5 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、青紫色を呈する。

（2）本品 0.05 g を希水酸化ナトリウム試液 4 mL に溶かし、水 6 mL 及び塩化カルシウム溶液（1/100）1 mL を加えるとき、淡黄白色の沈殿を生じる。

（3）本品のメタノール溶液（1/200000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 257 nm 及び 311 ~ 315 nm に吸収の極大を示す。

（4）本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1710 cm^{-1} 、 1605 cm^{-1} 、 1500 cm^{-1} 、 1470 cm^{-1} 、 1235 cm^{-1} 及び 810 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 122 ~ 125 °C

純度試験

（1）溶状 本品 1.0 g をアセトン 10 mL に溶かすとき、液は淡黄色～淡褐色澄明である。

（2）重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

（3）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液（1/10）を使用する。

（4）類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/エタノール/アンモニア水混液（60 : 40 : 1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 120 秒間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 60 °C, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 15 mL を正確に加え, 更にメタノール 30 mL を加えて, 0.1 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 滴). 同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 31.539 mg C₁₇H₁₇NO₃S

貯法

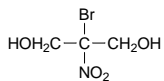
保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

101046

プロノポール

Bronopol



C₃H₆BrNO₂: 199.99

本品を乾燥したものは定量するとき, プロノポール (C₃H₆BrNO₂) 98.0 % 以上を含む.

性状 本品は無色又は白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で, においはない.

本品は水, エタノール又はエーテルに溶けやすい.

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 5.0 ~ 6.0 である.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

(1) 本品 0.02 g を試験管にとり, 水酸化カリウム試液 1 mL を加えて溶かし, 下端に濃クロモトロボ酸試液をつけたガラス管を試験管に取り付け, 80 °C の水浴中で 5 分間加熱するとき, 濃クロモトロボ酸試液は赤紫色を呈する.

(2) 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加え, 徐々に加熱して分解し, 残留物に熱湯 5 mL を加えて溶かし, 冷後, 酢酸を加えて酸性とし, ろ過する. ろ液は臭化物の定性反応を呈する.

(3) 本品 0.2 g に水 2 mL を加えて溶かし, 希塩酸 1 mL を加え, 冷水中で亜鉛末 0.2 g を加えて 10 分間振り混ぜた後, 希塩酸 1 mL を加えて酸性とし, ろ過する. ろ液に亜硝酸ナトリウム試液 1 mL を加え, 温湯中で 3 分間加温するとき, 泡だち, 発生するガスは無色である.

(4) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3250 cm⁻¹, 1555 cm⁻¹ 及び 1340 cm⁻¹ 付近に吸収を認める.

融点 128 ~ 132 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり, 試験を行う. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下).

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し,

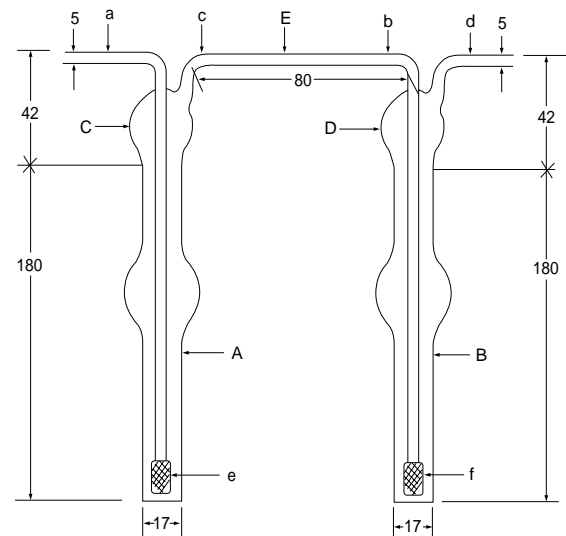
試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下).

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 1 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下).

(5) 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を用いて行う. 本品 0.10 g をとり, エタノールを加えて溶かし, 正確に 10 mL とし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, エタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする. 次にジクロルメタン/メタノール混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を均等に噴霧し, 風乾した後, 更にファストブルー試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

(6) ホルムアルデヒド

(i) 装置 図に示すものを用いる. 連結用ゴム管を除いて, 総硬質ガラス製で接続部はすり合わせである.



数字はmmを示す.

A, B: 内容積約 25 mL の吸収瓶
C, D: 窒素導入・排出管
a, b: 窒素導入口
c, d: 窒素排出口
e, f: ガラスフィルター
E: 連結用ゴム管

(ii) 操作 本品 5.0 g を吸収瓶 A にとり, 吸収瓶 B には吸収液として 0.005 mol/L 塩酸試液 10 mL を入れる. A 及び B に窒素導入・排出管 C 及び D を取り付け, 連結用ゴム管 E で接続する. A を 37 °C の水浴中に浸し, 窒素導入口 a から毎分約 30 mL の流速で窒素を通じる. 1 時間後, B の吸収液 3 mL をとり, アセチルアセトン試液 3 mL を加えて振り混ぜ, 40 °C の水浴中で 30 分間加熱し, 更に室温で 30 分間放置し, 試料溶液とする. 別にプロノポール用ホルムアルデヒド液標準液 3 mL をとり, アセチルアセトン試液 3 mL を加え, 以下試料溶液と同様に操作し, 標準溶液とする. 0.005 mol/L 塩酸試液 3 mL をとり, 以下標準溶液と同様に操作し, 空試験溶液とする. 試料溶液及

び標準溶液につき、空試験溶液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 415 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

(7) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 C より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、300 mL のフラスコに入れ、2 mol/L 水酸化カリウム試液 40 mL を加え、還流冷却器を付け、60 分間穏やかに煮沸する。冷後、水 30 mL を用いて冷却器の下部及びフラスコの口部を洗い、洗液をフラスコの液と合わせ、硝酸 5 mL, 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を正確に加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 19.999 mg $C_6H_5BrNO_4$

貯法

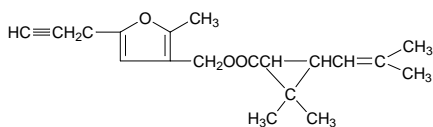
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

008422

プロパルトリン

Proparathrin



$C_{19}H_{24}O_3$: 300.39

本品は定量するとき、2-メチル-5-プロパルギル-3-フリルメチル *dl*-シス, トランス-クリサンテマート ($C_{19}H_{24}O_3$: 300.39) 91.0 % 以上を含み、また、安定剤として、ジブチルヒドロキシトルエン ($C_{19}H_{24}O$: 220.35) 1.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色～帯黄褐色の液で、わずかに特異なにおいがある。

本品はエタノール、アセトン又はクロロホルムと混和する。

本品は水に極めて溶けにくい。

屈折率 n_D^{20} : 1.500 ~ 1.510

比重 d_4^{20} : 1.015 ~ 1.035

確認試験

(1) 本品 0.03 g に塩酸ヒドロキシルアミン・メタノール試液 0.5 mL を加えて振り混ぜ、チモールフタレイン試液 1 滴を加え、水酸化カリウム・エタノール試液で中和し、更に 10 滴を加え、液が沸騰するまで加熱する。冷後、2 mol/L 塩酸で中和し、更に 5 滴を加えた後、水 1 mL 及びメタノール 2 mL を加えて沈殿を溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.03 g に無水エタノール 1 mL を加えて溶かし、アニリンの塩酸溶液 (2 : 5) 5 mL を加え、穏やかに煮沸するとき、液は赤色を呈する。

(3) 定量法 (2) で得たガスクロマトグラムのピークの内標準物質に対する相対保持時間を求めるとき、2-メチル-5-

プロパルギル-3-フリルメチル *dl*-シス, トランス-クリサンテマートのシス体は約 1.74, トランス体は約 1.82, ジブチルヒドロキシトルエンは約 0.22 である。

純度試験

(1) 酸 本品 0.5 g にエタノール 10 mL を加えて混和し、メチルレッド試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1.0 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 第一菊酸クロライド 本品約 2 g を精密に量り、中和メタノール液 25 mL を正確に加え、振り混ぜて混和し、5 分間以内に 0.02 mol/L 水酸化カリウム・メタノール液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤褐色が緑色に変わるときとする。

0.02 mol/L 水酸化カリウム・メタノール液 1 mL
= 3.7336 mg $C_{10}H_{16}ClO$

第一菊酸クロライド ($C_{10}H_{16}ClO$: 186.68) の量は 0.5 % 以下である。

(3) 第一菊酸 本品約 2 g を精密に量り、無水エタノール 25 mL を加えて溶かし、 α -ナフトールベンゼインの無水エタノール溶液 (1 : 100) 8 ~ 9 滴を加え、直ちに 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の茶褐色が緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 3.3647 mg $C_{10}H_{16}O_2$

第一菊酸 ($C_{10}H_{16}O_2$: 168.24) の量は 4.0 % 以下である。

(4) 第一菊酸無水物 本品約 2 g を精密に量り、モルホリン試液 20 mL を正確に加え、振り混ぜて混和し、5 分間放置する。次にメチルイエロー・メチレンブルー試液 2 ~ 3 滴を加え、0.1 mol/L 塩酸・メタノール液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の緑色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 塩酸・メタノール液 1 mL
= 31.846 mg $C_{20}H_{30}O_3$

第一菊酸無水物 ($C_{20}H_{30}O_3$: 318.46) の量は 3.0 % 以下である。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.40 g をとり、硝酸カリウム 1.00 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.60 g を加え、乳鉢を用いてよく混和し、その 1.0 g を赤熱したるつぼ中に少量ずつ入れ、1 時間強熱する。冷後、残留物に希硫酸 10 mL を加え、5 分間煮沸した後、ろ過し、残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、白煙が発生するまで加熱し、水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

定量法

(1) 2-メチル-5-プロパルギル-3-フリルメチル *dl*-シス, トランス-クリサンテマート 本品約 0.3 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 5 mL を加えて混和し、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた還流冷却器を用い、水浴上で 2 時間加熱する。冷後、水浴上でエタノールを減圧で留去し、残留物に水 10 mL を加え、よく振り混ぜ、分液漏斗に入れ、水 10 mL ずつで 2 回洗い込む。

次に 2 mol/L 塩酸試液 3 mL を加えて酸性とし、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、脱脂綿を用いてろ過する。脱脂綿は少量のクロロホルムで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上でクロロホルムを減圧で留去する。残留物にメタノール 30 mL を加えて溶かし、更にメタノール 10 mL ずつを用いて 2 回洗い込み、水 25 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 30.039 mg C₁₉H₂₄O₃

(2) ジブチルヒドロキシトルエン 本品約 0.85 g を精密に量り、アセトン 15 mL を加えて溶かし、この液に内部標準溶液としてベンゾフェノンのアセトン溶液（1 : 200）5 mL を正確に加えた後、アセトンを加えて正確に 25 mL とする。この液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法によって試験を行い、あらかじめ作成した検量線を用いて定量するとき、1.0 % 以下である。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

分離管：内径約 3 mm、長さ約 2 m のカラムに LAC 2 R 446 を 150 180 μm のガスクロマトグラフ用クロモソルブ W に 5 % の割合で被覆したものを充てんする。

分離管温度：185 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：毎分約 30 mL になるように調整する。

貯法

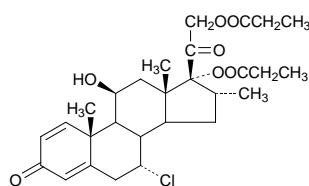
保存条件 遮光して、30 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

110337

プロピオン酸アルクロメタゾン

Alclometasone Dipropionate



C₂₈H₃₇ClO₇ : 521.04

本品を乾燥したものは定量するとき、プロピオン酸アルクロメタゾン（C₂₈H₃₇ClO₇）96.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトンにやや溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けにくく、メタノール又は無水エタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液（1 : 10000）5 mL をとり、イソニアジド試液 25 mL を加えて 60 °C で 10 分間加熱するとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品及びプロピオン酸アルクロメタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により

試験を行い、本品のスペクトルとプロピオン酸アルクロメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +43 ~ +49° (乾燥後, 0.1 g, アセトン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 0.5 mL を加える（10 ppm 以下）。

(2) 類縁物質 本品 0.035 g をアセトニトリル 25 mL に溶かす。この液 2 mL にアセトニトリルを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液から得た各々のピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液から得たプロピオン酸アルクロメタゾン以外のピークの合計面積を求めるとき、標準溶液から得たプロピオン酸アルクロメタゾンのピーク面積より大きくない（4.0 % 以下）。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は、定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たプロピオン酸アルクロメタゾンのピークの高さがフルスケールの 20 ~ 30 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からプロピオン酸アルクロメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g, 105 °C, 3 時間）。

強熱残分 0.1 % 以下（0.5 g）。

定量法 本品及びプロピオン酸アルクロメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.035 g ずつを精密に量り、それぞれにアセトニトリルを加えて溶かし、正確に 25 mL とする。これらの液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 1 mL ずつを正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 10 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロピオン酸アルクロメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸アルクロメタゾン (C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClO}_7\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{プロピオン酸アルクロメタゾン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 ジフェニルのアセトニトリル溶液（3 : 4000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 20 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液（17 : 8）

流量：プロピオン酸アルクロメタゾンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

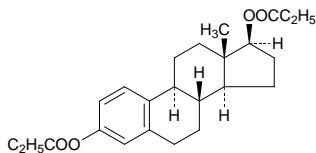
カラムの選定：標準溶液 4 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロピオン酸アルクロメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

102205

プロピオン酸エストラジオール

Estradiol Dipropionate


 $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4$: 384.51

本品を乾燥したものは定量するとき、プロピオン酸エストラジオール ($\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微灰白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトン又はジオキサンに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、メタノール又はゴマ油に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、炭酸カリウム 0.15 g を水 0.5 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、4 時間煮沸した後、水 30 mL を加え、穏やかに加熱してメタノールを蒸発する。これに水 15 mL を加え、5 ~ 10 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間放置した後、ろ過し、沈殿を洗液が中性となるまで冷水で洗い、105 $^{\circ}\text{C}$ で 1 時間乾燥する。その 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は帯黄緑色を呈し、緑色の蛍光を発する。この液に硫酸第二鉄アンモニウム試液 1 滴を加えるとき、濃緑色となり、更に水 5 mL を加えるとき、液の色は赤色あるいはだいたい赤色に変わる。

(2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間煮沸する。冷後、薄めた硫酸 (2 : 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、エステルのおいを発する。

(3) 本品及びプロピオン酸エストラジオール標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとプロピオン酸エストラジオール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びプロピオン酸エストラジオール標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +36 ~ +40 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 104 ~ 109 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 5 mL を加え、加熱して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、

試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.20 g にアセトンを加えて溶かし、正確に 10 mL とし試料溶液とする。別にこの液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 μL を正確に量り、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/エタノール混液 (100 : 70 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに薄めた硫酸 (1 : 2) を均等に噴霧した後、105 $^{\circ}\text{C}$ で 15 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びプロピオン酸エストラジオール標準品を乾燥し、その約 0.04 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2 mL ずつを正確に共栓試験管に入れ、水浴中で穏やかに温めながら減圧下で蒸発乾固するそれぞれに鉄・フェノール試液 1 mL を正確に加え、直ちにゆるく栓を付け、沸騰水浴中で 5 分間加熱した後、よく振り混ぜ、更に沸騰水浴中で 35 分間加熱した後、直ちに氷冷する。冷後、薄めた硫酸 (1 : 3) 10 mL を正確に加え、よく混和し、5 分間放置した後、初めは穏やかに、次に激しく振り混ぜる。ここで得た呈色液につき、メタノール 2 mL を同様に操作して呈色させた液を対照とし、紫外可視光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロピオン酸エストラジオール ($\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4$) の量 (mg)
= プロピオン酸エストラジオール標準品の量 (mg)

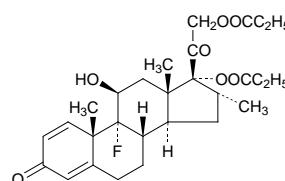
$$\times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

109119

プロピオン酸デキサメタゾン

Dexamethasone Propionate


 $\text{C}_{28}\text{H}_{37}\text{FO}_7$: 504.59

本品を乾燥したものは定量するとき、プロピオン酸デキサメタゾン ($\text{C}_{28}\text{H}_{37}\text{FO}_7$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルム又はジオキサンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：200 ~ 206 °C

確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノールに溶かし、100 mL とする。この液 2 mL にイソニアジド試液 5 mL を加えて加温するとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をメタノール 0.5 mL に溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は、フッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品のメタノール溶液 (3 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品及びプロピオン酸デキサメタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとプロピオン酸デキサメタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +31 ~ +37° (乾燥後、0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.7 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (28 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本品 0.050 g をメタノールに溶かして 25 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプロピオン酸デキサメタゾン以外のピークの合計面積は、標準溶液のプロピオン酸デキサメタゾンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 10 µm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：メタノール/0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (13 : 7)

流量：プロピオン酸デキサメタゾンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定：プロピオン酸デキサメタゾン 0.05 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.01 g にメタノールを加えて溶かし、25 mL とする。この液 2 mL にメタノールを加えて 50 mL とする。この液 20 µL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸ブチル、

プロピオン酸デキサメタゾンの順に溶出し、その分離度が 3.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 µL から得たプロピオン酸デキサメタゾンのピークの高さが 20 ~ 60 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒ピークの後からプロピオン酸デキサメタゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品及びプロピオン酸デキサメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノール 30 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロピオン酸デキサメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸デキサメタゾン (C}_{28}\text{H}_{37}\text{FO}_7\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{プロピオン酸デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 フルオレンのメタノール溶液 (3 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 10 µm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：メタノール/0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (13 : 7)

流量：プロピオン酸デキサメタゾンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定：プロピオン酸デキサメタゾン 0.05 g 及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.01 g にメタノールを加えて溶かし、100 mL とする。この液 10 µL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸ブチル、プロピオン酸デキサメタゾンの順に溶出し、その分離度が 3.5 以上のものを用いる。

貯法

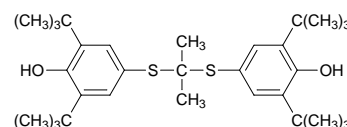
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109277

プロブコール

Probucol



C₃₁H₄₈O₂S₂ : 516.84

本品を乾燥したものは定量するとき、プロブコール (C₃₁H₄₈O₂S₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品はテトラヒドロフランに極めて溶けやすく、エタノール又はエーテルに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 2 滴を加えるとき、直ちに濃黄色を呈し、その後徐々に暗褐色に変化する。

(2) 本品及びプロブコール標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定し、両者のスペクトルを比較するとき、同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 125 ~ 128 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.40 g をテトラヒドロフラン 4 mL に溶かした後、移動相を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、プロブコール類縁物質 C 標準品 2.0 mg をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし、この液にプロブコール類縁物質 A 標準品溶液及びプロブコール類縁物質 B 標準品溶液 1 mL ずつを正確に加えた後、更に移動相を加え、正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつにつき次の操作条件 (1) で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得られる類縁物質 A のピーク面積は、標準溶液から得られる類縁物質 A のピーク面積より大きくない。また、試料溶液及び標準溶液 3 μ L ずつにつき、次の操作条件 (2) で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液から得られる類縁物質 B 及び類縁物質 C のピーク面積は、それぞれの標準溶液から得られる類縁物質 B 及び類縁物質 C のピーク面積より大きくない。

操作条件 (1)

カラム, カラム温度, 移動相及び流量: 定量法の操作条件による。

検出器: 可視吸光度計 (測定波長: 420 nm)

カラムの選定: 本品 0.4 g をテトラヒドロフラン 4 mL に溶かした後、標準溶液 5 mL を加え、更に移動相を加えて 10 mL とする。この液 3 μ L につき上記の条件で操作するとき、主ピークの保持時間の約 0.9 倍にピークを検出するものを用いる。

検出感度: 標準溶液 10 μ L から得た類縁物質 A のピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

操作条件 (2)

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量: 定量法の操作条件による。

カラムの選定: 操作条件 (1) による。

検出感度: 標準溶液 3 μ L から得た類縁物質 B のピーク

高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びプロブコール標準品を乾燥し、その約 0.06 g ずつを精密に量りそれぞれをテトラヒドロフラン 5 mL に溶かし、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロブコール ($C_{31}H_{48}O_2S_2$) の量 (mg)

$$= \text{プロブコール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フタル酸ビス (シス 3,3,5-トリメチルシクロヘキシル) 0.2 g をテトラヒドロフラン 1 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 242 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (93 : 7)

流量: プロブコールの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質, プロブコールの順に溶出し、その分離度が 5.5 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

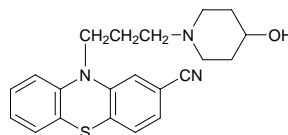
容器 気密容器。

105626

プロペリシアジン

Propercyazine

ペリシアジン



$C_{21}H_{23}N_3OS$: 365.49

本品を乾燥したものは定量するとき、プロペリシアジン ($C_{21}H_{23}N_3OS$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はメタノール, 氷酢酸, クロロホルム又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に褐色を帯びる。

確認試験

- (1) 本品 1 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて溶かし、硝酸 0.2 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈し、2 ~ 3 分後に液の色は消える。
- (2) 本品 1 mg にクロロホルム 10 mL を加えて溶かし、塩化パラジウム試液 10 mL を加え、振り混ぜるとき、水層は赤紫色を呈する。
- (3) 本品 1 mg にメタノール 10 mL を加えて溶かし、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。
- (4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によって測定するとき、波数 3400 cm⁻¹, 2950 cm⁻¹, 2810 cm⁻¹, 2240 cm⁻¹, 1594 cm⁻¹, 1558 cm⁻¹, 815 cm⁻¹ 及び 750 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 113 ~ 118 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g に無水エタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は黄色 ~ 微帯緑黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。
- (3) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う（4 ppm 以下）。

乾燥減量 1.0 % 以下（1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 2 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：α ナフトールベンゼイン試液 1 mL）。ただし、滴定の終点は液のだいたい色が緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.549 mg C₂₁H₂₃N₂O₂OS

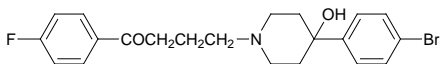
貯法

- 保存条件 遮光して保存する。
- 容器 気密容器。

108841

プロムペリドール

Bromperidol



C₂₁H₂₃BrFNO₂ : 420.32

本品を乾燥したものは定量するとき、プロムペリドール（C₂₁H₂₃BrFNO₂）99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は氷酢酸に溶けやすく、ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、メタノール、無水エタノール、イソプロパノール又はエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、更に水 5 mL を加え沸騰するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液 3 mL に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリン S 試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は消え、淡黄色となる。
- (2) (1) のろ液 1 滴にフルオレセインナトリウム溶液（1 : 1000）1 滴及び氷酢酸/強過酸化水素水混液（10 : 1）1 滴を加え、水浴上で蒸発乾固するとき、残留物はだいたい赤色を呈する。
- (3) 本品 0.01 g に 0.01 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、必要ならば加温して溶かし、ライネック塩試液 1 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。
- (4) 本品のイソプロパノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液（9 : 1）の溶液（3 : 200000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 230 nm 及び 243 ~ 246 nm に吸収の極大を示す。
- (5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3130 cm⁻¹, 1682 cm⁻¹, 1598 cm⁻¹, 1223 cm⁻¹, 1070 cm⁻¹ 及び 830 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

融点 157 ~ 160 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.25 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その色は次の比較液より濃くない。
比較液：色の比較液 G 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。
- (2) 塩化物 本品 0.40 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL にジメチルホルムアミド 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.022 % 以下）。
- (3) 重金属 本品 2.0 g に硫酸マグネシウム溶液（1 : 2）1 mL を加え、水浴上で蒸発乾固した後、弱く加熱して炭化し、以下第 2 法の検液の調製法により操作する。これを検液とし、試験を行う。比較液は硫酸マグネシウム溶液（1 : 2）1 mL, 硝酸 2 mL, 硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、以下第 2 法の比較液の調製法により操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（10 ppm 以下）。
- (4) 高縮合生成物 本品 0.030 g をメタノール 80 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及びメタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 335 nm における吸光度は 0.08 以下である。
- (5) 類縁物質 本品 0.050 g をクロロホルム/メタノール混液（4 : 1）に溶かし、正確に 5 mL とし試料溶液とする。別に 4 [4 (p ピフェニル) 4 ヒドロキシピペリジノ] 4 フルオロプロチロフェノン 0.010 g をクロロホルム/メタノール混液（4 : 1）に溶かし、正確に 20 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液（4 : 1）を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液

及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液(17:4:2)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、氷酢酸 60 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.03 mg $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{BrFNO}_2$

貯法

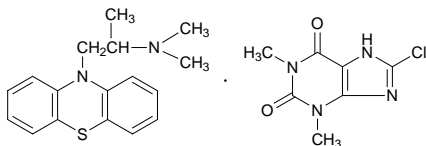
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

008425

プロメタジントテオクレート

Promethazine Theoclate



$\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_3\text{O}_2$: 499.03

本品を乾燥したものは定量するとき、プロメタジントテオクレート($\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_3\text{O}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール、無水エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、ジエチルアミンに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテル又はヘキサンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かし、5 分間放置するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 1 mg に無水エタノール 80 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 0.1 mL 及び無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 257 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品 0.4 g に水 10 mL 及びアンモニア試液 4 mL を加えてよく振り混ぜた後、エーテル 30 mL ずつで 2 回振り混ぜ、水層を分取する。これに塩酸 4 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿を水で洗い、105 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥し試料とする。試料 0.01 g に塩酸 1 mL を加えて溶かし、塩素酸カリウム 0.1 g を加えて蒸発乾固する。残留物をアンモニアガスにさらすとき、だいたい色から紫色に変わる。

(4) (3) の試料 0.05 g を無水炭酸ナトリウム 0.5 g と融解した後、水 5 mL を加えて加熱して溶かし、冷後、希

硝酸を加えて酸性とし、ろ過する。ろ液は塩化物の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 20 mL を加え、2 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える(0.036 % 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノール/ジエチルアミン混液(19:1)を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/ジエチルアミン混液(19:1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/アセトン/ジエチルアミン混液(17:2:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、アセトン 200 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬:メチルオレンジ・アセトン試液 3 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 49.90 mg $\text{C}_{17}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S} \cdot \text{C}_7\text{H}_7\text{ClN}_3\text{O}_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

008426

プロメライン

Bromelain

本品は、パインアップルの果汁又は葉茎の搾汁より製したもので、たん白分解力がある酵素剤である。本品は定量するとき、その 1 mg は 500 プロメライン単位以上を含む。

性状 本品は淡黄色～淡灰褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

本品は水に大部分溶け、メタノール、エタノール、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

確認試験 本品約 0.01 g を、希酢酸を加えて pH 5.5 に調整した脱脂粉乳の 20 % 乳液 10 mL に加え、37 $^{\circ}\text{C}$ に加温するとき、この乳液は凝固する。

純度試験

(1) 鉛 本品 1.6 g をるつぼにとり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 5 滴を加え、白煙の発生するまで加熱した後、500 ~ 600 $^{\circ}\text{C}$ で強熱し、灰化する。冷後、塩酸 2 mL 及び水 5 mL を加えて加温して溶かし、必要ならばろ過し、残留物を水で洗い、洗液はろ液に合わせ、

クエン酸アンモニウム溶液 (9 20) 15 mL 及び水を加えて正確に 50 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、分液漏斗に入れ、硫酸アンモニウム溶液 (2 5) 10 mL 及びチモールブルー試液 5 滴を加え、アンモニア試液で中和し、更にアンモニア試液 2.5 mL を加える。この液にジチゾンの酢酸 *n* ブチル溶液 (1 500) 20 mL を正確に加え、10 分間振り混ぜて得た酢酸 *n* ブチル層を試料溶液とする。別に鉛標準液 10 mL を正確に量り、薄めた硝酸 (1 100) を加えて正確に 50 mL とする。この液 8.0 mL をるつぼにとり、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行うとき、試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である (10 ppm 以下)。

使用ガス：可燃性ガス アセチレン又は水素
支燃性ガス 空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(2) ヒ素 本品 1.0 g をるつぼにとり、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 3 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) シアン化物 本品 5.0 g を蒸留フラスコに入れ、酒石酸 2 g、水 50 mL 及び必要ならばシリコーン樹脂 1 滴を加え、蒸留装置に連結する。受器には水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び水 10 mL を入れ、冷却器の下端をこの液に浸し、水冷し、留液 25 mL を得るまで蒸留し、留液に水を加えて 50 mL とする。この液 25 mL に硫酸第一鉄試液 0.5 mL、希塩化第二鉄試液 0.5 mL 及び希硫酸 1 mL を加えるとき、液は青色を呈しない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g、減圧、五酸化リン、5 時間)。

強熱残分 25.0 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、乳鉢に入れ、酵素希釈液適量を加えてかき混ぜた後、100 mL のメスフラスコに移す。乳鉢は酵素希釈液約 50 mL を用いてよく洗い、洗液はメスフラスコに合わせ、更に酵素希釈液を加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、得られた上澄液を更に酵素希釈液で希釈して 1 mL 中に 30 ~ 50 プロメライン単位を含む液を調製し、これを試料溶液とする。試料溶液 1 mL を正確に量り、試験管に入れ、37±0.5 °C に 5 分間保つ。別に 37±0.5 °C に予温したプロメライン用基質液 5 mL を試験管中の試料溶液に速やかに加え、酵素反応を開始する。正確に 10 分間経過後、沈殿試薬 5 mL を加えてよく振り混ぜ、37±1 °C で 40 分間放置し、定量用ろ紙を用いてろ過する。初めのろ液 3 mL を除き、次のろ液につき、2 時間以内に水を対照として波長 275 nm における吸光度 *A* を測定する。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、沈殿試薬 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、プロメライン用基質液 5 mL を加え、以下同様に操作して吸光度 *A*₀ を求める。別にチロジン標準品を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、その 1 mL 中にチロジン 50.0 μg を含む液を調製し、この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 275 nm における吸光度 *A*_s を測定する。

本品 1 mg 中の単位数

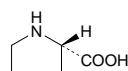
$$= \frac{1}{\text{試料溶液 1 mL 中の試料の量 (mg)}} \times \frac{A - A_0}{A_s} \times 55$$

ただし、1 プロメライン単位は、上記反応条件で 1 分間にチロジン 1 μg に相当する生成物を与える酵素量とする。
貯法 容器 気密容器。

003618

L プロリン

L Proline



C₅H₉NO₂ : 115.13

本品を乾燥したものは定量するとき、L プロリン (C₅H₉NO₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに甘い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は潮解性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、80 °C で 1 分間加温するとき、液は黄色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1624 cm⁻¹、1560 cm⁻¹、1294 cm⁻¹ 及び 1086 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰: -84.0 ~ -86.7° (乾燥後、1 g、水、25 mL、100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かした液の pH は 5.9 ~ 6.9 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.30 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μL

を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 100 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、黄色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.12 g を精密に量り、ギ酸 3 mL を加えて溶かした後、氷酢酸 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

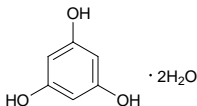
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 11.513 mg C₆H₉NO₂

貯法 容器 気密容器。

008427

フロログルシン

Phloroglucinol



C₆H₆O₃ · 2H₂O : 162.14

本品を乾燥したものは定量するとき、フロログルシン (C₆H₆O₃ : 126.11) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は、無水エタノール又はピリジンに溶けやすく、水又はエーテルにやや溶けにくく、クロロホルムにほとんど溶けない。

融点：約 217 °C (分解、乾燥後)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 0.1 mL に塩酸 6 mL を加え、更にバニリンのイソプロパノール溶液 (1 : 100) 1 mL を加えるとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 10 mL に塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 6000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266 ~ 270 nm に吸収の極大を、246 ~ 250 nm に吸収の極小を、272 ~ 274 nm に吸収の肩を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に無水エタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.089 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.5 mL を加える (0.240 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20

ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (5 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸エチル/氷酢酸混液 (5 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。

乾燥減量 25.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 50 mL を加える。次に 0.05 mol/L 臭素液 30 mL を正確に加え、更に塩酸 5 mL を速やかに加えた後、直ちに密栓して 1 分間よく振り混ぜ、2 分間放置する。ヨウ化カリウム試液 5 mL を注意して加え、よく振り混ぜて 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬：デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L 臭素液 1 mL = 2.1018 mg C₆H₆O₃

貯法

保存条件 遮光して保存する。

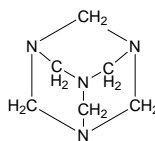
容器 気密容器。

001562

ヘキサミン

Hexamine

ヘキサメチレンテトラミン、メテナミン



C₆H₁₂N₄ : 140.19

本品を乾燥したものは定量するとき、ヘキサミン (C₆H₁₂N₄) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の光沢のある結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は約 260 °C で昇華する。

本品は点火するとき、無煙の炎をあげて燃える。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 10) 1 mL にサリチル酸 0.1 g を加え、更に硫酸 5 mL を徐々に加えて加温するとき、液は持続する暗赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 10) 1 mL に希硫酸 3 mL を加えて加熱し、冷後、水酸化ナトリウム試液 8 mL を加えて

再び加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 8.1 ~ 9.1 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 4.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 10 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.009 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.8 g を水 30 mL に溶かし、塩酸 0.8 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かし、これにネスラー試液 1 mL を加えるとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：アンモニウム標準液 1.0 mL に水を加えて 20 mL とし、同様に操作する。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をとり、これに硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、水浴上で加熱、その後、砂浴上で加熱した後、直火 (750 ~ 850 °C) で灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(7) ホルムアルデヒド 本品 5 g をネスラー管にとり、水 20 mL を加えて振り混ぜて溶かし、フロログルシン・水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、直ちに水を加えて 25 mL とし、振り混ぜ、4 ~ 6 分後に上方から観察するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：ホルムアルデヒド (CH₂O : 30.03) 含量 W % のホルマリン 100/Wg を正確に量り、水を加えて 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。その 20 mL をネスラー管にとり、フロログルシン・水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、同様に操作する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.05 % 以下 (2 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 硫酸 30 mL を正確に加え、蒸発する水を補いながらホルムアルデヒド臭が全くなるまで穏やかに煮沸する。冷後、水 20 mL を加え、過量の硫酸を 1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：メチルレッド試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行う。

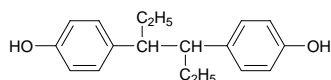
0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 35.047 mg C₆H₁₂N₄

貯法 容器 密閉容器。

102810

ヘキサステロール

Hexestrol



C₁₈H₂₂O₂ : 270.37

本品を乾燥したものは定量するとき、ヘキサステロール (C₁₈H₂₂O₂) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。本品はエタノール又はエーテルに溶けやすく、ピリジンにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は薄めた水酸化ナトリウム試液 (3 : 8) に温時溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 2 mL 及び炭酸ナトリウム試液 1 mL を加え、よく振り混ぜ、次に薄めたフォルイン試液 (1 : 5) 1 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

(2) 定量法で得た残留物をデシケーター (減圧, 五酸化リン) で 3 時間乾燥するとき、その融点は 136 ~ 139 °C である。

融点 185 ~ 188 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(4) ヘキサステロールジアルキルエーテル 本品 0.20 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び水 5 mL を加え、70 °C の水浴中で加温して溶かし、常温で 5 分間放置するとき、その混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：0.001 mol/L 塩酸 0.50 mL に水 7.5 mL を加え、次に硝酸銀試液 0.10 mL を加え、5 分間放置する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、正確にピリジン/無水酢酸混液 (17 : 3) 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 2 時間加熱する。冷後、氷冷した水 50 mL を加え、ガラスろ過器 (G 4) でろ過し、残留物を氷冷した水 15 mL ずつで 3 回洗い、洗液はろ液に合わせ、1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

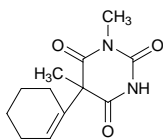
1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 135.18 mg C₁₈H₂₂O₂

貯法 容器 気密容器。

001564

ヘキソバルビタール

Hexobarbital

 $C_{12}H_{16}N_2O_3$: 236.27

本品を乾燥したものは定量するとき、ヘキソバルビタール ($C_{12}H_{16}N_2O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はアセトンにやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ~ 3 滴及び薄めたピリジン (1 : 10) 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅試液 0.3 mL を加えるとき、水層に沈殿を生じない。これを振り混ぜるとき、クロロホルム層は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ、*p*-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール 7 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱した後、1 時間放置する。析出した結晶をろ取し、水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い、エタノールから再結晶し、90 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 113 ~ 117 °C である。

(4) 本品の pH 9.6 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm に吸収の極大を示す。

融点 144 ~ 147 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.30 g をアセトン 30 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.40 g をアセトン 30 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20

ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/イソプロピルアミン混液 (38 : 30 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、エタノール 5 mL 及びクロロホルム 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬: アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 1 mL

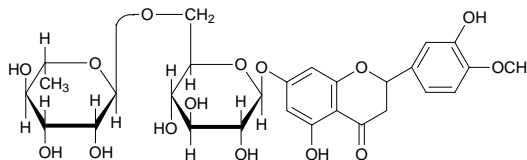
= 23.627 mg $C_{12}H_{16}N_2O_3$

貯法 容器 密閉容器。

008600

ヘスペリジン

Hesperidin

 $C_{28}H_{34}O_{15}$: 610.56

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヘスペリジン ($C_{28}H_{34}O_{15}$) 92.0 % 以上を含む。

性状

本品は淡黄白色~淡褐黄白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノールに極めて溶けにくく、水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点: 約 245 °C (分解, 乾燥後)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて 3 分間煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液に塩酸 1 mL 及びマグネシウム末 10 mg を加えて放置するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) を

加えて中和し、フェーリング試液 3 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1655 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1300 cm^{-1} , 1200 cm^{-1} 及び 1060 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液はだいたい色～濃いだいたい色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、メタノール 40 mL を加え、超音波を照射して溶かし、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の溶媒ピーク及びヘスペリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のヘスペリジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：284 nm)

カラム：内径約 4.6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：0.03 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール/アセトニトリル混液 (7 : 2 : 1)

流量：ヘスペリジンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びナリンギン 6 mg ずつをメタノールに溶かし、50 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ナリンギン、ヘスペリジンの順に溶出し、その分離度が 1.9 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たヘスペリジンのピーク高さが記録紙のフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：ヘスペリジンの保持時間の約 4 倍の範囲
乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 3 時間)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.45 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

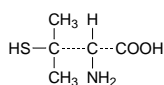
0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 30.528 mg $\text{C}_{28}\text{H}_{34}\text{O}_{15}$

貯法 容器 気密容器。

105070

ペニシラミン

Penicillamine



$\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$: 149.21

本品を乾燥したものは定量するとき、ペニシラミン ($\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味は初めやや甘く、後に不快な味がある。

本品は水に溶けやすく、エタノールに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びニトロプルシドナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は初め赤紫色を呈し、速やかに緑色に変わる。

(2) 本品 0.02 g に水 5 mL を加えて溶かし、液がわずかに黄色を呈するまで臭素試液を滴加した後、ピリジン 3 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加えて混和し、水浴中で 25 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(3) 本品 0.1 g に希塩酸 3 滴及び水 5 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈し、徐々に退色する。

旋光度 [α_D^{20}] : -60 ~ -67 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.1 g, 1 mol/L 水酸化ナトリウム試液, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 強熱残分の試験で得た残留物に、塩酸 2 mL を加え、水浴上でほとんど蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 30 mL を加え、水浴上で 1 分間加熱し、冷後、ろ過し、ネスラー管に入れ、水 15 mL で洗い、洗液及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、氷酢酸 100 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。ただし、電極はガラス 甘汞電極を用いる。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.921 mg $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{NO}_2\text{S}$

貯法 容器 気密容器。

102779

ヘパリンカルシウム

Heparin Calcium

本品は健康な食用獣の肝、肺又は腸粘膜から得たもので、血液の凝固を遅延する作用があり、肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上、腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含むものである。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、表示単位の 90 ~ 110 % を含み、また、カルシウム (Ca : 40.08) 8.0 ~ 12.0 % を含む。

本品は原料に用いた器官名を表示する。

性状 本品は白色～帯灰褐色の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすい。

pH 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

確認試験

(1) ヘパリン 本品 1 mg に水 50 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。共栓試験管 2 本に、定量法の項の硫酸塩・全血液 1 mL ずつを加え、次にその 1 本に試料溶液 1 mL を、別の 1 本に水 1 mL を加える。更に定量法の項のトロンボキナーゼ抽出液 0.20 mL ずつを加え、血液の凝固時間を測定するとき、血液の凝固時間は試料溶液を加えた方が延長する。

(2) カルシウム塩 本品 0.05 g に水 5 mL を加えて溶かした液は、カルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(2) バリウム 本品 0.030 g に水 3.0 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

(3) 総窒素 本品を 60 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行うとき、窒素 (N : 14.01) の量は 3.0 % 以下である。

(4) たん白質 (2) の試料溶液 1.0 mL にトリクロル酢酸溶液 (1 : 5) 5 滴を加えるとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

(5) 遊離カルシウム 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別に炭酸カルシウム 2.497 g を正確に量り、水 10 mL 及び塩酸 10 mL を加えて溶かし、更に水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL として、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、ろ紙クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつをろ紙上にスポットする。次にアセトン/水混液 (3 : 2) を展開溶媒として、約 15 cm 展開した後、ろ紙を風乾する。これにアリザリン試液を均等に噴霧した後、風乾し、アンモニアガスにさらすとき、試料溶液は標準溶液と同じ位置に青色のスポットを認めない。

乾燥減量 8 % 以下 (0.05 g, 減圧, 60 ℃, 3 時間)。

発熱性物質 ウサギの体重 1 kg につき、本品の表示単位に従い、1 mL 中 1000 単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液 2.0 mL を注射し、試験を行うとき、これに適

合する。

定量法

(1) ヘパリンカルシウム

(i) 標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品適量を精密に量り、水を加えて溶かし、その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し、それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする。

(ii) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、水を加えて溶かし、その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し、それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする。

(iii) 硫酸塩・全血液 新鮮なウシの血液 250 mL を硫酸ナトリウム溶液 (9 : 50) 50 mL を入れた広口の共栓ポリエチレン瓶に入れ、1 ~ 4 ℃ で保存する。用時凝固物があるときは除いて用いる。

(iv) アセトン乾燥牛脳 新鮮な牛脳から血管及び結合組織などを除き、細切して 10 倍容量のアセトン中に入れて脱水する。次にその 30 g を乳ばちにとり、すりつぶしながらアセトン 75 mL ずつを加えて完全に脱水し、37 ℃ で 2 時間乾燥し、アセトンを除く。

(v) トロンボキナーゼ抽出液 アセトン乾燥牛脳 1.5 g に水 60 mL を加え、50 ℃ で 10 ~ 15 分間抽出し、1500 回転で 2 分間遠心分離した後、上層液をとり、これに保存剤としてクレゾールを 0.3 % の割合に加え、1 ~ 4 ℃ で保存する。この液は数日間効力を保つ。

(vi) 操作法 内径約 13 mm、長さ約 15 cm の清浄な共栓試験管 4 本に S_H 、 S_L 、 T_H 及び T_L を別々に 1 mL ずつを入れ、それぞれにトロンボキナーゼ抽出液 0.20 mL ずつを加える。ただし、トロンボキナーゼ抽出液の容量は、凝固時間が最も長いもので 9 ~ 12 分間となるように選ぶ。次に各管に硫酸塩・全血液 1 mL ずつを加え、栓をして穏やかに転倒して混和する。各管を 15 秒間ごとに穏やかに傾斜して観察し、管を転倒しても、管底の凝固物が落下しなくなるまでの時間を凝固時間とする。ただし、完全に凝固を起こさない間に管を転倒したときは、試験をやりなおす。完全な試験を 4 回以上繰り返す。

(vii) 計算法 S_H 、 S_L 、 T_H 及び T_L によって起こった凝固時間の対数を y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 とし、各回の試験における y_1 、 y_2 、 y_3 及び y_4 を合計して、それぞれ Y_1 、 Y_2 、 Y_3 及び Y_4 とする。

本品 1 mg 中の単位数 = $\text{antilog } M$

\times (高用量標準溶液 1 mL 中の単位数) $\times \frac{b}{a}$

$$M = \frac{IY_3}{Y_6}$$

$$I = \log \frac{S_H}{S_L} = \log \frac{T_H}{T_L}$$

$$Y_3 = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_6 = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a : 試料の採取量 (mg)。

b : 試料に水を加えて溶かし、高用量試料溶液を製したときの全容量 (mL)。

ただし、次式によって L ($P = 0.95$) を計算するとき、 L は 0.15 以下である。もし、この値を超えるときは、この

値以下になるまで実験回数を増加して試験を繰り返す。

$$L = 2\sqrt{(C - 1)(CM^2 + F^2)}$$

$$C = \frac{Y_0^2}{Y_0^2 - 4fs^2}$$

f : 試験回数

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y^2}{f} - \frac{Y^2}{4} + \frac{Y^2}{4f}}{n}$$

$\sum y^2$: 各回の試験の y_1, y_2, y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し、合計した値。

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

Y : 1 回の試験の y_1, y_2, y_3 及び y_4 の和を 2 乗し、各回の試験のこの数を合計した値。

$$Y = (Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4)^2$$

$$n = 3(f - 1)$$

f^2 : s^2 を計算したときの n に対する次表の値。

n	$f^2 = F_1$	F_3	n	$f^2 = F_1$	F_3	n	$f^2 = F_1$	F_3
1	161.45		13	4.667	3.41	25	4.242	2.99
2	18.51	19.16	14	4.600	3.34	26	4.225	2.98
3	10.129	9.28	15	4.543	3.29	27	4.210	2.96
4	7.709	6.59	16	4.494	3.24	28	4.196	2.95
5	6.608	5.41	17	4.451	3.20	29	4.183	2.93
6	5.987	4.76	18	4.414	3.16	30	4.171	2.92
7	5.591	4.35	19	4.381	3.13	40	4.085	2.84
8	5.318	4.07	20	4.351	3.10	60	4.001	2.76
9	5.117	3.86	21	4.325	3.07	120	3.920	2.68
10	4.965	3.71	22	4.301	3.05		3.841	2.60
11	4.844	3.59	23	4.279	3.03			
12	4.747	3.49	24	4.260	3.01			

(2) カルシウム 本品約 0.05 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL を加え、時々振り混ぜながら、3 ~ 5 分間放置した後、NN 指示薬 0.1 g を加え、直ちに 0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.4008 mg Ca

貯法 容器 気密容器。

108548

ヘパリン類似物質

Heparinoid

本品は健康な食用獣、主としてウシの気管軟骨を含む肺臓から抽出したムコ多糖の多硫酸エステルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、D グルクロン酸 ($C_6H_{10}O_7$: 194.14) 19.0 ~ 24.0 % ,窒素 (N: 14.01) 1.6 ~ 2.0 % 及び有機硫酸基 (SO_4 : 96.06) 25.8 ~ 37.3 % を含む。

性状 本品は帯黄白色の無晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトン又は n ブタノールにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 20) の pH は 5.3 ~ 7.6 である。
確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 20) 0.1 mL を、トルイジンブルー溶液 (1 100000) 10 mL に加えて振り混ぜるとき、液の色は青色から、直ちに紫色に変わる。

(2) 本品 0.055 g に 0.5 mol/L 硫酸試液 2 mL を加えて溶かし、封管中で 100 °C で 16 時間加熱する。冷後、炭酸バリウム 0.5 g を加え、遠心分離した後、ろ過する。ろ液 0.5 mL 及び塩酸 D ガラクトサミン試液 (1 1000) 0.5 mL に、それぞれヘパリン類似物質用ニヒドリン試液 0.5 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、強酸性イオン交換樹脂 0.5 g を加え、10 分間放置した後、ろ過し、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に n ブタノール/エタノール/水混液 (4:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにアニリン・フタル酸試液を均等に噴霧した後、105 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

(3) 本品及びコンドロイチン硫酸 C ナトリウム 0.01 g をとり、それぞれに水を加えて溶かし、50 mL とし、試料溶液及び比較溶液とする。陰極側から約 1 cm のところに原線を引いたセルロースアセテート膜を、薄めたメタノール (3 10) に浸し、更にバルビタール・アンモニア試液に 30 分間以上浸し、セルロースアセテート膜電気泳動装置のバルビタール・アンモニア試液を入れた支持台の上に固定する。試料溶液及び比較溶液 1 μ L ずつを原線にスポットし、1 cm 当たり 0.7 ミリアンペアで 50 分間泳動した後、セルロースアセテート膜をトルイジンブルー溶液 (1 1000) に 1 分間浸して染色し、次に薄めた水酢酸 (1 100) で時々振り混ぜながら 5 分間脱色し、最後に水で洗う。試料溶液及び比較溶液から得た青色~淡紅色のバンドのそれぞれの中心部と原線からの距離を測定するとき、次の式によって計算される本品のコンドロイチン硫酸 C ナトリウムに対する相対易動度は 1.07 ~ 1.16 である。

$$\text{相対易動度} = \frac{\text{原線から試料溶液のスポットの中心部までの距離 (cm)}}{\text{原線から比較溶液のスポットの中心部までの距離 (cm)}}$$

旋光度 [α]_D²⁰: -11.7 ~ -14.7° (乾燥後, 2g, 水, 20mL, 100 mm)。

極限粘度 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、0.5 mol/L 塩化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び 0.5 mol/L 塩化ナトリウム試液につき、25 ± 0.02 °C で粘度測定法により試験を行うとき、次の式によって計算される極限粘度は 0.09 ~ 0.18 である。

極限粘度

$$= \frac{\ln \frac{\text{試料溶液の流下時間 (秒)}}{0.5 \text{ mol/L 塩化ナトリウム試液の流下時間 (秒)}}{\text{試料の量 (g)}}$$

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は

帯赤黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加える (0.178 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.5 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(5) たん白質 本品 0.05 g を量り、水 1 mL を加えて溶かし、これにトリクロル酢酸溶液 (1 : 5) 5 滴を加えるとき、液は沈殿又は混濁を生じない。

(6) 遊離硫酸基 定量法 (3) の (ii) で遊離硫酸基を計算するとき、その量は 13.0 % 以下である。

ヒアルロニダーゼ活性阻害作用 本品を乾燥し、その 0.0500 g を正確に量り、0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に *N* アセチル *D* グルコサミンを本品と同様の条件で乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、塩化ナトリウム・酢酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、塩化ナトリウム・酢酸試液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 0.5 mL を正確に量り、ホウ酸塩試液 0.1 mL を正確に加え、水浴中で正確に 3 分間加熱する。直ちに氷冷し、ヘパリン類似物質用 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 3 mL を正確に加えてよく振り混ぜ、 37 ± 0.5 °C で 25 分間加熱し、流水中で室温まで冷却する。この液につき、別に塩化ナトリウム・酢酸試液 0.5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 585 nm における吸光度 A_s を測定する。ヒアルロン酸ナトリウム試液 0.25 mL を正確に量り、ヒアルロニダーゼ試液 0.125 mL 及び 0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液 0.125 mL を正確に加えた液をシステム I とする。ヒアルロン酸ナトリウム試液 0.25 mL を正確に量り、ヒアルロニダーゼ試液 0.125 mL 及び試料溶液 0.125 mL を正確に加えた液をシステム II とする。ヒアルロン酸ナトリウム試液 0.25 mL を正確に量り、0.15 mol/L 塩化ナトリウム試液 0.25 mL を正確に加えた液をシステム III とする。システム I、システム II 及びシステム III を 37 ± 0.5 °C でそれぞれ正確に 60 分間加熱し、直ちに氷冷し、ホウ酸塩試液 0.1 mL を正確に加え、以下標準溶液と同様に操作して得た吸光度をそれぞれ A_1 、 A_2 及び A_3 とするとき、次の式によって得られるヒアルロニダーゼ活性阻害率は 14.0 ~ 29.0 % である。

ヒアルロニダーゼ活性阻害率 (%)

$$= \frac{\frac{a \times (A_1 - A_3)}{A_3} - \frac{a \times (A_2 - A_3)}{A_3}}{\frac{a \times (A_1 - A_3)}{A_3}} \times 100$$

ただし、*a* は標準溶液 0.5 mL 中の *N* アセチル *D* グルコサミンの量 (μ g)。

乾燥減量 8.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 38 ~ 48 % (乾燥後, 0.03 g)。

定量法

(1) *D* グルクロン酸 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に *D* グルクロノラクトン ($C_6H_{10}O_6$: 176.13) を本品と同様の条件で乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。ホウ酸ナトリウム・硫酸試液 5 mL を正確に量り、じゅうぶんに氷冷する。試料溶液及び標準溶液それぞれ 1 mL を正確に量り、ホウ酸ナトリウム・硫酸試液の上にそれぞれ注意して層積し、室温に保つように冷却しながら振り混ぜ、次に水浴中で 10 分間加熱した後、流水中で室温まで冷却する。それぞれにカルバゾール・エタノール (99.5) 試液 0.2 mL を正確に加えて振り混ぜ、水浴中で 15 分間加熱した後、流水中で室温まで冷却する。これらの液につき、水 1 mL を正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品及び *D* グルクロノラクトンの量をそれぞれ W_T (g)、 W_S (g) とするとき、

本品中の *D* グルクロン酸 ($C_6H_{10}O_7$) の量 (%)

$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 25 \times 1.1023$$

(2) 窒素 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、窒素定量法により試験を行う。

(3) 有機硫酸基 (I) で得た総硫酸基の量 (%) から (II) で得た遊離硫酸基の量 (%) を差し引いて求める。

(i) 総硫酸基 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、5 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 25 mL とする。この液 6 mL をアンブルに入れ、封管し、105 ~ 110 °C で 2 時間加熱した後、放冷し、試料溶液とする。別に硫酸カリウムを 110 °C で 4 時間乾燥し、その約 1.8 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 8 mL を正確に量り、5 mol/L 塩酸試液 20 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。1 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に量り、フェノールフタレイン試液を指示薬として水酸化ナトリウム溶液 (43 : 5000) で滴定し、中和に要する量を *V* mL とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 mL を正確に量り、それぞれに水酸化ナトリウム溶液 (43 : 5000) *V* mL を正確に加え、更に水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とする。これらの液それぞれ 5 mL を正確に量り、それぞれにクロム酸バリウム試液 2 mL を正確に加え、25 °C で 4 ~ 5 分間放置する。次にそれぞれに塩基性塩化カルシウム試液 0.5 mL を加えてよく振り混ぜ、更にそれぞれにエタノール 5 mL を正確に加えてよく振り混ぜ、流水中で 10 分間冷却した後、毎分 3000 回転で 15 分間遠心分離し、それぞれの上澄液をとる。これらの液につき 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長

420 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品及び硫酸カリウムの量をそれぞれ W_T (g), W_S (g) とするとき、

$$\text{総硫酸基 (SO}_4\text{) の含量 (\%)} = \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T}{A_S} \times 20 \times 0.5513$$

(ii) 遊離硫酸基 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、塩化ナトリウム溶液 (1 : 200) を加えて正確に 5 mL とする。この液及び水 1 mL ずつをそれぞれ遠沈管に正確に量り、 37 ± 1 °C に加温し、これに 37 ± 1 °C に加温した塩化セチルピリジニウム試液 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜる。これを 37 ± 1 °C で 15 分間加温した後、毎分 13000 回転で 40 分間遠心分離する。上澄液 2 mL ずつを正確にとり、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液及び空試験溶液とする。別に硫酸カリウムを 110 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、空試験溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに薄めた塩酸 (1 : 30) 2 mL を正確に加え、更に塩化バリウム・ゼラチン試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜた後、25 °C で正確に 20 分間放置する。それぞれの液につき水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 500 nm における吸光度 A_T , A_B 及び A_S を測定する。本品及び硫酸カリウムの量をそれぞれ W_T (g), W_S (g) とするとき、

遊離硫酸基 (SO₄) の含量 (%)

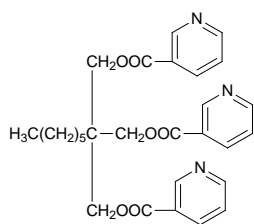
$$= \frac{W_S}{W_T} \times \frac{A_T - A_B}{A_S - A_B} \times \frac{75}{2} \times 0.5513$$

貯法 容器 気密容器。

008601

ヘプロニカート

Hepronicate



$C_{28}H_{31}N_3O_6$: 505.56

本品を乾燥したものは定量するとき、ヘプロニカート ($C_{28}H_{31}N_3O_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、氷酢酸又は無水酢酸に溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 1 g にエタノール 20 mL を加え、加温して溶かす。冷後、塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液

1 滴及び水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加え、穏やかに煮沸する。冷後、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、塩化第二鉄試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL 及びエタノール 5 mL を加えて水浴上で 2 ~ 3 分間加熱する。冷後、希塩酸を加えて中和した後、水浴上で蒸発乾固する。残留物 0.01 g に 2,4-ジニトロクロロベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260.5 ~ 262.5 nm に吸収の極大を示す。

融点 $96.0 \sim 100.0$ °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 酸 本品 0.5 g に中和した無水エタノール 25 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.40 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 塩化物 本品 2.0 g にエタノール 100 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にエタノール 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (3) の試料溶液 25 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にエタノール 25 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.038 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1g, 減圧, 五酸化リン, 50 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 10 mL 及び無水酢酸 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: プロムクレゾールグリーン・塩化メチルロザニリン試液 4 ~ 5 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青紫色を経て淡緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

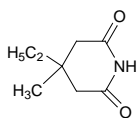
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.852 mg $C_{28}H_{31}N_3O_6$

貯法 容器 気密容器。

001572

ベメグリド

Bemegride

 $C_8H_{13}NO_2$: 155.19

本品を乾燥したものは定量するとき、ベメグリド ($C_8H_{13}NO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノール又はアセトンにやや溶けやすく、水又はエーテルに溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g にエタノール 1 mL を加えて溶かし、酢酸第二銅溶液 (1 : 100) 3 滴を加え、わずかに加温した後、水酸化ナトリウム試液 1 ~ 2 滴を滴加するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 : 4) 2 mL を加えて溶かした後、臭素試液 4 ~ 5 滴を加え、水浴上で 3 分間加熱する。冷後、希酢酸で中和し、ニンヒドリン試液 0.1 mL を加えて加温するとき、液は青紫色を呈する。

(3) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 6) 5 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

融点 126 ~ 128 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.5 g に水 100 mL を加えて溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 25 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL にアセトン 25 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.032 % 以下)。

(4) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 25 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 25 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g にアセトン 25 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にアセトン 25 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.033 g を精密に量り、室

素定量法により試験を行う。

0.005 mol/L 硫酸 1 mL = 1.5519 mg $C_8H_{13}NO_2$

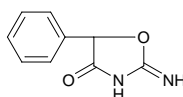
貯法 容器 密閉容器。

105067

ペモリン

Pemoline

フェニルイソヒダントイン

 $C_8H_8N_2O_2$: 176.17

本品を乾燥したものは定量するとき、ペモリン ($C_8H_8N_2O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けにくく、氷酢酸に溶けにくく、水、無水酢酸、エタノール、アセトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg にホルマリン・硫酸試液 1 mL を加えて振り混ぜて溶かすとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3260 cm^{-1} , 1655 cm^{-1} , 1450 cm^{-1} , 1278 cm^{-1} 及び 1222 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 245 ~ 248 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 硫酸呈色物 本品 0.05 g をとり、試験を行うとき、液の色は無色である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 5 mL 及び無水酢酸 5 mL を加え、穏やかに煮沸して溶かす。冷後、無水酢酸 30 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

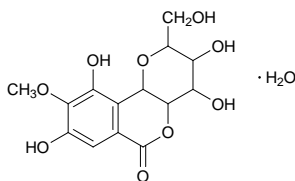
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.617 mg $C_8H_8N_2O_2$

貯法 容器 密閉容器。

008602

ベルゲニン

Bergenin

C₁₄H₁₆O₉·H₂O : 346.29

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベルゲニン (C₁₄H₁₆O₉ : 328.27) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノールに溶けやすく、熱湯又は熱エタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点 : 137 ~ 139 °C

確認試験

(1) 本品 1 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷後、この液 5 mL をとり、塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 1 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷後、この液 2 mL をとり、フェーリング試液 5 mL を加えて加熱するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 218 ~ 222 nm 及び 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D²⁰ : -40 ~ -45° (脱水物に換算したものの 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (65 : 25 : 4) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 4.7 ~ 5.7 % (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、エタノールを加え、加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノールを加えて

正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 275 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

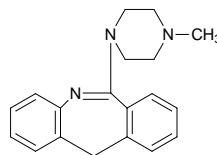
$$\text{ベルゲニン (C}_{14}\text{H}_{16}\text{O}_9) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{253} \times 25000$$

貯法 容器 気密容器。

105105

ペルラピン

Perlapine

C₁₉H₂₁N₃ : 291.39

本品を乾燥したものは定量するとき、ペルラピン

(C₁₉H₂₁N₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、無水酢酸又はエタノールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のクロロホルム溶液 (1 : 100000) 10 mL に pH 5.6 のフタル酸水素カリウム緩衝液 10 mL 及びプロムクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて激しく振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 100000) 及びエタノール溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、0.1 mol/L 塩酸試液溶液については波長 256 ~ 260 nm、また、エタノール溶液については波長 249 ~ 253 nm 及び 304 ~ 308 nm にそれぞれ吸収の極大を示す。

(3) 本品の重クロロホルム溶液 (1 : 10) につき、テトラメチルシランを内部標準として核磁気共鳴スペクトルを測定するとき、7.8 に鋭い単一線のシグナル A を、7.5 ~ 7.7 にやや幅の広い多重線シグナル B を示す。また、6.4 ~ 6.6 には中央に鋭いシグナルがあり、この両側にほぼ強度の等しいシグナル C が付随している。2.5 ~ 3.2 には多重線シグナル D を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D は約 3 : 4 : 6 : 8 である。

融点 136 ~ 141 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う。ただし、エタノールに点火して燃焼させる際にゆるくふたをして行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/ヘキサン/エタノール混液（6：5：2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射し、次いでヨウ素蒸気にさらしてそれぞれ観察するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（2 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、氷酢酸/無水酢酸混液（19：1）50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.570 mg $C_{17}H_{12}I_2O_3$

貯法

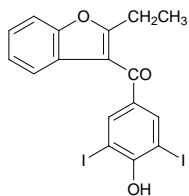
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100797

ベンズヨードロン

Benziodarone



$C_{17}H_{12}I_2O_3$: 518.08

本品を乾燥したものは定量するとき、ベンズヨードロン（ $C_{17}H_{12}I_2O_3$ ）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトン、クロロホルムにやや溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.3 g にアセトン 10 mL を加えて溶かし、希塩化第二鉄試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(3) 本品の 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液（1 100000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 241 nm, 270 ~ 274 nm 及び 361 ~ 365 nm に吸収の極大を示す。

融点 164 ~ 167 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) ハロゲン化物 本品 2.0 g に水 50 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、塩化物の試験を行う。比較液には

0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える（0.018 % 以下）。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g に水 50 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、水を加え 50 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.20 mL を加える（0.024 % 以下）。

(3) 遊離ヨウ素 本品 1.0 g にヨウ化カリウム試液 15 mL を加え、よく振り混ぜてろ過し、ろ液 10 mL にデンプン試液 1 mL を加えるとき、液は直ちに青色を呈しない。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（10 ppm 以下）。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 減圧, 50 $^{\circ}$ C, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 15 mL 及び水酸化ナトリウム溶液（1 10）15 mL を加えて溶かし、亜鉛末 3.0 g 及び触媒用ラニーニッケル 15 g を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 1 時間加熱した後、冷却器を水 20 mL で洗い、この液をろ過し、水 30 mL ずつで 2 回洗う。洗液をろ過し、ろ液及び洗液を合わせ、フェノールフタレイン試液 5 滴及び希硫酸を加えて中和し、更に希硫酸 1 mL を加えた後、水を加え正確に 250 mL とする。この液をろ過し、ろ液 200 mL を正確に量り、pH 5.1 の酢酸塩緩衝液 25 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する（指示薬：テトラブromフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL）。ただし、滴定の終点は沈殿の色が緑青色を呈するときとする。

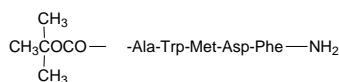
0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 25.904 mg $C_{17}H_{12}I_2O_3$

貯法 容器 気密容器。

105079

ペンタガストリン

Pentagastrin



$C_{37}H_{49}N_7O_9S$: 767.89

本品を乾燥したものは定量するとき、ペンタガストリン（ $C_{37}H_{49}N_7O_9S$ ）98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドにやや溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、水、エタノール、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は薄めた強アンモニア水（1 1000）に溶ける。

融点：約 230 $^{\circ}$ C（分解）。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液 1 mL をとり、p ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 2 mL を加え、水浴中で加温するとき、液は青色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 280 ~ 282

nm 及び 289 ~ 291 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びベンタガストリン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとベンタガストリン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -26 ~ -30° (乾燥後, 0.1 g, ジメチルホルムアミド, 10 mL, 100 mm)。

構成アミノ酸 本品 1 mg を硬質試験管に入れ, 6 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて溶かし, ドライアイス・アセトン中で凍結し, 減圧 (0.13 kPa 以下) で融封した後, 110 ± 2 °C で 16 時間加熱する。冷後, 開封し, 減圧で蒸発乾固し, 残留物に 0.01 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えて溶かし, 試料溶液とする。試料溶液及びベンタガストリン用混合アミノ酸標準品の適量を正確に量り, アミノ酸自動分析計を用いて分析を行うとき, 試料溶液から得たクロマトグラムは標準液に対応するピークを示す。また, 試料溶液のアミノ酸のモル比は, フェニルアラニンの値を 1 とするとき, アラニン, アスパラギン酸及びメチオニンは約 1 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 0.20 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

(3) 他のペプチド及び遊離アミノ酸 本品及びベンタガストリン標準品 5 mg ずつをとり, それぞれに氷酢酸を加えて溶かし, 正確に 5 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/氷酢酸/水混液 (16:3:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し, 105 °C で 10 分間加熱するとき, 試料溶液及び標準溶液から得たスポットは単一で, 紫色を呈し, それらの R_f 値は等しい。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及びベンタガストリン標準品を乾燥し, その約 0.0125 g を精密に量り, 薄めた強アンモニア水 (1/1000) を加えて溶かし, 正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り, 薄めた強アンモニア水 (1/1000) を加えて正確に 50 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 281 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ベンタガストリン (C₃₇H₄₉N₃O₅S) の量 (mg)

$$= \text{ベンタガストリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

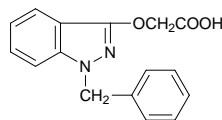
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100780

ベンダザック

Bendazac



C₁₆H₁₄N₂O₃: 282.29

本品を乾燥したものは定量するとき, ベンダザック (C₁₆H₁₄N₂O₃) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはなく, 味は苦い。

本品はアセトンにやや溶けやすく, エタノールにやや溶けにくく, エーテルに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

本品は温炭酸水素ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品のエタノール溶液 (1/1000) は暗所で紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき, 青色の蛍光を発する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1/400) 0.5 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 2 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミドの無水エタノール溶液 (1/20) 0.5 mL を加えてよく振り混ぜ, 微温湯中で 20 分間加温する。速やかに冷却後, 過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は紫色 ~ 暗紫色を呈する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1/40000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 304 ~ 308 nm に吸収の極大を示し, 270 ~ 274 nm に吸収の極小を示す。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (306 nm): 190 ~ 202 (乾燥後, 2 mg, エタノール, 100 mL)。

融点 160 ~ 164 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に温炭酸水素ナトリウム試液 100 mL を加えて溶かすとき, 液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g に水 40 mL を加え, 30 分間振り混ぜた後, ろ過し, ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 mL をとり, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える (0.032 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 10 mL をとり, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし, 試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.034 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.40 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り, アセトンを

加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 2 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジオキサン/ギ酸混液（80：60：3）を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間）。

強熱残分 0.20 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。

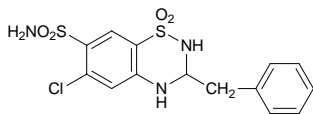
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 28.229 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$$

貯法 容器 気密容器。

008604

ベンチルヒドロクロロチアジド

Benzylhydrochlorothiazide



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$: 387.86

本品を乾燥したものは定量するとき、ベンチルヒドロクロロチアジド ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は *n* ブチルアミンに溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、エタノール又はメチルイソブチルケトンに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

融点：245 ~ 253 $^{\circ}$ C（分解）。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて溶かし、この液 1 mL に 6 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜ、1 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 3 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に無水炭酸ナトリウム 0.5 g を加えて混和し、注意して融解する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸（1 : 5）5 mL 及び塩化バリウム試液 4 ~ 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液（1 : 200000）につき、紫外

可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm 及び 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品につき、炎色反応試験（2）を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.20 g にアセトン 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にアセトン 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.021 % 以下）。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にアセトン 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 40 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする（0.038 % 以下）。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

(6) 4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジスルホンアミド

本品 0.25 g をとり、アセトン 15 mL を加え、加温して溶かし、冷後、アセトンを加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用 4 アミノ 6 クロロ 1,3 ベンゼンジスルホンアミド 0.01 g をとり、アセトンを加えて溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/クロロホルム混液（4 : 3）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めても標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下（1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間）。

強熱残分 0.10 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、*n* ブチルアミン 60 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・メチルイソブチルケトン液で滴定する（指示薬：マグネソン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の赤色が濃青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド} \cdot \\ \text{メチルイソブチルケトン液 } 1 \text{ mL} \\ = 19.393 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{14}\text{ClN}_3\text{O}_2\text{S}_2$$

貯法

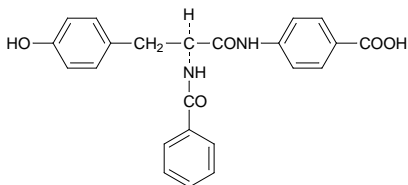
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

100789

ベンチロミド

Bentiromide

C₂₃H₂₀N₂O₅ : 404.42

本品を乾燥したものは定量するとき、ベンチロミド (C₂₃H₂₀N₂O₅) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、メタノール、無水エタノール又はテトラヒドロフランにやや溶けにくく、水又は無水エーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

旋光度 [α]_D²⁰ : +85 ~ +93° (乾燥後, 0.5 g, ジメチルホルムアミド, 25 mL, 100 mm)。

融点 : 約 245 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて溶かした後、メタノール 4 mL 及び α-ニトロソ ナフトール試液 1 mL を加え、水浴中で 30 秒間加熱し、これに硝酸 1 mL を加えてしばらく放置するとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1/1000) 1 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。また、本品のメタノール溶液 (1/1000) 1 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 242 ~ 246 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3330 cm⁻¹, 1640 cm⁻¹, 1600 cm⁻¹, 1246 cm⁻¹, 1180 cm⁻¹, 856 cm⁻¹, 776 cm⁻¹, 720 cm⁻¹ 及び 694 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をジメチルホルムアミド 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離の p-アミノ安息香酸 本品約 0.2 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 1 mL 及び水 50 mL を加えて溶かし、更に 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えた後、水を加えて正確に 100 mL とし、30 分間振り混ぜ、5 分間放置する。次いでこの液を乾燥ろ紙でろ過し、初めのろ液 20 mL を捨て、次のろ液を試料溶液とする。別に p-アミノ安

息香酸約 0.14 g を精密に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び空白試験液として 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL ずつを正確に量り、これに亜硝酸ナトリウム溶液 (1/1000) 1 mL ずつを加えて振り混ぜ、約 5 分間放置した後、スルファミン酸アンモニウム溶液 (1/200) 1 mL ずつを加えて振り混ぜる。更に 5 分間放置し、塩酸 N (1 ナフチル) エチレンジアミン溶液 (1/1000) 1 mL ずつを加え、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、振り混ぜ、約 25 分後に 0.2 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液、標準溶液及び空白試験液から得られたそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T, A_S 及び A₀ を測定し、次の式によって計算するとき、遊離 p-アミノ安息香酸の量は 0.2 % 以下である。遊離 p-アミノ安息香酸 (C₇H₇NO₂) の量 (mg)

$$= p\text{-アミノ安息香酸の量 (mg)} \times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times \frac{1}{400}$$

(5) 類縁物質 本品 0.20 g にテトラヒドロフラン 10 mL を加えて溶かし、試料原液とする。試料原液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。試料原液 1 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 100 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて、振り混ぜ、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 ~ 4 μL の一定量につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する類縁物質のピーク総面積の比は、標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するベンチロミドのピーク面積の比より大きくない。

内標準溶液 N-ベンゾイル-L-チロジンエチルエステルのテトラヒドロフラン溶液 (1/25000)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径 2 ~ 5 mm, 長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用全多孔性シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 室温

移動相 : ヘキサン/テトラヒドロフラン/氷酢酸混液 (75 : 25 : 1)

流量 : ベンチロミドの保持時間が 18 ~ 26 分になるように調整する。

カラムの選定 : 本品 0.02 g をテトラヒドロフラン 10 mL に溶かす。この液 1 mL を量り、N-ベンゾイル-L-チロジン 0.01 g 及びテトラヒドロフランを加えて溶かし 10 mL とする。この液 2 ~ 4 μL につき、上記の条件で操作するとき、N-ベンゾイル-L-チロジン、ベンチロミドの順に溶出し、その分離度が 1.8 以上のものを用いる。

検出感度 : 標準溶液 2 ~ 4 μL から得られた内標準物質のピーク高さが 60 ~ 100 mm になるように調整する。面積測定範囲 : 溶媒ピークの後からベンチロミドピークの間を測定する。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン緩衝液 (pH 7.8) を加えて正確に 100 mL とし、試料原液とする。この液 25 mL を正確に量り、37±0.5 °C の恒温槽中で 15 分間放置し、次に、キモトリプシン試液 1 mL を加え、37±0.5 °C の恒温槽中で 90 分間放置する。その後、恒温槽より取り出して放冷し、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に試料原液 25 mL を正確に量り、37±0.5 °C の恒温槽中で 15 分間放置し、次に 0.001 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え、37±0.5 °C の恒温槽中で 90 分間放置する。以下、試料溶液と同様に操作し、試料空試験液とする。別に *p* アミノ安息香酸約 0.14 g を精密に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 5 mL を正確に量り、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、試料空試験液、標準溶液及び空試験液としての 0.2 mol/L 塩酸試液 10 mL ずつを正確に量り、これに亜硝酸ナトリウム溶液 (1/1000) 1 mL ずつを加えて振り混ぜ、約 5 分間放置した後、スルファミン酸アンモニウム溶液 (1/200) 1 mL ずつを加えて振り混ぜる。更に 5 分間放置し、塩酸 *N* (1 ナフチル) エチレンジアミン溶液 (1/1000) 1 mL ずつを加え、0.2 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし振り混ぜ、約 25 分後に空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液、試料空試験液及び標準溶液から得られたそれぞれの液の波長 550 nm における吸光度 A_T 、 A_0 及び A_S を測定する。

ベンチロミド ($C_{23}H_{20}N_2O_5$) の量 (mg)

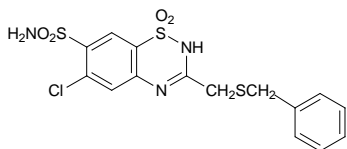
$$= p \text{ アミノ安息香酸の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T - A_0}{A_S} \times \frac{1}{2} \times 2.949$$

貯法 容器 密閉容器。

008605

ベンツチアジド

Benzthiazide



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S_3$: 431.94

本品を乾燥したものは定量するとき、ベンツチアジド ($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S_3$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品はジメチルホルムアミド又は *n*-ブチルアミンに溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 240 ~ 245 °C

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 280 ~ 284 nm に吸収の極大を示し、波長 253 ~ 257 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3380 cm^{-1} , 3300 cm^{-1} , 3280 cm^{-1} , 1620 cm^{-1} , 1590 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1340 cm^{-1} , 1310 cm^{-1} , 1180 cm^{-1} 及び 1160 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g にジメチルホルムアミド 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 1 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノール/強アンモニア水混液 (19:1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/酢酸エチル/メタノール混液 (1:1:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びベンツチアジド標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれをジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 100 mL とする。これらの液 2 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対

照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 282 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ベンツチアジド ($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S_2$) の量 (mg)

$$= \text{ベンツチアジド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

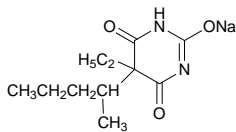
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

001582

ペントバルビタールナトリウム

Pentobarbital Sodium



$C_{11}H_{17}N_2NaO_3$: 248.25

本品を乾燥したものは定量するとき、ペントバルビタールナトリウム ($C_{11}H_{17}N_2NaO_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、無水エタノールにやや溶けにくく、ピリジン、無水エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 10) の pH は 10.0 ~ 11.0 である。本品は吸湿性である。

本品の水溶液は放置するとき、徐々に分解する。また、水溶液を加熱し、冷却するとき、沈殿を生じる。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水 20 mL を加えて溶かし、かき混ぜながら希塩酸 5 mL を加え、放置する。生じた沈殿をろ取り、水 10 mL ずつで 4 回洗い、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 127 ~ 133 °C である。

(2) (1) で得た沈殿 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ~ 3 滴及び薄めたピリジン (1 : 10) 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅試液 0.3 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。

(3) (1) で得た沈殿 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(4) 本品 0.5 g を強熱し、冷後、残留物に水 10 mL を加えて溶かした液は赤色リトマス紙を青変する。また、この液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に、新たに煮沸し冷却した水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 49 mL を加えて溶かし、氷酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 30 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に氷酢酸 0.5 mL、希

硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.018 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に水 47 mL を加えて溶かし、希塩酸 3 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 25 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.038 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g に水 50 mL を加えて溶かし、希塩酸 5 mL を加えて振り混ぜながら加温する。冷後、水 25 mL を加え、更によく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 40 mL にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 2.5 mL 及びフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色となるまで滴加し、鉛標準液 3.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(5) 中性又は塩基性物質 本品約 1 g を精密に量り、水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜる。クロロホルム層を分取し、水 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ過した後、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 0.30 % 以下である。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 B より濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 6 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 10 mL を加え、クロロホルム 50 mL で抽出する。更にクロロホルム 25 mL ずつで 3 回抽出し、全クロロホルム抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液はクロロホルム 10 mL ずつで 2 回抽出し、前後のクロロホルム抽出液を合わせ、ろ過する。ろ紙をクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、無水エタノール 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (指示薬: アリザリンエロー GG・チモールフタレイン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡青色を経て紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

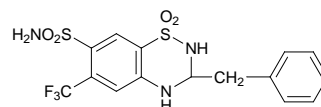
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 } 1 \text{ mL} \\ = 24.825 \text{ mg } C_{11}H_{17}N_2NaO_3$$

貯法 容器 気密容器。

100781

ベンドロフルメチアジド

Bendroflumethiazide



$C_{15}H_{14}F_3N_3O_4S_2$: 421.41

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ベンドロフルメチアジド ($C_{15}H_{14}F_3N_3O_4S_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含み、ま

た、フッ素 (F : 19.00) 12.2 ~ 14.8 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なおいがある。

本品はアセトン又はピリジンに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、クロロホルムに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 225 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス試験紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸 (1 : 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(3) 本品 0.01 g をとり、エタノール 10 mL を加えて溶かし、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 1000 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271 ~ 275 nm 及び 324 ~ 328 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 4.90 ~ 5.50 である。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 30 mL、0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 芳香族第一アミン 本品 0.10 g をとり、アセトン 50 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、25 mL のメスフラスコにとり、氷水中で冷却した後、氷冷した 1 mol/L 塩酸試液 10.0 mL を加え、直ちに氷冷した亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 250) 1.0 mL を加えて振り混ぜた後、氷水中で 5 分間放置する。次にスルファミン酸アンモニウム溶液 (1 : 9) 1.0 mL を加えて振り混ぜた後、25 °C の水浴中で 1 分間放置する。この液に新たに調製したシュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 2.0 mL を加えて振り混ぜ、1 分間放置した後、水を加えて 25 mL とする。この液を 4 分間放置した液につき、アセトン/水混液 (1 : 1) 5.0 mL を同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 518 nm における吸光度を測定するとき、0.30 以下である。

水分 0.5 % 以下 (2 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) ベンドロフルメチアジド 本品約 0.38 g を精密に量

り、250 mL のビーカーに入れ、ピリジン 80 mL を加えて溶かし、マグネソンのメタノール溶液 (1 : 1000) 3 滴を加え、ビーカーを紙又はフィルム等で蓋をした後、液が飛散しないように注意しながら、窒素を溶液中に 5 分間穏やかに吹き込む。次に窒素吹き出し口を液面よりわずかに上げ、窒素を通じ、攪拌しながら 0.2 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の紅色がだいたい色を経て淡青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.2 mol/L ナトリウムメトキシド・メタノール液 1 mL

= 42.14 mg $C_{15}H_{14}F_3N_3O_4S_2$

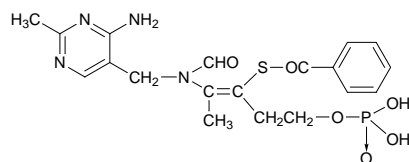
(2) フッ素 本品約 4 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

100783

ベンフォチアミン

Benfotiamine



$C_{19}H_{23}N_4O_6PS$: 466.45

本品を乾燥したものは定量するとき、ベンフォチアミン ($C_{19}H_{23}N_4O_6PS$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はメタノールに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液、炭酸ナトリウム試液又は希塩酸に溶ける。

本品の飽和水溶液は酸性である。

融点：約 200 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 100 mL を加えて溶かし、その 1 mL に L 塩酸システイン試液 2 mL 及び希酵素試液 1 mL を加えて 50 °C で 40 分間加温し、冷後、チアミン定量用臭化シアン試液 6 mL を加え、約 30 秒間振り混ぜた後、水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 4 mL 及び *n* ブタノール 10 mL を加えて強く振り混ぜ、遠心分離し、紫外線下で観察するとき、*n* ブタノール層は紫青色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。L 塩酸システイン試液及び希酵素試液処理を行わないときは、蛍光は現れない。

(2) 本品 0.01 g に塩酸ヒドロキシルアミンのメタノール飽和溶液 2 滴を加え、水浴上で 3 分間加熱した後、1 分間放置する。次に水酸化カリウムのメタノール飽和溶液 1 滴

を加えて沸騰するまで加熱した後、冷却し、薄めた塩酸(10)を加えて酸性とし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えると、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品 0.05 g に硝酸 1 mL を加え、直火で 1 ~ 2 分間加熱した後、水 5 mL 及びモリブデン酸アンモニウム試液 1 mL を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じ、この沈殿はアンモニア試液に溶ける。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をとり、希塩酸 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.053 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.5 g に希塩酸 3 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 3 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.011 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、水 25 mL を加え、アンモニア試液約 3 mL を加えて中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は本品 0.5 g に希塩酸 2.5 mL を加えて溶かし、水 25 mL を加え、アンモニア試液約 1.5 mL を加えて中和した後、希酢酸 2 mL、鉛標準液 1.0 mL 及び水を加えて、50 mL とする(20 ppm 以下)。

(5) 安息香酸 本品 1.0 g にエーテル 15 mL を加え、よく振り混ぜ、ろ過し、更にエーテル 15 mL で容器及びろ紙を洗う。ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物に水 5 mL を加え、加温して溶かし、薄めた強過酸化水素水(2175) 3 滴を加え、水浴上で 5 分間加熱し、冷後、塩化第二鉄試液 2 滴を加えて 20 分間放置するとき、液は赤紫色を呈しない。

(6) チアミン 本品 0.050 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、加温して溶かし、冷後、その 1 mL にチアミン定量用臭化シアン試液 3 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液(310) 1 mL 及び *n* ブタノール 10 mL を加えて 1 分間強く振り混ぜて静置した後、*n* ブタノール層をとり、ろ過して得たる液に紫外線(主波長約 370 nm)を照射するとき、その蛍光は、1 mL 中に塩酸チアミン 5 μL を含む水溶液の 1 mL を同様に操作して得たる液の蛍光より強くない(塩酸チアミンとして 0.1 % 以下)。

乾燥減量 1.5 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.035 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、80 ~ 90 °C の水浴中で時々振り混ぜながら 20 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品(あらかじめ塩酸チアミン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.025 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作して標準溶液とする。試料溶液 5 mL を正確に量り、25 mL のメスフラスコに入れ、L 塩酸システイン試液 2 mL 及び希酵素試液 1 mL を加え、50 °C で 40 分間加温し、冷後、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナト

リウム緩衝液を加えて 25 mL とする。この液各 5 mL を正確に量り、2 本の褐色共栓遠心沈殿管 T 及び T に入れ、それぞれに無水硫酸ナトリウム 4 g を加え、時々振り混ぜながら 50 ~ 60 °C に 15 分間加温する。冷後、T にはチアミン定量用臭化シアン試液 6 mL を加えて 30 秒間激しく振り混ぜ、30 秒間放置し、水酸化ナトリウム溶液(310) 4 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜ、30 秒間放置した後、正確に *n* ブタノール 15 mL を加えて 90 秒間激しく振り混ぜる。T には水酸化ナトリウム溶液(310) 4 mL を加え、30 秒間激しく振り混ぜ、30 秒間放置し、チアミン定量用臭化シアン試液 6 mL を加えて 30 秒間激しく振り混ぜ、30 秒間放置した後、正確に *n* ブタノール 15 mL を加え、90 秒間激しく振り混ぜる。別に標準溶液 5 mL を正確に量り、25 mL のメスフラスコに入れ、L 塩酸システイン試液 2 mL 及び希酵素試液 1 mL を加え、50 °C で 40 分間加温し、冷後、pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 25 mL とする。この液各 5 mL を正確に量り、2 本の褐色共栓遠心沈殿管 S 及び S に入れ、以下試料溶液と同様に操作する。各遠心沈殿管を緩速度で 2 分間遠心分離した後、各 *n* ブタノール層を別の容器にとり、必要ならば無水硫酸ナトリウム 1 ~ 2 g を少量ずつ加え、穏やかに振り混ぜた後、放置し、澄明な *n* ブタノール液をとる。各 *n* ブタノール液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び波長 430 nm 付近における蛍光の極大波長で蛍光の強さ F_T , F_T' , F_S 及び F_S' を測定する。

ベンフォチアミン(C₁₉H₂₃N₄O₆PS)の量(mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量(mg)

$$\times \frac{F_T - F_T'}{F_S - F_S'} \times 1.383$$

貯法

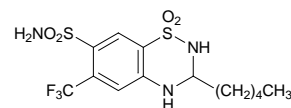
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105068

ペンフルチジド

Penflutizide



C₁₃H₁₈F₃N₃O₄S₂: 401.42

本品を乾燥したものは定量するとき、ペンフルチジド(C₁₃H₁₈F₃N₃O₄S₂) 98.0 ~ 102.0 % を含み、またフッ素(F: 19.00) 12.8 ~ 15.6 % を含む。

性状 本品は微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味はほとんどない。

本品は、メタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、水、クロロホルム又は石油エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をとり、希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて溶かし、この液 1 mL に 6 mol/L 塩酸試液

1 mL を加え、沸騰水浴上で 5 分間加熱した後、5 分間冷却し、亜硝酸ナトリウム試液 2 滴を加えて振り混ぜた後、1 分間放置する。この液にスルファミン酸アンモニウム試液 3 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品は 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を混和し、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL に強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸 (1 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.05 g にメタノール 100 mL を加えて溶かし、この液 1 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 275 nm 及び 325 ~ 331 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (274 nm): 520 ~ 540 (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10000 mL).

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (327 nm): 95 ~ 105 (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10000 mL).

融点 197 ~ 201 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ、硝酸 20 mL を加え弱く加熱する。冷後、硫酸 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。必要ならば、冷後さらに硝酸 5 mL を追加して加熱し、液が無色 ~ 淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 15 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 5 mL を検液とし、装置 A を用いる方法により、試験を行う (10 ppm 以下)。

(3) 芳香族第一アミン (6 アミノ 4 トリフロロメチルベンゼン 1,3 ジスルホンアミド) 本品 0.08 g をとり、アセトンを加えて溶かし正確に 100 mL とし、その液 1 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 9 mL を加え、直ちに 10 分間水冷し、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 25) 0.1 mL を加えて振り混ぜた後、1 分間放置し、更にスルファミン酸アンモニウム溶液 (10 100) 0.2 mL を加えて振り混ぜ、3 分間放置した後、シュウ酸 *N* (1 ナフチル) *N* ジエチルエチレンジアミン・アセトン試液 0.8 mL を加えて振り混ぜ 5 分間放置した液につき、アセトン 1.0 mL に 1 mol/L 塩酸試液 9 mL を加えて同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 518 nm における吸光度 *A* を測定するとき、6 アミノ 4 トリフロロメチルベンゼン 1,3 ジスルホンアミドとして、1.75 % 以下である。

6 アミノ 4 トリフロロメチルベンゼン 1,3
ジスルホンアミド ($C_7H_5F_3N_3O_6S_2$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{1254} \times 11100$$

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.2 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 3

時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) ペンフルチジド 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化カリウム・プロパノール・ベンゼン液で滴定する (指示薬: メタニルイエロー試液 10 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色が青白色を経て赤紫色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化カリウム・プロパノール・ベンゼン液 1 mL
= 20.071 mg $C_{13}H_{18}F_3N_3O_4S_2$

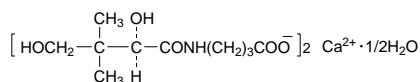
(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法 容器 気密容器。

101162

ホパンテン酸カルシウム

Calcium Hopantenate



$C_{20}H_{36}CaN_2O_{10} \cdot 1/2H_2O$: 513.59

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ホパンテン酸 ($C_{10}H_{19}NO_5$: 233.26) 90.6 ~ 94.3 % 及びカルシウム (Ca: 40.08) 7.7 ~ 8.1 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 10) の pH は 7.5 ~ 9.0 である。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液に硫酸銅試液 1 滴を加えるとき、液は濃青色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて 1 分間煮沸し、冷後、薄めた塩酸 (1 10) を加えて液の pH を 3 ~ 4 とし、塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 10) はカルシウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 (α_D^{20}): +24.0 ~ +26.0° (脱水物換算, 2.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) アミノ酪酸 本品約 0.2 g を精密に量り、水を加

えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に アミノ酪酸標準品を 105 ℃ で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び水 1 mL ずつを正確に量り、それぞれ共栓試験管 T、S 及び B に入れ、pH 9.0 のホウ酸・水酸化ナトリウム緩衝液 3 mL ずつを正確に加え、更に振り混ぜながらフルオレスカミンのアセトン溶液 (3 20000) 2 mL ずつを正確に加える。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 390 nm 付近における励起の極大波長及び波長 480 nm 付近における蛍光の極大波長で蛍光の強さ F_T 、 F_S 及び F_B を測定し、次式により計算するとき、アミノ酪酸の量は 0.3 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{アミノ酪酸 (C}_6\text{H}_9\text{NO}_2\text{) の量 (\%)} \\ &= \text{アミノ酪酸標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{1}{W} \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times 4 \end{aligned}$$

W: 試料の採取量 (mg)

水分 1.5 ~ 2.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) ホバンテン酸 本品約 2.5 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロマトグラフ柱 (75 ~ 150 μm の強酸性イオン交換樹脂 (H型) 5 mL を内径 9 mm, 長さ 20 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの) に入れ、1 分間約 3 mL の流速でと洗い、次に水 10 mL ずつで 4 回洗い、流出液及び洗液を合わせ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 23.326 \text{ mg C}_{10}\text{H}_{18}\text{NO}_5 \end{aligned}$$

(2) カルシウム 本品約 0.4 g を精密に量り、水 100 mL を加えて溶かし、8 mol/L 水酸化カリウム試液 2 mL 及び NN 指示薬 0.1 g を加え、直ちに 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

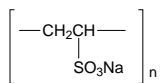
$$\begin{aligned} & 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 2.0039 \text{ mg Ca} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

103901

ポリエチレンスルホン酸ナトリウム

Sodium Polyethylene Sulfonate



(C₂H₃NaO₃S)_n: 平均分子量 7000

本品を乾燥したものは定量するとき、ポリエチレンスルホン酸ナトリウム [(C₂H₃NaO₃S)_n] 95 % 以上を含む。

性状 本品を乾燥したものは白色 ~ 帯黄白色の粉末で、お

いはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール、エーテル又はクロロホルムに極めて溶けにくい。

本品の水溶液は無色澄明で、粘性である。

本品の水溶液 (1 5) の pH は 4.6 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 10) 5 mL に希塩酸 1 mL を加え、更に塩化バリウム試液 5 滴を加えるとき、混濁を生じ、振り混ぜるとき消失する。この液に塩化バリウム試液 2 mL を加えるとき、混濁を生じ、この混濁は消えない。

(2) 本品 1 g をとり強熱灰化し、その残留物に水 10 mL を加えて溶かした液は、ナトリウム塩及び硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 (1) の液 5 mL に希塩酸 1 mL を加えて酸性にし、塩化バリウム試液 5 滴を加えて振り混ぜるとき、液は澄明で白濁を生じない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える (40 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下 (1 g, 110 ℃, 10 時間)。

強熱残分 49.9 ~ 55.2 % (乾燥後, 1 g)。

粘度

(1) ポリエチレンスルホン酸ナトリウム 本品を乾燥し、この約 3 g を精密に量り、0.5 mol/L 塩化ナトリウム溶液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液について 25 ± 0.02 ℃ で粘度測定法によって試験を行うとき、次の式によって計算される極限粘度は 0.06 ~ 0.08 である。

$$\begin{aligned} & \text{極限粘度} \\ &= \frac{\ln \left[\frac{\text{溶液の落下時間 (秒)}}{0.5 \text{ mol/L 塩化ナトリウム溶液の落下時間 (秒)}} \right]}{100 \text{ mL 中のポリエチレンスルホン酸ナトリウムの量 (g)}} \end{aligned}$$

(2) 高分子分画 本品を乾燥し、その約 3.0 g を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 30 mL とし、25 ℃ でかき混ぜながら、これに約 10 % の沈殿を得るに必要なメタノール (通例 100 ~ 120 mL) を徐々に加えた後、25 ℃ で遠心分離し、上澄液を除き、沈殿を乾燥し、乾燥物につき (1) を準用して極限粘度を計算するとき 0.11 以下である。

(3) 低分子分画 本品を 110 ℃ で 10 時間乾燥し、その約 3.0 g を精密に量り、水を加えて溶かし正確に 30 mL とし、25 ℃ でかき混ぜながら、これに約 90 % の沈殿を得るに必要なメタノール (約 1000 mL) を徐々に加えた後、25 ℃ で遠心分離し、上澄液を水浴上で蒸発乾固する。残留物を 110 ℃ で 10 時間乾燥し、乾燥物について (1) を準用して極限粘度を計算するとき 0.03 以上である。

定量法 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、水を加えて溶かし 100 mL とし、試料溶液とする。次に、中性になるまで洗浄した強酸性カチオン交換樹脂 (Amberlite IR 120 を細かく粉碎したものを使用) 35 mL を空気の入らないようにカラムに入れ、これに試料溶液 20 mL を注ぐ、流出速度は 7 秒に 1 滴位の速さとする。カラムを精製水で中性になるまで洗浄し、カラムから流出した遊離のポリエチレ

ンスルホン酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 5 滴)。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

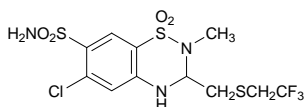
= 13.0 mg ポリエチレンスルホン酸ナトリウム

貯法 容器 気密容器。

105451

ポリチアジド

Polythiazide



$C_{11}H_{13}ClF_3N_3O_4S_3$: 439.88

本品を乾燥したものは定量するとき、ポリチアジド ($C_{11}H_{13}ClF_3N_3O_4S_3$) 97.0 % 以上を含み、またフッ素 (F: 19.00) 11.6 ~ 14.2 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味は苦い。

本品はアセトン又は *n* ブチルアミンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 212 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n* ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266 ~ 270 nm 及び 312 ~ 316 nm に吸収の極大を示し、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3360 cm^{-1} , 3280 cm^{-1} , 1600 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1350 cm^{-1} , 1330 cm^{-1} , 1160 cm^{-1} 及び 1120 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL にアセトン 30 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL にアセトン 30 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール混液 (9:1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) ポリチアジド 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にポリチアジド標準品を本品と同様の条件で乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 268 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ポリチアジド ($C_{11}H_{13}ClF_3N_3O_4S_3$) の量 (mg)

$$= \text{ポリチアジド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

(2) フッ素 本品を乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法のフッ素の定量操作法により試験を行う。

貯法

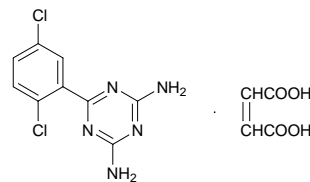
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109533

マレイン酸イルソグラジン

Irsogladine Maleate



$C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$: 372.16

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸イルソグラジン ($C_9H_7Cl_2N_5 \cdot C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はやや苦い。

本品は 2-メトキシエタノール、酢酸 (100) 又はエチレングリコールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g を希塩酸 1 mL 及び水 4 mL に溶かし、過マンガン酸カリウム試液 3 滴を加えるとき、過マンガン酸カリウム試液の紫赤色は直ちに消える。
- (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3420 cm^{-1} , 1661 cm^{-1} , 1354 cm^{-1} 及び 862 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (3) 本品につき、炎色反応試験法(2)を行うとき、緑色を呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 2.0 g に 2-メトキシエタノール 40 mL を加え、80 °C の水浴中で加温して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.004 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.050 g をエチレングリコール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エチレングリコールを加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、エチレングリコールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイン酸及びイルソグラジン以外のピーク面積は、標準溶液のイルソグラジンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：250 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：メタンスルホン酸溶液(1 : 1000)/メタノール混液(4 : 1)

流量：イルソグラジンの保持時間が約 16 分になるように調整する。

カラムの選定：本品の 0.05 g 及びパラオキシ安息香酸メチルの 0.01 g をエチレングリコール 20 mL に溶かす。この液 1 mL にエチレングリコールを加え 20 mL とする。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、マレイン酸、イルソグラジン、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、イルソグラジンとパラオキシ安息香酸メチルの分離度が 8 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 μL から得たイルソグラジンのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からイルソグラジンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸(100) 25 mL に溶かし、無水酢酸 25 mL を加えた後、

0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

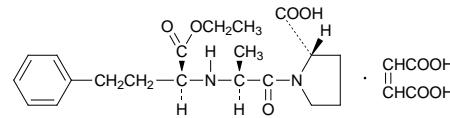
$$0.05\text{ mol/L 過塩素酸 } 1\text{ mL} \\ = 18.608\text{ mg } \text{C}_9\text{H}_7\text{Cl}_2\text{N}_5 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$$

貯法 容器 密閉容器。

108939

マレイン酸エナラプリル

Enalapril Maleate



$\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$: 492.52

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸エナラプリル($\text{C}_{20}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は、メタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、アセトニトリルに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくい。

融点：142 ~ 147 °C (分解)。

確認試験 本品及びマレイン酸エナラプリル標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとマレイン酸エナラプリル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -41.0 ~ -43.5 ° (乾燥後, 0.25 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.20 g を pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(89 : 11) 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(89 : 11) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で、液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイン酸及びエナラプリル以外のピークの合計面積は、標準溶液のエナラプリルのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム及びカラム温度は、定量法の操作条件を準用する。

移動相：pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(89 : 11) を移動相 A とし、pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(53 : 47) を移動相 B とする。試料注入までは移動相 A を送液し、試料注入後 35 分間で移動相 B になるように直線濃度勾配制御により送液する。

流量：エナラプリルの保持時間が約 15 分になるように調

整する。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たエナブプリルのピーク高さが 30 ~ 60 mm になるように調整する。

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からエナブプリルの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びマレイン酸エナブプリル標準品を乾燥し、その約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれに pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (4 : 1) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のエナブプリルのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定する。

マレイン酸エナブプリル ($C_{20}H_{28}N_2O_5 \cdot C_7H_6O_4$) の量 (mg)

$$= \text{マレイン酸エナブプリル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に約 10 μ m の液体クロマトグラフ用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度：70 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (4 : 1)

流量：エナブプリルの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液につき、上記の条件で操作し、エナブプリルの理論段数を求めるとき 300 段以上、シンメトリー係数を求めるとき 1.3 以下となるカラムを用いる。

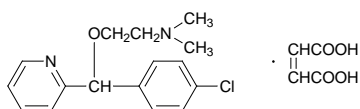
試験の再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、エナブプリルのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

101226

マレイン酸カルビノキサミン

Carbinoxamine Maleate



$C_{16}H_{19}ClN_2O \cdot C_4H_4O_4$: 406.86

本品を乾燥したものは定量するとき、dl マレイン酸カルビノキサミン ($C_{16}H_{19}ClN_2O \cdot C_4H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又は氷酢酸に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エーテル又はイソプロピルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.6 ~ 5.1 である。

本品は旋光性がない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 30000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 0.1 g 及び薄層クロマトグラフ用マレイン酸 0.02 g をとり、それぞれにエタノールを加えて溶かし、5 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にイソプロピルエーテル/エタノール/ギ酸/水混液 (50 : 40 : 7 : 3) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た上部のスポットは、標準溶液から得たスポットの R_f 値と等しい。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 116 ~ 121 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.080 g をとり、エタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (100 : 8 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧し、直ちに過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、黄褐色の単一のスポットを認める。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.025 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 C より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザリニン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

$$= 20.343 \text{ mg } C_{16}H_{19}ClN_2O \cdot C_4H_4O_4$$

貯法

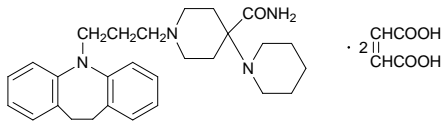
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101260

マレイン酸カルピプラミン

Carpipramine Maleate

 $C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$: 678.77

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸カルピプラミン ($C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は氷酢酸にやや溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水、アセトン、エーテル又はイソプロピルアミンにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 185 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水 300 mL を加えて加熱して溶かし、冷後、この液 5 mL に硝酸 1 mL を加えるとき、液の色は初め青色を呈し、徐々に濃くなり、更に緑色～黄緑色に変わる。

(2) 本品 0.5 g にアンモニア試液 5 mL を加え、酢酸エチル 40 mL で抽出し、酢酸エチル抽出液を蒸発乾固する。残留物を酢酸エチルから再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 159 ~ 164 °C である。

(3) 本品 0.5 g に水 25 mL 及び強アンモニア水 3 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出する。水層を分取し、水浴上で蒸発乾固する。残留物に希硫酸 2 ~ 3 滴及び水 5 mL を加えて溶かし、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 128 ~ 136 °C である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に氷酢酸 7 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に氷酢酸 7 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g に氷酢酸 7 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に氷酢酸 7 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (99 : 1) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/イソプロピルアミン混液 (99 : 1) を加えて正確に 200

mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/クロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (100 : 70 : 40 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たカルピプラミン及びマレイン酸 (原点) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たカルピプラミンのスポットより濃くない。

乾燥減量 3.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 105 °C, 8 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 30 mL 及び非水滴定用アセトン 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青紫色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.939 mg $C_{28}H_{38}N_4O \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法

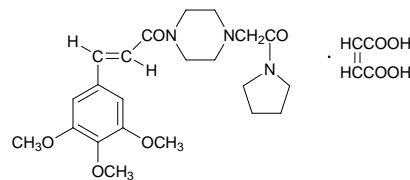
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108147

マレイン酸シネパジド

Cinepazide Maleate

 $C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$: 533.57

本品を定量するとき、マレイン酸シネパジド ($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状

本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はギ酸又は氷酢酸に極めて溶けやすく、水に溶けやすく、クロロホルムにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

融点：約 175 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 25) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1660 cm^{-1} , 1617 cm^{-1} , 1583 cm^{-1} , 1503 cm^{-1} , 1483 cm^{-1} , 1122 cm^{-1} , 998 cm^{-1} 及び 867 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 3.4 ~

4.0 である。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (304 nm): 384 ~ 420 (乾燥後, 0.02 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 2000 mL).

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色~微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム/エタノール/氷酢酸混液 (8:2:1) 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, クロロホルム/エタノール/氷酢酸混液 (8:2:1) を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール/氷酢酸混液 (8:2:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.3 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 80 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

本品を乾燥し, その約 0.45 g を精密に量り, ギ酸 2 mL に溶かし, 氷酢酸 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

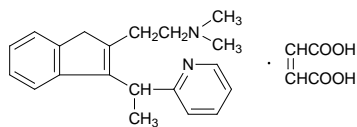
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 53.36 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

貯法 容器 気密容器。

101906

マレイン酸ジメチンデン

Dimethindene Maleate



$\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$: 408.49

本品を乾燥したものは定量するとき, マレイン酸ジメチンデン ($\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄色の結晶性の粉末で, わずかに特異なにおいがあり, 味は苦い。

本品はメタノール, 氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく, エタノールにやや溶けやすく, 水にやや溶けにくく, エーテルにほとんど溶けない。

本品は 0.05 mol/L 硫酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に, エタノール 10 mL を加えて溶かし, ベンズアルデヒド 1 mL 及びテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1 mL を加え, 水浴中で 30 分間加熱するとき, 黄色を呈する。

(2) 本品 5 mg に 2,4-ジニトロクロロルベンゼン 0.01 g を混ぜ, 5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解する。冷後, 水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき, 液は暗赤色を呈する。

(3) 本品のメタノール溶液 (1 : 100) 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき, 試液の赤色は直ちに消える。

(4) 本品 2 mg に 0.05 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし, 100 mL とする。この液につき, 0.05 mol/L 硫酸試液を対照とし, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 256 ~ 260 nm に吸収の極大を, 230 ~ 234 nm に吸収の極小を示す。

融点 159 ~ 163 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 50 mL を加えて溶かすとき, 液は無色~微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) リチウム 本品 1.0 g を磁製のつぼに量り, ゆるくふたをし, 弱く加熱して炭化した後, 強熱して灰化する。残留物に塩酸 0.5 mL を加えてかき混ぜた後, 直径 1 mm の白金線の先端 1 cm をこの液に浸したものを無色の炎に入れるとき, 持続する赤色を呈しない。

乾燥減量 0.10 % 以下 (2 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.45 g を精密に量り, 非水滴定用水酢酸 100 mL を加えて溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし, 滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 20.425 mg $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

貯法

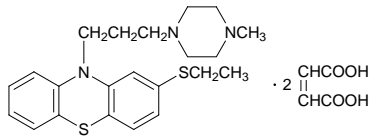
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107253

マレイン酸チエチルペラジン

Thiethylperazine Maleate

 $C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_4O_4$: 631.76

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸チエチルペラジン ($C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けにくく、水又はエタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：181 ~ 187 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 10000) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 314 ~ 320 nm に吸収の極大を、波長 289 ~ 295 nm に吸収の極小を示す。また、この液 10 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とした液は、波長 260 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品及びマレイン酸チエチルペラジン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品とマレイン酸チエチルペラジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 20 mL 及び希硝酸 2 mL を加えて加温する。冷後、ろ過し、ろ液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.023 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 20 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて加温する。冷後、ろ過し、ろ液 10 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.054 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール/強アンモニア水混液 (49 : 1) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/強アンモニア水混液 (49 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエーテル/シクロヘキサン/メタノール/強アンモニア水混液

(25 : 10 : 5 : 1) を展開溶媒として約 16 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラッグンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 31.588 mg $C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法

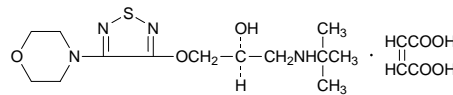
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108340

マレイン酸チモロール

Timolol Maleate

 $C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$: 432.49

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸チモロール ($C_{13}H_{24}N_4O_3S \cdot C_4H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、濃赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (3 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 293 ~ 295 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 500) 5 mL に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。

旋光度 [α]_D²⁰ : -5.7 ~ -6.2° (乾燥後, 1.25 g, 1 mol/L 塩酸試液, 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.8 ~ 4.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試

料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/強アンモニア水混液 (80 : 20 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 100 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、氷酢酸 90 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキササン液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキササン液 1 mL

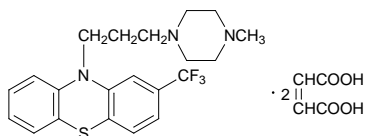
= 43.25 mg $C_{13}H_{24}N_3O_3S \cdot C_4H_4O_4$

貯法 容器 密閉容器。

107451

マレイン酸トリフロペラジン

Trifluoperazine Maleate



$C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$: 639.64

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸トリフロペラジン ($C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末で、においはない。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けにくく、水又はエタノールに極めて溶けにくく、エーテル、クロロホルム又はイソプロピルアミンにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点: 約 193 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.02 g 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL 及び水 5 mL を加えて沸騰するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、ジルコニル・アリザリン S 試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は消え、淡黄色となる。

(3) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び強アンモニア水 3 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は (5) の試験に用いる〕。全クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 20 mL を加えて溶かし、この液 5 mL を 50 °C に加熱したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取し、メタノールで洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 241 ~

247 °C (分解) である。

(4) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 303 ~ 307 nm に吸収の極大を、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極小を示す。また、この液 10 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とした液は波長 254 ~ 257 nm に吸収の極大を示す。

(5) (3) の水層をとり、蒸発乾固した後、残留物に希硫酸 1 mL 及び水 5 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、35 °C の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発して得た残留物の融点は 128 ~ 136 °C である。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、メタノール/イソプロピルアミン混液 (97 : 3) を加えて溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/イソプロピルアミン混液 (97 : 3) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調整した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/酢酸エチル/強アンモニア水混液 (60 : 20 : 20 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たトリフロペラジン及びマレイン酸 (原点付近) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たトリフロペラジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 0.7 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 70 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 31.982 mg $C_{21}H_{24}F_3N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法

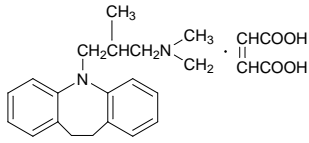
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107470

マレイン酸トリミプラミン

Trimipramine Maleate

 $C_{20}H_{26}N_2 \cdot C_4H_4O_4$: 410.51

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸トリミプラミン ($C_{20}H_{26}N_2 \cdot C_4H_4O_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なおいがある。

本品は水酢酸に極めて溶けやすく、メタノール又はクロロホルムに溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に、エーテル 20 mL 及び水酸化ナトリウム試液 4 mL を加え、振り混ぜて抽出する〔水層は確認試験(4)に使用する〕。エーテル抽出液をとり、水 10 mL ずつで 2 回洗い、無水炭酸ナトリウム 1 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液に空気を通じながらエーテルを蒸発する。残留物 2 ~ 3 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液の色は無色で、直火で加熱するとき、暗緑色に変わる。

(2) (1) の残留物 2 ~ 3 mg に硝酸 2 mL を加えて溶かすとき、液の色は暗緑色で、加熱するとき、赤色に変わる。

(3) (1) の残留物 0.050 g に、あらかじめ 50 °C に加熱したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 10 mL を加えて溶かし、冷却し、結晶が析出し始めてから 2 時間放置する。結晶をろ取し、メタノール少量で洗い、デシケーター (減圧, シリカゲル) で 5 時間乾燥するとき、その融点は 130 ~ 134 °C である。

(4) (1) の水層をエーテル 10 mL ずつで 2 回洗い、水層 3 mL をとり、臭素試液 1 mL を加え、煮沸して過量の臭素を追い出す。この液数滴をレゾルシン 5 mL を硫酸 9 mL に溶かした液に加え、水浴上で 15 分間加熱するとき、液の色は帯黄赤色を呈する。

融点 141 ~ 144 °C

純度試験

(1) **溶状** 本品 0.5 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) **重金属** 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) **ヒ素** 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) **類縁物質** 本品 0.25 g をとり、メタノールを加えて溶かし、強アンモニア水 1 mL を加え、メタノールを加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標

準溶液 (1) とする。更に、この液 2 mL を正確に量り、メタノールで正確に 5 mL とし、標準溶液 (2) とする。別に、イミノジベンジル 5 mg をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液 (3) とする。試料溶液及び標準溶液 (1), (2), (3) につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 (1), (2), (3) を 5 μ L ずつ薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、トルエン/無水エタノール/強アンモニア水混液 (900 : 100 : 7) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得たイミノジベンジルのスポットは標準溶液 (3) から得たスポットより濃くない。試料溶液から得たトリミプラミン及びイミノジベンジルのスポット以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くなく、また、それらのスポットで標準溶液 (2) から得たスポットより濃いスポットの数は 2 個以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の青紫色が暗青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.05 mg $C_{20}H_{26}N_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法

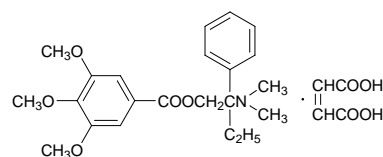
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108876

マレイン酸トリメブチン

Trimebutine Maleate

 $C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$: 503.54

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸トリメブチン ($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状

本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリル又はメタノールにやや溶けやすく、水又は無水エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品のクロロホルム溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び強アンモニア水 2 mL

を加え、エーテル 30 mL を加え、抽出する。エーテル層は水 40 mL ずつで 2 回洗い、無水硫酸ナトリウム 1 g を加え、ろ過する。35 ℃ の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発し、残留物を減圧、40 ℃ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 79 ~ 83 ℃ である。

(3) (2) の水層を蒸発乾固した後、残留物に希硫酸 1 mL 及び水 5 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 3 g を加え、ろ過する。ろ液を 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発し、残留物を減圧、40 ℃ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 130 ~ 136 ℃ である。

(4) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266 ~ 270 nm に吸収の極大を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1728 cm^{-1} 、 1215 cm^{-1} 、 1124 cm^{-1} 及び 755 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 131 ~ 135 ℃

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液 (13 : 7) 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液 (13 : 7) を加えて正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイン酸及びトリメブチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸 (17 : 20000) に酢酸アンモニウム溶液 (1 : 1000) を加えて pH を 3.0 に調整した液 650 mL に 1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g を加えて溶かし、孔径約 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える。

流量：トリメブチンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.04 g 及び塩酸イミプラミン 0.02 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/アセトニトリル混液 (13 : 7) を加えて溶かし、100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、トリメブチン、イミプラミンの順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを

用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たトリメブチンのピーク高さが 2 ~ 6 mm になるように調整する。

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、氷酢酸 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

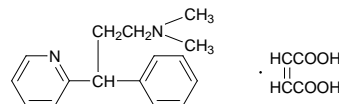
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 50.35 mg $\text{C}_{22}\text{H}_{29}\text{NO}_5 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$

貯法 容器 密閉容器。

105132

マレイン酸フェニラミン

Pheniramine Maleate



$\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$: 356.42

本品を乾燥したものは定量するとき、dl マレイン酸フェニラミン ($\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{N}_2 \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又は氷酢酸に極めて溶けやすく、エタノール又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

確認試験

(1) 本品 1 mg を水 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液* 2 mL を加え、振り混ぜるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、強アンモニア水 2 mL を加え、クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出し、水層を分取し、蒸発乾固した後、残留物に希硫酸約 1.5 mL 及び水 5 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、約 35 ℃ の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発して得た残留物の融点は 128 ~ 136 ℃ である。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 263 nm 及び 264 ~ 266 nm に吸収の極大を示し、238 ~ 242 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2650 cm^{-1} 、 1570 cm^{-1} 、 1360 cm^{-1} 及び 750 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 106 ~ 109 ℃

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、水 30 mL に溶かし、6 mol/L 酢酸試液 10 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.040 g をクロロホルム 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/クロロホルム/ジエチルアミン混液 (5:4:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液*を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.025 g をとり、試験を行うとき、液は呈色しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 25 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

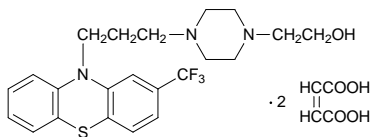
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.821 mg $C_{16}H_{26}N_2 \cdot C_4H_4O_4$

貯法 容器 気密容器。

102380

マレイン酸フルフェナジン

Fluphenazine Maleate



$C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$; 669.67

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸フルフェナジン ($C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸にやや溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、水に溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 157 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フ

ラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(3) 本品 0.5 g に水 5 mL 及び強アンモニア水 3 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は (5) の試験に用いる〕。全クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物をメタノール 20 mL に溶かし、この液 5 mL を 50 $^{\circ}$ C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1:25) 10 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗った後、105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 226 ~ 232 $^{\circ}$ C (分解) である。

(4) 本品のメタノール溶液 (1:10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 307 ~ 311 nm に吸収の極大を示し、波長 280 ~ 284 nm に吸収の極小を示す。また、この液 10 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とした液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 258 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。

(5) (3) の水層をとり、蒸発乾固した後、残留物に希硫酸 1 mL 及び水 5 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、35 $^{\circ}$ C の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発して得た残留物の融点は 128 ~ 136 $^{\circ}$ C である。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム・メタノール試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/シクロヘキサン/強アンモニア水混液 (16:6:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たフルフェナジン及びマレイン酸 (原点付近) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たフルフェナジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金のつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、氷酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 33.483 mg $C_{22}H_{26}F_3N_3OS \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法

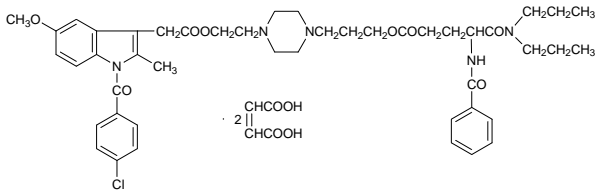
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

109535

マレイン酸プログルメタシン

Proglumetacin Maleate


 $C_{46}H_{58}ClN_5O_8 \cdot 2C_4H_4O_4$: 1076.58

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸プログルメタシン ($C_{46}H_{58}ClN_5O_8 \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N* ジメチルホルムアミド又は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、アセトニトリル又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の *N,N* ジメチルホルムアミド溶液 (1 : 20) は旋光性を示さない。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (3 : 1000) 5 mL に、氷水中で 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 2 mL を静かに加えて穏やかに振り混ぜるとき、液の下層は赤色を呈し、更に振り混ぜ混和するとき、液の色は帯青緑色に変わる。
- (2) 本品 0.1 g をとり、水 5 mL を加えて激しく振り混ぜ、ろ過する。ろ液に過マンガン酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、試液の赤色は直ちに消える。
- (3) 本品のメタノール溶液 (1 : 50) をろ紙上にスポットし、ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。
- (4) 本品 0.12 g をとり、*N,N* ジメチルホルムアミド 1 mL 及びメタノール 1 mL を加えて溶かすとき、液の色は黄色である。これに水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液の色は退色する。更に塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、白色綿状の浮遊物を生じる。
- (5) 本品 0.05 g をとり、塩酸 5 mL を加え、還流冷却器を付けて油浴中で 1 時間還流する。冷後、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液、水酸化ナトリウム試液又は 1 mol/L 塩酸試液を用いて中和し、ろ過する。ろ液にニンヒドリン試液 1 mL を加えて 2 分間加熱後、15 分間放置するとき液は紫色を呈する。

融点 144 ~ 148 °C

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。ただし使用する硫酸の量は 2 mL とする。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (3) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法

により、試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイン酸及びプログルメタシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のマレイン酸及びプログルメタシンのピークの合計面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長 254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μm のフェニル化した液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：0.01 mol/L クエン酸に 0.015 mol/L リン酸一水素ナトリウムを加え、pH 3.0 とした液 400 mL にアセトニトリル 1150 mL を加える。

流量：プログルメタシンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：マレイン酸プログルメタシン 50 mg 及びピレン 16 mg をメタノール 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、マレイン酸、ピレン、プログルメタシンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準溶液 1 mL を正確にとり、移動相を加えて正確に 20 mL とし、感度調整液とする。標準溶液及び感度調整液 10 μL をチャージするとき、標準溶液のプログルメタシンのピーク高さが 10 ~ 30 mm で、感度調整液のプログルメタシンを検出するように調整する。

面積測定範囲：プログルメタシンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 1.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、酢酸 (100) 150 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

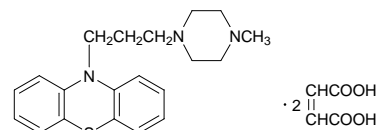
= 53.83 mg $C_{46}H_{58}ClN_5O_8 \cdot 2C_4H_4O_4$

貯法 容器 気密容器。

105096

マレイン酸ペラジン

Perazine Maleate


 $C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$: 571.64

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸ペラジン ($C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_4H_4O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水、メタノール、氷酢酸又はエタノールに溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 193 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は赤褐色を呈し、徐々に濃くなる。この液の半量を取り、加熱するとき、暗赤褐色を呈する。残りの液に重クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、暗緑色を呈する。

(2) 本品 0.5 g に希塩酸 3 mL 及び水 2 mL を加えて溶かし、強アンモニア水 3 mL を加え、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は(4)の試験に用いる〕。クロロホルム抽出液を合わせ、クロロホルムを減圧で留去する。残留物にメタノール 10 mL を加え、加温して溶かし、これを 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液(175) 30 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 252 ~ 258 °C (分解) である。

(3) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液(110000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 253 nm 及び 298 ~ 303 nm に吸収の極大を示す。

(4) (2) の水層を取り、水溶上で蒸発乾固し、残留物に希硫酸 1.5 mL 及び水 5 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。エーテル抽出液を合わせ、35 °C の水浴中で空気を送りながらエーテルを蒸発乾固して得た残留物の融点は 128 ~ 136 °C である。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、メタノール/強アンモニア水混液(19:1)を加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/強アンモニア水混液(19:1)を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール/強アンモニア水混液(100:30:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得たペラジン及びマレイン酸(原点)のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たペラジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 70 mL を加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 28.582 mg $C_{20}H_{26}N_4O \cdot 2C_2H_4O_4$

貯法

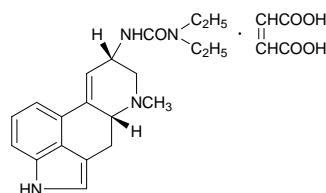
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

109003

マレイン酸リスリド

Lisuride Maleate



$C_{20}H_{26}N_4O \cdot C_4H_4O_4$: 454.52

本品を乾燥したものは定量するとき、マレイン酸リスリド($C_{20}H_{26}N_4O \cdot C_4H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~微黄白色若しくは灰白色の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点：約 195 °C (分解)。

確認試験 本品及びマレイン酸リスリド標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとマレイン酸リスリド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +277 ~ +291 ° (乾燥後, 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

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

(2) 類縁物質 本品 0.015 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のマレイン酸及びリスリド以外のピークの各々のピーク面積は、標準溶液のリスリドのピーク面積の 1/5 より大きくなく、それらのピーク面積の合計は、標準溶液のリスリドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は、定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 µL から得たリスリドのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

面積測定範囲：リスリドの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下(0.2 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品及びマレイン酸リスリド標準品を乾燥し、その

約 0.015 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノール 20 mL に溶かし、次に内標準溶液 15 mL ずつを正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリスリドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

マレイン酸リスリド ($C_{20}H_{26}N_2O \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= \text{マレイン酸リスリド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1 : 2500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸二水素アンモニウム試液/アセトニトリル混液 (7 : 3)

流量：リスリドの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リスリド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

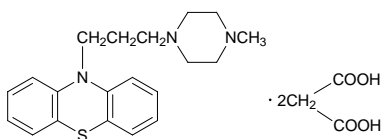
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105094

マロン酸ペラジン

Perazine Dimalonate



$C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_3H_4O_4$: 547.62

本品を乾燥したものは定量するとき、マロン酸ペラジン ($C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_3H_4O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦く、舌を刺激し、麻ひする。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、エーテル又はクロロホルムに溶けにくい。

本品は空気又は光によって徐々に赤色に着色する。

本品の水溶液 (1 : 25) の pH は 2.0 ~ 3.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に臭素試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。

(3) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、硝酸 0.4

mL を加えるとき、液は濃赤褐色を呈し、しばらく振り混ぜるとき白色の沈殿を生じるが、弱く煮沸するとき沈殿は溶け、液の色はだいたい黄色に変わる。

(4) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm 及び 301 ~ 305 nm に吸収の極大を示す。

融点 114 ~ 118 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本操作は光を避けて行う。本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 強熱残分の残留物に塩酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 15 mL を加え、2 ~ 3 分間加温した後、ろ過し、残留物を水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 2 mL 及び硝酸 0.5 mL を水浴上で蒸発乾固し、希酢酸 2 mL 及び水 15 mL を加え、2 ~ 3 分間加温した後ろ過し、残留物を水で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g、減圧、80 $^{\circ}$ C、4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：ブロムクレゾールグリーン・塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

$$= 27.381 \text{ mg } C_{20}H_{25}N_3S \cdot 2C_3H_4O_4$$

貯法

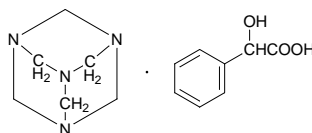
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102804

マンデル酸ヘキサミン

Hexamine Mandelate



$C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$: 292.33

本品を乾燥したものは定量するとき、マンデル酸ヘキサミン ($C_6H_{12}N_4 \cdot C_8H_8O_3$) 95.5 ~ 102.0 % 及びマンデル酸 ($C_8H_8O_3$: 152.15) 50.0 ~ 53.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール又はクロロホルムにやや溶けやすく、エーテルに極めて溶けにくい。

本品は水溶液 (1 : 20) の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

融点：127 ~ 130 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 20) 10 mL に希硫酸 10 mL を加えて加熱するとき、ホルマリン臭を発する。次いでこの液に過量の水酸化ナトリウム試液を加え、穏やかに煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- (2) 本品の水溶液(1 2000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 253 nm, 256 ~ 259 nm 及び 263 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.011 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.024 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 硫酸, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法

- (1) マンデル酸ヘキサミン 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する〔指示薬：チモールブルーのメタノール溶液(1 300) 3 滴〕。ただし、滴定の終点は液の黄色が淡赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 29.233 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_6 \cdot \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_3$$

- (2) マンデル酸 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} = 15.215 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_8\text{O}_3$$

貯法

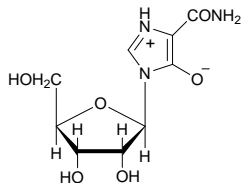
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

108873

ミゾリピン

Mizoribine


 $\text{C}_9\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_6 : 259.22$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ミゾリピン($\text{C}_9\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_6$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~微帯黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく、メタノール、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液(1 100)の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1 50) 1 mL に α -ナフトールのエタノール溶液(1 20) 2 滴を加えて振り混ぜ、更に硫酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。
- (2) 本品の水溶液(1 50) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、ジアゾベンゼンスルホン酸試液 1 mL を加えるとき、液は橙赤色を呈する。
- (3) 本品の水溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 242 ~ 246 nm 及び 277 ~ 281 nm に吸収の極大を示す。
- (4) 本品及びミゾリピン標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとミゾリピン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度〔 α_D^{20} 〕: -25 ~ -27°(脱水物に換算して 0.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相に溶かして 50 mL とし、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のミゾリピン以外のピークの合計面積は、標準溶液のミゾリピンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：薄めたリン酸(1 1500)

流量：ミゾリピンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：ミゾリピン 0.05 g 及び乳酸(日局) 1 mL を移動相 50 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、乳酸、ミゾリピンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 μ L から得たミゾリピンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からミゾリピンの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 0.5 % 以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びミゾリピン標準品 (別途本品と同様の方法で水分を測定しておく) の約 0.10 g ずつを精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ミゾリピンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

ミゾリピン ($C_9H_{13}N_3O_6$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したミゾリピン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：薄めたリノ酸 (1 : 1500)

流量：ミゾリピンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.05 g 及び乳酸 (日局) 1 mL を移動相 50 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件 (ただし、測定波長は 220 nm に設定する) で操作するとき、乳酸、ミゾリピンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

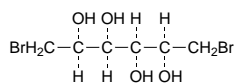
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 6 回繰り返すとき、ミゾリピンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

104261

ミトブロニトール

Mitobronitol



$C_6H_{12}Br_2O_4$: 307.97

本品を乾燥したものは定量するとき、ミトブロニトール ($C_6H_{12}Br_2O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.03 g に過マンガン酸カリウム溶液 (1 : 100) 3 mL 及び希硝酸 0.5 mL を加えて振り混ぜ、1 分間加温した後、過マンガン酸カリウムの色が消えるまでシュウ酸試液を加える。この液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 0.2 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、煮沸して溶かし、冷後、希硝酸を加えて弱酸性とした液は臭化物の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 [α_D^{20}] : +101 ~ +106° (乾燥後, 0.5 g, モリブデン酸アンモニウム試液, 50 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 臭化物 本品 0.10 g にメタノール 5 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これに硝酸銀試液 1 mL を加えて混和し、直射日光を避け、5 分間放置するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：臭化ナトリウム 0.103 g を正確に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 0.10 mL にメタノール 5 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし、以下同様に操作する (0.080 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をるつばにとり、これに硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (3 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もしこの方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 6 mL を加え、水浴上で加温して溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ピリジン/水混液 (8 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム溶液 (1 : 200) を均等に噴霧し、室温で 60 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、300 mL の三角フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え、還流冷却器を付け、20 分間穏やかに煮沸する。冷後、水 30 mL を用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を洗い、洗液は三角フラスコの液に合わせ、硝酸 5 mL を加え、更に正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加えた後、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬：硫酸第二鉄アンモニウム試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 15.398 \text{ mg } C_6H_{12}Br_2O_4$$

貯法 容器 気密容器。

109211

ムコールリパーゼ 5

Mucor Lipase 5

本品はケカビ (*Mucor javanicus*) から得た酵素であり、

脂肪消化力を有する。通例、デキストリン（日局）又は乳糖（日局）で薄めてある。

本品は定量するとき、その 1 g は 5000 ~ 7500 脂肪消化力単位を含む。

性状 本品は淡黄褐色～淡黄灰色の粉末で、わずかに特異なにおい及び味がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール、アセトン又はエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液（1 25）1 mL をとり、あらかじめオリブ油乳化液 5 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 2 mL を入れた試験管に加え、よく振り混ぜ、37 ℃ で 30 分間放置する。これにエタノール/アセトン混液（1:1）20 mL を加え、振り混ぜ、プロムクレゾールパープル試液 5 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

純度試験

（1）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える（30 ppm 以下）。

（2）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

乾燥減量 6.0 % 以下（1 g, 105 ℃, 4 時間）。

強熱残分 9.0 % 以下（1 g）。

定量法 本品 0.500 g を正確に量り、冷水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、冷水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。オリブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管（内径 30 mm）に量り、37±0.5 ℃ の恒温槽中に 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5 ℃ で正確に 20 分間放置し、エタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10.0 mL を加え、更にエタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加えて振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定する（AmL）（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴）。別にオリブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管（内径 30 mm）に入れて振り混ぜた後、エタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加え、次に試料溶液 1 mL を正確に加え、振り混ぜる。以下同様に操作して滴定する（BmL）。

本品の脂肪消化力単位（単位/g）

$$= \frac{1}{\text{試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)}} \times (B - A) \times \frac{5}{2} \times f$$

f: 0.05 mol/L 塩酸のモル濃度係数。

ただし、1 脂肪消化力単位は、本品が上記反応条件で 1 分間に 1 マイクロモルの脂肪酸を生成する量とする。

貯法

保存条件 25 ℃ 以下で保存する。

容器 気密容器。

109212

ムコールリパーゼ 10

Mucor Lipase 10

本品はケカビ（*Mucor javanicus*）から得た酵素であり、脂肪消化力を有する。通例、デキストリン（日局）又は乳糖（日局）で薄めてある。

本品は定量するとき、その 1 g は 10000 ~ 15000 脂肪消化力単位を含む。

性状 本品は淡黄褐色～淡黄灰色の粉末で、わずかに特異なにおい及び味がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール、アセトン又はエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液（1 25）1 mL をとり、あらかじめオリブ油乳化液 5 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 2 mL を入れた試験管に加え、よく振り混ぜ、37 ℃ で 30 分間放置する。これにエタノール/アセトン混液（1:1）20 mL を加え、振り混ぜ、プロムクレゾールパープル試液 5 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

純度試験

（1）重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 5.0 mL を加える（50 ppm 以下）。

（2）ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。

乾燥減量 8.0 % 以下（1 g, 105 ℃, 4 時間）。

強熱残分 20.0 % 以下（1 g）。

定量法 本品 0.500 g を正確に量り、冷水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、冷水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。オリブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管（内径 30 mm）に量り、37±0.5 ℃ の恒温槽中に 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5 ℃ で正確に 20 分間放置し、エタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10.0 mL を加え、更にエタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加えて振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定する（AmL）（指示薬：フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴）。別にオリブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管（内径 30 mm）に入れて振り混ぜた後、エタノール/アセトン混液（1:1）10 mL を加え、次に試料溶液 1 mL を正確に加え、振り混ぜる。以下同様に操作して滴定する（BmL）。

本品の脂肪消化力単位（単位/g）

$$= \frac{1}{\text{試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)}} \times (B - A) \times \frac{5}{2} \times f$$

f: 0.05 mol/L 塩酸のモル濃度係数。

ただし、1 脂肪消化力単位は、本品が上記反応条件で 1 分間に 1 マイクロモルの脂肪酸を生成する量とする。

貯法

保存条件 25 ℃ 以下で保存する。

容 器 気密容器 .

109213

ムコールリパーゼ 20

Mucor Lipase 20

本品はケカビ (*Mucor javanicus*) から得た酵素であり、脂肪消化力を有する。通例、デキストリン (日局) 又は乳糖 (日局) で薄めてある。

本品は定量するとき、その 1 g は 20000 ~ 30000 脂肪消化力単位を含む。

性 状 本品は淡黄褐色～淡黄灰色の粉末で、わずかに特異なにおい及び味がある。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール、アセトン又はエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験 本品の水溶液 (1 25) 1 mL をとり、あらかじめオリーブ油乳化液 5 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 2 mL を入れた試験管に加え、よく振り混ぜ、37 ℃ で 30 分間放置する。これにエタノール/アセトン混液 (1:1) 20 mL を加え、振り混ぜ、プロムクレゾールパープル試液 5 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 5.0 mL を加える (50 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

強熱残分 25.0 % 以下 (1 g)。

定 量 法 本品 0.500 g を正確に量り、冷水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、冷水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。オリーブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管 (内径 30 mm) に量り、37±0.5 ℃ の恒温槽中に 10 分間放置した後、試料溶液 1 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を 37±0.5 ℃ で正確に 20 分間放置し、エタノール/アセトン混液 (1:1) 10 mL を加えて振り混ぜる。次に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 10.0 mL を加え、更にエタノール/アセトン混液 (1:1) 10 mL を加えて振り混ぜた後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定する (AmL) (指示薬: フェノールフタレイン試液 2 ~ 3 滴)。別にオリーブ油乳化液 5.0 mL 及びクエン酸・リン酸塩緩衝液 4.0 mL を試験管 (内径 30 mm) に入れて振り混ぜた後、エタノール/アセトン混液 (1:1) 10 mL を加え、次に試料溶液 1 mL を正確に加え、振り混ぜる。以下同様に操作して滴定する (B mL)。

本品の脂肪消化力単位 (単位/g)

$$= \frac{1}{\text{試料溶液 1 mL 中の試料の量 (g)}} \times (B - A) \times \frac{5}{2} \times f$$

f: 0.05 mol/L 塩酸のモル濃度係数。

ただし、1 脂肪消化力単位は、本品が上記反応条件で 1 分間に 1 マイクロモルの脂肪酸を生成する量とする。

貯 法

保存条件 25 ℃ 以下で保存する。

容 器 気密容器。

106602

無水酢酸ナトリウム

Anhydrous Sodium Acetate

CH₃COONa

C₂H₃NaO₂: 82.03

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ナトリウム (C₂H₃NaO₂) 99.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末又は塊で、においはないか、又はわずかに酢酸臭があり、清涼な塩味があり、わずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、エタノール又は氷酢酸にやや溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 10) は酢酸塩の定性反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 10) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 2.5 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 8.0 ~ 9.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) カルシウム及びマグネシウム 本品 4.0 g を水 25 mL に溶かし、これに塩化アンモニウム 6 g、強アンモニア水 20 mL 及び亜硫酸ナトリウム溶液 (1 10) 0.25 mL を加えて溶かし、0.01 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定するとき、その量は 0.5 mL 以下である (指示薬: メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬 0.1 g)。ただし、滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かし、希硫酸 5 mL を加えて煮沸し、0.002 mol/L 過マンガン酸カリウム液 0.50 mL を加え、更に 5 分間煮沸するとき、液の赤色は消えない。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 130 ℃, 2 時間)。

定 量 法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位

差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 8.203 mg $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$

貯 法

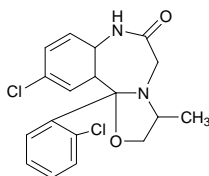
保存条件 25 ℃ 以下で保存する.

容 器 気密容器.

108610

メキサゾラム

Mexazolam



$C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$: 363.24

本品を乾燥したものは定量するとき, メキサゾラム ($C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$) 98.5 % 以上を含む.

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない.

本品は氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく, アセトンにやや溶けやすく, メタノール又はエーテルにやや溶けにくく, 無水エタノールに溶けにくく, 水にほとんど溶けない.

本品のアセトン溶液 (1 : 50) は旋光性を示さない.

本品は光によって徐々に着色する.

融点: 約 191 ℃ (分解).

確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 10 mL に溶かし, 塩酸 1 滴を加えた後, この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき, 液は黄緑色の蛍光を発する.

この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき, 液の蛍光は直ちに消える.

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 100000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 241 ~ 245 nm に吸収の極大を示し, 230 ~ 234 nm に吸収の極小を示す.

(3) 本品を乾燥し, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3180 cm^{-1} , 1682 cm^{-1} , 1412 cm^{-1} 及び 758 cm^{-1} 付近に吸収を認める.

(4) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色 ~ 青緑色を呈する.

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (243 nm): 325 ~ 355 (0.01 g, メタノール, 1000 mL).

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をメタノール 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え, 時々振り混ぜながら 1 時間放置した後, ろ過する. ろ液 25 mL をとり, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし検液とする. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を加える (0.007 % 以下).

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20

ppm 以下).

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下).

(5) 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を用いて行う. 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 2 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする. この液 1 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 風乾後, 直ちに *n* ヘプタン/酢酸エチル/イソプロパノール混液 (8 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.5 g を精密に量り, 氷酢酸 50 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 36.324 mg $C_{18}H_{16}Cl_2N_2O_2$

貯 法

保存条件 遮光して保存する.

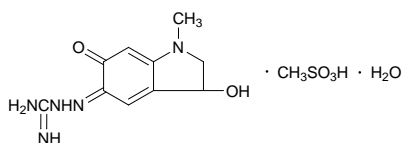
容 器 気密容器.

100301

メシル酸アドレノクロムモノアミノグアニジン

Adrenochromemonoaminoguanidine Mesilate

アドレノクロムモノアミノグアニジン メタンスルホン酸塩, メシル酸アドレノクロムグアニルヒドラゾン



$C_{11}H_{17}N_5O_5S \cdot H_2O$: 349.36

本品を乾燥したものは定量するとき, メシル酸アドレノクロムモノアミノグアニジン ($C_{11}H_{17}N_5O_5S$: 331.35) 98.0 ~ 101.5 % を含む.

性 状 本品は赤色 ~ 帯黄赤色の結晶又は結晶性の粉末で, においはなく, 味は苦い.

本品は水又はギ酸に溶けやすく, メタノール, 氷酢酸又はエタノールに溶けにくく, 無水酢酸, 酢酸エチル, エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない.

融点: 190 ~ 199 ℃ (分解).

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL に塩化第二鉄試液 2 ~ 3 滴を加えるとき, 液は暗赤色を呈する.

(2) 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて煮沸するとき, 発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青

変する。

(3) 本品の水溶液(1 200000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 347 ~ 351 nm に吸収の極大を示す。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (349 nm): 753 ~ 797 (乾燥後, 0.05 g, 水, 10000 mL)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし, 10 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 30 mL を加えて溶かすとき、液は赤色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) 鉄 本品 0.5 g を強熱し、残留物に塩酸 2 mL を加え、水浴上で加熱して溶かす。冷後、水 10 mL を加え、過硫酸アンモニウム溶液(3 100) 1 mL を加え、よく振り混ぜ、水を加えて 20 mL とし、チオシアン酸アンモニウム試液 2 mL を加えて混和するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 鉄標準液 2.5 mL に、塩酸 2 mL を加え、同様に操作する。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液(10:3:2)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。この薄層板をヨウ素蒸気を満たした槽中に 3 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 6.0 % 以下(0.5 g, 100 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 1 mL を加えて溶かした後、非水滴定用氷酢酸 20 mL 及び無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

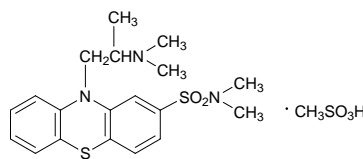
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.567 mg $C_{19}H_{25}N_3O_2S_2$

貯法 容器 気密容器。

101908

メシル酸ジメトチアジン

Dimetotiazine Mesilate



$C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$: 487.66

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メシル酸ジメトチアジン($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$) 98.0 % 以上を含む。
性状 本品は淡黄色の粉末で、においはなく、味は極めて苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール、エタノール、アセトン又はクロロホルムに溶けやすく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は相対湿度約 80 % 以上の空气中に長く放置するとき、徐々に潮解して分解し、黄褐色~赤褐色の粘稠な液となる。

本品の水溶液(1 50)の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

融点: 約 170 $^{\circ}$ C (分解)。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は淡赤色を呈し、放置するとき、徐々に赤色となる。この液を 2 分し、一部を加熱するとき、だいたい褐色を経て濃褐色となる。他の一部に重クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、液は緑褐赤色を呈する。

(2) 本品 1.0 g に水 3 mL を加えて溶かし、硝酸 1 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈し、濃赤色の沈殿を生じ、振り混ぜるとき、沈殿は溶け、液の色は薄いだいたい黄色に変わる。

(3) 本品の水溶液(1 500) 5 mL にライネック塩試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.2 g に水 2 mL を加えて溶かし、炭酸カリウム 2 g を加えた後、エーテル 10 mL ずつで 2 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、蒸発乾固する。残留物にメタノール 2 mL を加えて溶かし、これをあらかじめ 50 $^{\circ}$ C に加温したピクリン酸のメタノール溶液(1 25) 10 mL に加えた後、冷却しながらガラス棒で内壁をこすり、結晶が析出し始めてから 3 時間放置する。結晶をろ取し、メタノールで洗い、デシケーター(減圧, シリカゲル)で乾燥するとき、その融点は 172 ~ 176 $^{\circ}$ C である。

(5) 本品の水溶液(1 10) 10 mL に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びエーテル 50 mL を加えて振り混ぜ、水層を分取し、この水層をエーテル 10 mL ずつで 2 回洗浄した後、硝酸 5 mL を加えて水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 10 mL を加えて再び水浴上でほとんど蒸発乾固した後、更に砂浴上で注意して蒸発乾固し、残留物の色がほとんどなくなるまで加熱する。冷後、残留物に水 5 mL 及び塩酸 1 mL を加えて溶かし、塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(6) 本品の水溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 236 nm 及び 261 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かすとき、液はほとんど澄明で、色は次の比較液より濃くない(ただし直射日光を避ける)。

比較液: クロム酸カリウム 0.194 g に水を加えて溶かし、1000 mL とする。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(5 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/強アンモニア水混液(90:10:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより小さくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、水 20 mL を加えて溶かし、直ちに水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、エーテル 50 mL ずつで 2 回抽出し、エーテル抽出液を合わせ、水 5 mL ずつで洗液がフェノールフタレイン試液を加えても赤色を呈しなくなるまで洗い、エーテル層を分取し、脱脂綿を用いてろ過し、60 °C の水浴上で窒素気流中で蒸発乾固する。残留物に非水滴定用アセトン 30 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: プロムクレゾールグリーン・塩化メチルロザニリン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の暗青色が赤紫色を経て、青紫色に変わるときとする。別に非水滴定用アセトン 30 mL につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 48.77 \text{ mg } \text{C}_{19}\text{H}_{25}\text{N}_3\text{O}_2\text{S}_2 \cdot \text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

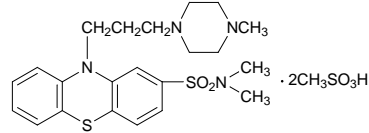
容器 気密容器。

107262

メシル酸チオプロペラジン

Thiopropazine Mesilate

ジメタンスルホン酸チオプロペラジン



$\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S} : 638.84$

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸チオプロペラジン($\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、クロロホルムに溶けにくい。

本品の水溶液(1 10)の pH は 1.5 ~ 2.5 である。

本品はわずかに吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

融点: 約 227 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を分液漏斗に入れ、水 15 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム溶液(3 10) 2 mL を加えた後、エーテル 50 mL で抽出する〔水層は確認試験(2)に用いる〕。抽出液を水 10 mL で洗った後、無水硫酸ナトリウム 2 g を加えて振り混ぜ、脱脂綿を用いてろ過し、エーテルを留去し、残留物をデシケーター(減圧、五酸化リン)で 2 時間乾燥するとき、その融点は 140 ~ 145 °C である。

(2) (1) の水層を分取し、水浴上で約 5 mL となるまで蒸発し、硝酸 5 mL を加えて、水浴上で蒸発乾固する。残留物に希硝酸 10 mL を加え、再び水浴上で加熱してほとんど蒸発乾固した後、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物の色がほとんどなくなるまで加熱する。冷後、残留物に水 5 mL 及び塩酸 1 mL を加えて溶かし、塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 236 nm 及び 264 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 5 mL を加えて溶かし、更に無水酢酸 45 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 31.942 \text{ mg } \text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}_2 \cdot 2\text{CH}_3\text{O}_3\text{S}$$

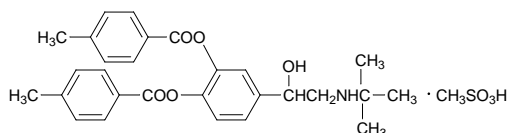
貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

100975

メシル酸ピトルテロール

Bitolterol Mesilate


 $C_{28}H_{31}NO_5 \cdot CH_4O_3S : 557.66$

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸ピトルテロール ($C_{28}H_{31}NO_5 \cdot CH_4O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール、氷酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、無水エタノールにやや溶けにくく、水又は酢酸エチルに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の無水エタノール溶液 (1 → 100) 1 mL に塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 → 10) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜた後、希塩酸 2 mL 及び希塩化第二鉄試液 2 mL を加えるとき、液は暗赤紫色を呈する。

(2) 本品の無水エタノール溶液 (1 → 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 244 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3400 cm^{-1} , 1745 cm^{-1} , 1615 cm^{-1} , 1255 cm^{-1} 及び 1180 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(4) 本品 0.02 g をとり、薄めた強過酸化水素水 (1 → 5) 10 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解し、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた後、強過酸化水素水 1 mL を加えて振り混ぜ、検液とする。検液は硫酸塩の定性反応を呈する。

融点 177 ~ 183 °C。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をメタノール 30 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: 0.01 mol/L ヨウ素液 5 mL に水を加えて 250 mL とし、この液 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とする。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。

これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液 (16 : 4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、酢酸エチル 100 mL を加えて穏やかに振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 30 mL を加えて直ちに 2 分間振り混ぜ、5 分間静置した後、酢酸エチル抽出液を分取する。水層は更に酢酸エチル 30 mL ずつで同様に 2 回抽出し、全酢酸エチル抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 3 回洗った後、あらかじめ酢酸エチルで潤した脱脂綿でろ過する。次に少量の酢酸エチルで脱脂綿を洗い、洗液はろ液に合わせ、水浴上で空気を送りながら濃縮して 1 ~ 2 mL とした後、水浴から下ろして更に空気を送りながら蒸発乾固する。

残留物に氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるするときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

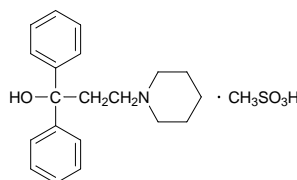
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 55.77 mg $C_{28}H_{31}NO_5 \cdot CH_4O_3S$

貯法 容器 密閉容器。

009300

メシル酸プリジノール

Pridinol Mesilate


 $C_{20}H_{25}NO \cdot CH_4O_3S : 391.52$

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸プリジノール ($C_{20}H_{25}NO \cdot CH_4O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の微粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、水又はエタノールにやや溶けにくく、アセトンに溶けにくく、エーテル又は石油エーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 → 50) の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) (1) 本品の水溶液 (1 → 500) 1 mL にライネック塩試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.1 g に水 5 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 2 mL を加えるとき、沈殿を生じる。沈殿をろ取りし、水洗後 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 120 ~ 121 °C である。

(3) 本品 0.1 g を磁製するつぼに入れ、硝酸カリウム 0.3 g を加えてよく混ぜ、注意して融解する。これに水 2 ~ 3 mL を加えて少し煮沸し、硝酸バリウム試液 1 mL を加えるとき、乳白色の沈殿を生じる。

(4) 本品の水溶液 (1 : 2500) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 254 nm 及び 256 ~ 259 nm に吸収の極大を、262 ~ 265 nm に吸収の肩を示す。それぞれの極大波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 0.85 ~ 0.89 である。

融点 160 ~ 162 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g にメタノール 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液として試験を行う。比較液はメタノール 30 mL、希硝酸 6 mL、0.01 mol/L 塩酸 0.4 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g にメタノール 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし試験を行う。比較液はメタノール 30 mL、希塩酸 1 mL、0.005 mol/L 硫酸 0.4 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.3 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 10 mL に溶かし、無水酢酸 40 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.152 mg $C_{20}H_{25}NO \cdot CH_3O_3S$

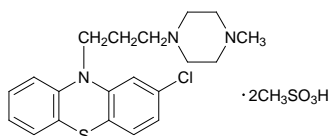
貯法 容器 気密容器。

105611

メシル酸プロクロルペラジン

Prochlorperazine Mesilate

メタンスルホン酸プロクロルペラジン



$C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2CH_3O_3S$: 566.15

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸プロクロルペラジン ($C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2CH_3O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色 ~ 微黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水又は氷酢酸に極めて溶けやすく、メタノール又は無水酢酸にやや溶けにくく、無水エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

融点 : 約 242 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は赤色を呈する。この液を加温するとき、濃赤紫色に変わる。

(2) 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし、硝酸 0.4 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈し、放置するとき、液の色は淡黄色に変わる。

(3) 本品 0.1 g を水 5 mL に溶かし、8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム 5 mL ずつで 3 回抽出する〔水層は (5) の試験に用いる〕。クロロホルム抽出液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加え、加温して溶かし、この液を 50 °C に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 75) 30 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取りし、少量のメタノールで洗った後、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 252 ~ 258 °C (分解) である。

(4) 本品の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 257 nm 及び 304 ~ 310 nm に吸収の極大を示し、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極小を示す。

(5) (3) の水層 2 mL をとり、塩酸を加えて酸性とし、これに塩化バリウム試液 0.5 mL を加えても澄明で濁りを生じない。残りの水層をろ取りし、強過酸化水素水 5 滴を加えて蒸発乾固し、徐々に強熱して灰化する。冷後、残留物に水 4 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL を加え、塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

pH 本品 0.2 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 2.0 ~ 3.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液 : 0.01 mol/L ヨウ素液 1 mL に水を加えて 10 mL とする。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/ジエチルアミン混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、氷酢

酸 5 mL に溶かし、無水酢酸 45 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 28.308 \text{ mg } C_{20}H_{24}ClN_3S \cdot 2CH_3CO_2S$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

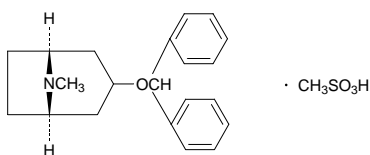
容器 気密容器。

100804

メシル酸ベンツトロピン

Benztropine Mesilate

メタンスルホン酸ベンツトロピン


 $C_{21}H_{25}NO \cdot CH_3O_3S : 403.53$

本品を乾燥したものは定量するとき、メシル酸ベンツトロピン ($C_{21}H_{25}NO \cdot CH_3O_3S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないが、又はずかにかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水又はクロロホルムに極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、酢酸エチルに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品はやや吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 1 mg に発煙硝酸 0.2 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。これを水浴上で蒸発乾固し、冷後、黄褐色の残留物にアセトン 2 mL を加えて溶かすとき、液は黄色を呈し、更に水酸化カリウム・エタノール試液 0.5 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.2 g に水 15 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 5 mL を加え、酢酸エチル 10 mL ずつで 2 回抽出する。全酢酸エチル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にヨウ化メチル 0.5 mL を加え、30 分間放置した後、析出した結晶をろ取り、酢酸エチル 50 mL ずつで数回洗い、105 °C で 5 時間乾燥するとき、その融点は 252 ~ 254 °C である。

(3) 本品 0.03 g に硝酸ナトリウム 0.1 g 及び無水炭酸ナトリウム 0.1 g を加えてよくかき混ぜ、徐々に強熱し、冷後、残留物に希塩酸 2 mL 及び水 10 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過し、ろ液に塩化バリウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

融点 141 ~ 145 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、水 25 mL を加えて溶かし、炭酸ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 10 mL ずつで 4 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、水 10 mL で洗い、洗液はクロロホルム 5 mL で抽出し、前後のクロロホルム抽出液を合わせ、あらかじめクロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いてろ過し、脱脂綿はクロロホルム 5 mL で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する (指示薬: メチルレッド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

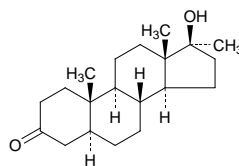
$$0.01 \text{ mol/L 過塩素酸} \cdot \text{ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 4.035 \text{ mg } C_{21}H_{25}NO \cdot CH_3O_3S$$

貯法 容器 気密容器。

009308

メスタノロン

Mestanolone


 $C_{20}H_{32}O_2 : 304.47$

本品を乾燥したものは定量するとき、メスタノロン ($C_{20}H_{32}O_2$) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は微黄色を呈する。この液に注意して水 2 mL を加えるとき、液は淡黄色になる。

(2) 本品 0.05 g に酢酸セミカルバジド試液 3 mL を加え、還流冷却器を付け、2 時間激しく煮沸する。冷後、生じた沈殿をろ取り、石油ベンジン 10 mL ずつで 4 回、次に水 5 mL ずつで 4 回洗い、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 233 ~ 236 °C である。

(3) 本品及びメスタノロン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとメスタノロン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +7 \sim +12^\circ$ (乾燥後, 0.4 g, クロロホルム 20 mL, 100 mm)。

融点 191 ~ 195 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、エタノール 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸を均等に噴霧して加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.05 g を精密に量り、内部標準溶液としてプロゲステロン標準品のメタノール溶液 (3 1000) を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にメスタノロン標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、内部標準溶液を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 8 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の内部標準物質及びメスタノロンのピーク高さを測定し、内部標準物質のピーク高さに対するメスタノロンのピーク高さの比 H_T 及び H_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メスタノロン (C}_{20}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{メスタノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{H_T}{H_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm, 長さ 100 cm のガラス管にジメチルシリコンゴムを 149 ~ 177 μ m のジメチルジクロロシラン処理したガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度：210 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

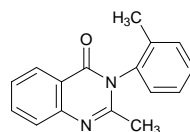
流量：毎分約 60 mL の一定量で、メスタノロン、内部標準物質の保持時間が、それぞれ約 6 分及び約 11 分になるように調整する。

貯法 容器 気密容器。

009303

メタカロン

Methaqualone

C₁₆H₁₄N₂O : 250.30

本品を乾燥したものは定量するとき、メタカロン

(C₁₆H₁₄N₂O) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は氷酢酸又はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールにやや溶けやすく、エーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール 2 mL を加えて溶かし、アルコール性 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 1 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱するとき、液は赤だいたい色を呈する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 224 ~ 228 nm, 263 ~ 267 nm 及び 303 ~ 308 nm に吸収の極大を示す。

融点 114 ~ 118 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) アントラニル酸及び *o*-トルイジン 本品 0.50 g をとり、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。別にアントラニル酸 0.010 g にメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、アントラニル酸標準溶液とする。また、*o*-トルイジン 0.050 g にメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、この 5 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、*o*-トルイジン標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液、アントラニル酸標準溶液及び *o*-トルイジン標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に水飽和のエーテルを展開溶媒とし、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後、100 $^{\circ}$ C で 30 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポットは、それぞれの標準溶液から得たスポットと同じ位置に認めないか、又は認めてもそれよりも濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：塩化メチルロザニリン試液 2 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.030 mg $C_{16}H_{14}N_2O$

貯法 容器 気密容器。

103929

メタケイ酸アルミン酸マグネシウム

Magnesium Aluminometasilicate

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酸化アルミニウム (Al_2O_3 : 101.96) 29.1 ~ 35.5 % , 酸化マグネシウム (MgO : 40.30) 11.4 ~ 14.0 % 及び二酸化ケイ素 SiO_2 : 60.08) 29.2 ~ 35.6 % を含む。

性状 本品は白色の粉末又は粒で、におい及び味はない。

本品は水又はエタノールにほとんど溶けない。

本品 1 g を希塩酸 10 mL と加熱するとき、大部分溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に薄めた硫酸 (1 : 3) 5 mL を加え、白煙が発生するまで加熱し、冷後、水 20 mL を加えてろ過する。残留物は確認試験 (3) に用いる。ろ液にアンモニア試液を加えて中性とし、生じた沈殿をろ過する。ろ液は確認試験 (2) に用いる。残留物に希塩酸を加えて溶かした液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

(2) 確認試験 (1) のろ液はマグネシウム塩の定性反応 (2) を呈する。

(3) 確認試験 (1) の残留物を水 30 mL で洗い、メチレンブルー溶液 (1 : 10000) 2 mL を加え、次に水 30 mL で洗うとき、沈殿は青色を呈する。

純度試験

(1) 可溶性塩 本品 10.0 g に水 150 mL を加え、15 分間よく振り混ぜながら穏やかに煮沸する。冷後、水を加えて 150 mL とし、遠心分離して得た澄明な液 75 mL をとり、これに水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、更に 700 °C で 2 時間加熱するとき、その量は 0.020 g 以下である。

(2) アルカリ (1) の試料溶液 20 mL をとり、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき、液は無色である。

(3) 塩化物 (1) の試料溶液 10 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.75 mL を加える (0.053 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (1) の試料溶液 2 mL をとり、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g に水 20 mL 及び塩酸 3 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物に希酢酸 2 mL 及び水 20 mL を加え、2 分間煮沸した後、ろ過し、残留物を水 5 mL ずつで 2 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、塩酸ヒドロ

キシルアミン 0.15 g を加え、沸騰するまで加熱する。冷後、酢酸ナトリウム 0.15 g 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3 mL を水浴上で蒸発乾固し、鉛標準液 3.0 mL、塩酸ヒドロキシルアミン 0.15 g、酢酸ナトリウム 0.15 g、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (30 ppm 以下)。

(6) 鉄 本品 0.20 g に希硝酸 8 mL を加えて 1 分間煮沸し、冷後、水を加えて 50 mL とし、遠心分離する。上澄液 25 mL を正確に量り、水を加えて 50 mL とし、過硫酸アンモニウム 0.05 g 及びチオシアン酸アンモニウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置するとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：鉄標準液 3.0 mL に希硝酸 4 mL 及び水を加えて 50 mL とし、同様に操作する。

(7) ヒ素 本品 0.40 g に水 10 mL 及び硫酸 1 mL を加え、よく振り混ぜる。冷後、これを検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 20.0 % 以下 (1 g, 110 °C, 7 時間)。

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37±2 °C で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品の換算した乾燥物 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 210 mL 以上である。

定量法

(1) 二酸化ケイ素 本品約 1 g を精密に量り、希塩酸 30 mL を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物を塩酸で潤し、再び水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸 8 mL を加えてかき混ぜ、更に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜる。静置した後、上澄液を定量用ろ紙を用いてろ過し、残留物に熱湯 10 mL を加えてかき混ぜ、上澄液を傾斜してろ紙に移してろ過する。更に残留物は同様に熱湯 10 mL ずつで 3 回洗った後、残留物に水 50 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱する。残留物をろ紙に移し、洗液が塩化物の反応を呈しなくなるまで熱湯で洗い、残留物をろ紙とともに白金のつぼに入れ、強熱して灰化し、更に 775 ~ 825 °C で 1 時間強熱する。冷後、質量を量り、二酸化ケイ素 (SiO_2) の量とする。

(2) 酸化アルミニウム 本品約 0.5 g を 100 mL の三角フラスコに精密に量り、希塩酸 3.5 mL 及び水 30 mL を加え、水浴上で 15 分間加熱する。更に塩酸 3.5 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱する。冷後、250 mL のメスフラスコに移し、三角フラスコは水で洗い、洗液及び水を加えて 250 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液 20 mL を正確に量り、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 20 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 8 mL 及び水 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール 50 mL を加え、0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する（指示薬：ジチゾン試液 2 mL）。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL = 1.0196 mg Al_2O_3

(3) 酸化マグネシウム 定量法(2)の試料溶液 50 mL を正確に量り、水 50 mL 及びトリエタノールアミン溶液(1-2) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液で滴定する(指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が 30 秒間持続する青色を呈するときとする。

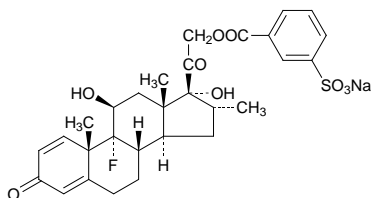
0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.8061 mg MgO

貯法 容器 気密容器。

101742

メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム

Dexamethasone Sodium *m* Sulfobenzoate



$C_{29}H_{32}FNaO_9S$: 598.61

本品を乾燥したものは定量するとき、メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム($C_{29}H_{32}FNaO_9S$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールに溶けやすく、水又はエタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

融点: 約 260 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg をエタノール 40 mL に溶かし、2,6-ジ第三ブチル *p*-クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応を呈する。

(3) 本品の水溶液(1:100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品及びメタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとメタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びメタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム標準品をエタノールに溶かした後、エタノールを蒸発

し、残留物につき、同様の試験を行う。

(5) 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物を水 5 mL に溶かし、必要ならば過するとき、液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰: +130 ~ +140° (乾燥後, 0.05 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.10 g に水 20 mL を加え、加温して溶かし、冷却した液の pH は 5.0 ~ 8.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 20 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 他のステロイド 本品 0.020 g をエタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液(3:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 4.5 % 以下(0.2 g, 105 °C, 3 時間)。

定量法 本品及びメタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 236 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム

($C_{29}H_{32}FNaO_9S$) の量 (mg)

= メタスルホ安息香酸デキサメタゾンナトリウム

標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

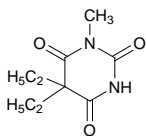
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104135

メタルピタール

Metharbital

 $C_9H_{14}N_2O_3$: 198.22

本品を乾燥したものは定量するとき、メタルピタール ($C_9H_{14}N_2O_3$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール又はエーテルにやや溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.15 g に水酸化ナトリウム溶液 (1 : 125) 5 mL を加え、2 分間振り混ぜて溶かす。この液 1 mL に硝酸銀試液 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、これにアンモニア試液 0.2 mL を加えるとき、沈殿は溶ける。

(2) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 243 ~ 247 nm に吸収の極大を示す。

融点 151 ~ 155 °C

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.5 g にメタノール 15 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にメタノール 15 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.038 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 250) を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 250) を加えて正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 250) を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 250) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 244 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

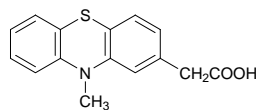
$$\text{メタルピタール (C}_9\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{417} \times 50000$$

貯法 容器 密閉容器。

104213

メチアジン酸

Metiazinic Acid

 $C_{15}H_{13}NO_2S$: 271.33

本品を乾燥したものは定量するとき、メチアジン酸 ($C_{15}H_{13}NO_2S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色の粉末で、におい及び味はなく、あとに刺激感を残す。

本品はアセトン、クロロホルム又はジクロルメタンに溶けやすく、メタノール、エタノール、エーテル又は無水酢酸にやや溶けやすく、水にはほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 5 mL を加えて溶かすとき、液は紅色を呈し、放置するとき、徐々に濃赤色となる。この液 2 mL をとり直火で加熱するとき、液は暗赤色となる。

別にこの液 2 mL をとり、重クロム酸カリウム試液 1 滴を加えるとき、液は濃黄緑色を経て帯赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.02 g にエタノール 2 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、帯紫桃色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g に希水酸化ナトリウム試液 4 mL を加えて溶かし、水 6 mL 及び塩化カルシウム溶液 (1 : 100) 1 mL を加えるとき、黄白色の沈殿を生じる。

(4) 本品のエタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 253 ~ 256 nm 及び 307 ~ 317 nm に吸収の極大を示し、波長 276 ~ 284 nm に吸収の極小を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法によりスペクトルを測定するとき、波数 3050 cm^{-1} 、1700 cm^{-1} 、1588 cm^{-1} 及び 753 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

融点 143 ~ 146 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にアセトン 5 mL を加えて溶かすとき、液は微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 30 mL を加え、ときどき振り混ぜながら 30 分間放置した後、セルロースメンブランフィルター (0.45 μm) を用いてろ過する。ついで残留物及び容器に水 10 mL を加えて洗い、ろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.007 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 25 mL を加え、ときどき振り混ぜて 30 分間放置した後、ガラスフィルター (G 4) を用いてろ過する。ついで残留物及び容器に水 10

mL を加えて洗い、ろ過する。ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸 1 mL 及びエタノール 10 mL を加え、水で 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (15 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、アセトンを加えて溶かし、10 mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用 5 オキシ 10 メチル 2 フェノチアジニル酢酸 5 mg をとり、アセトンを加えて溶かし、50 mL とし標準溶液とする。

この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にベンゼン/酢酸エチル/ギ酸混液 (14 : 5 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過塩素酸溶液 (1 : 2) を均等に噴霧し、110 $^{\circ}$ C で加熱するとき、試料溶液から得たスポットは赤色を呈し、単一か、又は他に認めても標準溶液から得たスポットと同一の R_f 値を示し、また、そのスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 五酸化リン, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、アセトン 100 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、窒素気流中 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。別にアセトン 100 mL に水 20 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 27.133 mg $C_{15}H_{13}NO_2S$

貯法

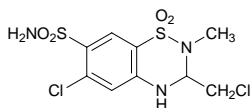
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104150

メチクロチアジド

Methylclothiazide



$C_9H_{11}Cl_2N_3O_4S_2$: 360.24

本品を乾燥したものは定量するとき、メチクロチアジド ($C_9H_{11}Cl_2N_3O_4S_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトンに溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

融点 : 約 220 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg をとり、ギ酸ナトリウム試液 2 滴を加え、直火で穏やかに加熱して蒸発した後、更に内容物が炭化し始めるまで加熱する。冷後、薄めた硫酸 (1 : 2) 5 滴を加え、フェリシアン化第二鉄試液で潤したろ紙で管口を覆い、試験管を直火で加熱するとき、発生するガスは、ろ紙を青変する。

(2) 本品 0.01 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かし、2 分間直火で加熱する。冷後、希硝酸 3 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。また、本品 5 mg にクロモトロボ酸試液 5 mL を加えて 5 分間放置するとき、液は紫色を呈しない。

(3) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム溶液 (1 : 5) 5 mL を加えて、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後、水 5 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL をとり、強過酸化水素水 3 滴、薄めた塩酸 (1 : 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 0.5 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 223 ~ 227 nm 及び 265 ~ 269 nm に吸収の極大を示し、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極小を示す。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 30 mL, 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g にアセトン 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液はアセトン 30 mL, 希塩酸 1 mL, 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) 4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル m ベンゼンジスルホンアミド 本品約 0.5 g を精密に量り、メタノールを加えて必要ならば加温して溶かし、冷後、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に、4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル m ベンゼンジスルホンアミド約 0.1 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 1 mL を正確に量り、25 mL のメスフラスコに入れ、1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 1000) 1 mL を正確に加えて混和し、5 分間放置する。スルファミン酸アンモニウム溶液 (1 : 200) 2 mL を正確に加え、時々振り混ぜながら 5 分間放置する。 N 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液 (1 : 1000) 1 mL 及び酢酸ナトリウム溶液 (17 : 125) 10 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 25 mL とした液につき、メタノールを用いて同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 525 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル m
 ベンゼンジスルホンアミド ($C_7H_{10}ClN_3O_2S_2$) の量 (mg)
 = 4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル m ベンゼン

$$\text{ジスルホンアミドの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.1$$

4 アミノ 6 クロロ N^3 メチル m ベンゼンジスルホンアミドの量 (%) は 1.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、250 mL のフラスコに入れ、水酸化カリウム・メタノール溶液 (1 : 20) 40 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 1 時間加熱する。冷後、還流冷却器を水 20 mL 及びメタノール 20 mL で 2 回洗い、洗液はフラスコ中に合わせる。氷酢酸 10 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀で紅色を呈するまで滴定する。(指示薬: エオシン試液 2 滴)。

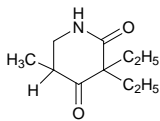
$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀 } 1 \text{ mL} = 36.024 \text{ mg } C_9H_{11}Cl_2N_3O_2S_2$$

貯法 容器 密閉容器。

009307

メチプリロン

Methyprylon



$C_{10}H_{17}NO_2$: 183.25

本品を乾燥したものは定量するとき、メチプリロン ($C_{10}H_{17}NO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なおいがあり、味は極めて苦い。

本品はエタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、エーテルに溶けやすく、水にやや溶けやすい。

確認試験

(1) 本品 0.05 g に水 5 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて振り混ぜた後、フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えて紫外線 (主波長 365 nm) 下で観察するとき、液は緑色の蛍光を発する。

(2) 本品のエタノール溶液 (1 : 500) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 294 ~ 298 nm に吸収の極大を示し、波長 252 ~ 256 nm に吸収の極小を示す。

融点 74.0 ~ 77.5 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にエタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g にエタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマ

トグラフ用シリカゲルを用いて、調整した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (7 : 3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧し、105 °C で 5 分間加熱するとき、黄色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 8 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水 60 mL 及び水酸化カリウム試液 10 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L アルカリ性フェリシアン化カリウム液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴加速度は予想される終点の 1 ~ 2 mL 手前から 0.2 mL ずつを加え、正確に 3 分間後の電位を読む。

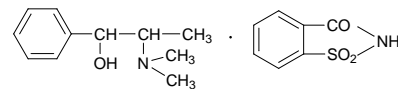
$$0.1 \text{ mol/L アルカリ性フェリシアン化カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 9.162 \text{ mg } C_{10}H_{17}NO_2$$

貯法 容器 気密容器。

101981

dl メチルエフェドリンサッカリン塩

dl Methylephedrine Saccharinate



$C_{11}H_{17}NO \cdot C_7H_5NO_3S$: 362.44

本品を乾燥したものは定量するとき、dl メチルエフェドリン ($C_{11}H_{17}NO$: 179.26) 48.5 ~ 50.0 % 及びサッカリン ($C_7H_5NO_3S$: 183.18) 49.5 ~ 51.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は初め甘く、後に苦い。

本品は水、エタノール又はアセトンに溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 30) 1 mL に硫酸銅試液 0.2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 5) 2 mL を加えるとき、液は青紫色を呈する。この液にエーテル 2 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、エーテル層は赤紫色、水層は青色となる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 30) 30 mL に塩酸 1 mL を加えるとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。沈殿をろ取り、水 5 mL ずつで 2 回洗った後、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 226 ~ 230 °C である。

融点 129 ~ 132 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 液性 (1) の液は中性である。

(3) 重金属 本品 2.0 g を水 40 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び水を加えて 60 mL とし、器壁をガラス棒でこすり、結晶を析出させる。1 時間放置した後、乾燥ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 30 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験

を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) 安息香酸塩又はサリチル酸塩 本品の水溶液 (1 30) 10 mL に酢酸 5 滴及び塩化第二鉄試液 3 滴を加えるとき、沈殿を生じない。また、液は紫色を呈しない。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。48 ~ 50 ℃ で 10 分間放置するとき、液の色は、色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1 g, 100 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) dl メチルエフェドリン 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、氷酢酸 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 17.926 mg $C_{11}H_{17}NO$

(2) サッカリン 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、アセトン 50 mL に溶かし、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液で滴定する (指示薬: チモールブルー・ジメチルホルムアミド試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

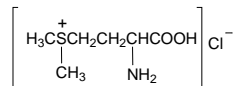
0.1 mol/L ナトリウムメトキシド液 1 mL
= 18.318 mg $C_7H_5NO_3S$

貯法 容器 密閉容器。

009312

メチルメチオニンスルホニウムクロライド

Methylmethioninesulfonium Chloride



$C_6H_{14}ClNO_2S$: 199.70

本品を乾燥したものは定量するとき、メチルメチオニンスルホニウムクロライド ($C_6H_{14}ClNO_2S$) 98.5 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水に極めて溶けやすく、無水エタノール、アセトン又はエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 20) の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

本品の水溶液 (1 50) は旋光性を示さない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、1 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 50) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) メチオニン 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜ、ニトロプルシドナトリウム試液 0.3 mL を加え、よく振り混ぜ、35 ~ 40 ℃ の水浴中で 10 分間放置する。次いで氷水中で 2 分間冷却し、この液に希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤だいたい色を呈しない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、水 70 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸 1 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、第 1 変曲点と第 2 変曲点の間の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量より求める。

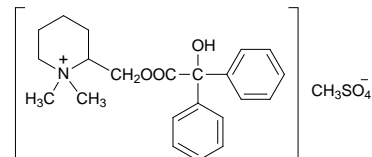
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 19.970 mg $C_6H_{14}ClNO_2S$

貯法 容器 気密容器。

009313

メチル硫酸ベボニウム

Bevonium Methylsulfate



$C_{23}H_{31}NO_7S$: 465.56

本品を乾燥したものは定量するとき、メチル硫酸ベボニウム ($C_{23}H_{31}NO_7S$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水、メタノール又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、アセトンに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 20) 1 mL に硫酸 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 20) 2 mL に塩酸ヒドロキシルアミン試液* 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、1 mol/L 塩酸試液 6 mL 及び塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 40) 4 mL にネスラー試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、黄色綿状の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム 0.4 g 及びエタノール 2 mL を加え、蒸発したエタノールを補いながら水浴中

で 30 分間加熱した後、水 10 mL を加える。冷後、塩酸を加えて酸性とし、塩化バリウム試液 2 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(5) 本品の水溶液(1 5000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

(6) 本品及びメチル硫酸ベゴニウム標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとメチル硫酸ベゴニウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びメチル硫酸ベゴニウム標準品をアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

融点 133 ~ 136 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色 ~ 微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.019 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(6) ピリジン 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム溶液(1 10) 10 mL を加えて溶かし、加熱するとき、ピリジン臭を発生しない。また、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品及びメチル硫酸ベゴニウム標準品を乾燥し、その約 0.25 g ずつを精密に量り、それぞれに水を加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2.5 mL ずつを正確に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、チオシアン酸コバルト試液 10 mL を正確に加えて混和し、クロロホルム 15 mL を正確に加えて 10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。それぞれの上層を除き、下層のクロロホルム液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 620 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メチル硫酸ベゴニウム ($C_{23}H_{37}NO_7S$) の量 (mg)

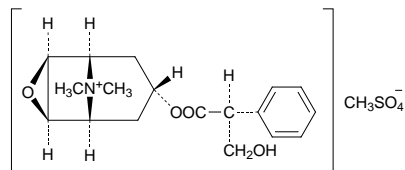
$$= \text{メチル硫酸ベゴニウム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

104400

メチル硫酸 N メチルスコポラミン

N Methylscopolamine Methylsulfate



$C_{19}H_{27}NO_6S$: 429.48

本品を乾燥したものは定量するとき、メチル硫酸 N メチルスコポラミン ($C_{19}H_{27}NO_6S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、氷酢酸、メタノール又はジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、アセトンに溶けにくく、クロロホルムに極めて溶けにくい。

本品の水溶液(1 50)の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

融点: 173 ~ 177 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg に発煙硝酸 3 滴を加えて、水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物にジメチルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド溶液(1 4) 5 ~ 6 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1 1000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 252 nm, 256 ~ 258 nm 及び 262 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品 0.02 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよく混ぜ、加熱して融解する。融解物に水 10 mL を加え塊が崩壊するまで煮沸した後ろ過する。ろ液に臭素試液 2 滴を加えて煮沸し、塩酸を加えて酸性とし、更に煮沸して臭素を除いた液は硫酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 [α]_D²⁰: -20.0 ~ -23.0°(乾燥後, 0.5 g, 水 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノール 10 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 5 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットし、風乾する。次にメタノール/1 mol/L 塩酸混液(9:1)を展開溶媒とし約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、だいたい赤色の単一のスポットを認め、これと異なる位置にスポットを認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

- (1) イオン交換樹脂 強塩基性陰イオン交換樹脂 (100 ~ 200 メッシュ) 50 g をとり、2 mol/L 塩酸 500 mL を加えて 16 時間放置した後、上澄液を除き、次に洗液が酸性を示さなくなるまで水洗する。
- (2) クロマトグラフ柱 内径約 10 mm、長さ約 20 cm のクロマトグラフ管を用い、これにイオン交換樹脂を流し込み約 6 cm の層とする。
- (3) 操作法 本品を乾燥し、その 0.5 g を精密に量り、水 10 mL を加えて溶かし、クロマトグラフ柱に入れる。1 分間 1 mL の流速で流出させ、更にクロマトグラフ柱を水 10 mL ずつで 5 回洗い、流出液及び洗液を合わせる。この液を 40 ℃ の水浴中で水を減圧留去し、残留物に非水滴定用水酢酸 15 mL を加えて溶かした後、無水酢酸 35 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。別に、非水滴定用水酢酸 15 mL 及び無水酢酸 35 mL をとり、空試験を行い、補正する。

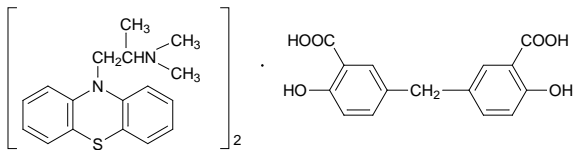
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.95 mg $C_{15}H_{27}NO_5S$

貯法 容器 気密容器。

105620

メチレンジサリチル酸プロメタジン

Promethazine Methylenedisalicylate



$C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$: 857.09

本品を乾燥したものは定量するとき、メチレンジサリチル酸プロメタジン ($C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$) 98.0 % 以上を含む。

性状

本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水酢酸に溶けやすく、メタノール又はアセトンに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって着色する。

融点：約 211 ℃ (分解)。

確認試験

- (1) 本品 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は紅色を呈し、放置するとき、徐々に濃赤色となる。この液を直火で加熱するとき、液は褐色を経て赤紫色となる。
- (2) 本品 0.05 g を希塩酸 1 mL に溶かし、水 10 mL を加えて振り混ぜ、エーテル 20 mL で抽出する。この水層に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて振り混ぜ、エーテル 20 mL で抽出する。エーテル抽出液を水 10 mL で 2 回洗った後、水浴上で蒸発乾固する。残留物にメタノール 2 mL を加えて溶かし、この液を 50 ℃ に加温したピクリン酸のメタノール溶液 (1 : 25) 1 mL に加えて 1 時間放置する。析出した結晶をろ取り、少量のメタノールで洗った後、デシケーター (減圧、シリカゲル) で 2 時間乾燥するとき、

その融点は 158 ~ 162 ℃ (分解) である。

- (3) (2) のエーテル層をとり、水 10 mL で 2 回洗った後、水浴上で蒸発乾固し、残留物をエタノール 5 mL に溶かし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は黒紫色を呈する。

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

- (2) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.20 g をメタノール/ジエチルアミン混液 (19 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/アセトン/ジエチルアミン混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得たプロメタジン (R_f 値約 0.55) 及びメチレンジサリチル酸 (原点) のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たプロメタジンのスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 ℃, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水酢酸 20 mL に溶かし、アセトン 20 mL を加え、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：プロムクレゾールグリン・塩化メチルロザニリン試液 4 滴)。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が鮮やかな青紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 21.427 mg $C_{34}H_{40}N_4S_2 \cdot C_{15}H_{12}O_6$

貯法

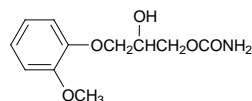
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

009314

メトカルバモール

Methocarbamol



$C_{11}H_{15}NO_3$: 241.24

本品を乾燥したものは定量するとき、メトカルバモール ($C_{11}H_{15}NO_3$) 98.0 ~ 101.5 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、水又はエーテルに溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品のエタノール溶液(1 : 25000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 273 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3440 cm^{-1} , 3310 cm^{-1} , 1670 cm^{-1} , 1605 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} , 1220 cm^{-1} , 770 cm^{-1} , 745 cm^{-1} 及び 725 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 4.5 ~ 8.0 である。

融点 93.5 ~ 97.5 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 40 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える(0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 25 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(1 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメトカルバモール以外のピークの合計面積は、標準溶液のメトカルバモールのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量、カラムの選定及び面積測定範囲は定量法の操作条件を準用する。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(2 g)。

定量法 本品及びメトカルバモール標準品を乾燥し、その約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトカルバモールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メトカルバモール ($\text{C}_{11}\text{H}_{15}\text{NO}_5$) の量 (mg)

$$= \text{メトカルバモール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 p アミノアセトフェノンのメタノール溶液(1

2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：274 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：pH 4.5 のリン酸塩緩衝液/メタノール混液(3 : 1)

流量：メトカルバモールの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：メトカルバモール及びグアイフェネシン 0.05 g ずつを移動相 50 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、グアイフェネシン、メトカルバモールの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

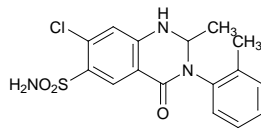
面積測定範囲：メトカルバモールの保持時間の 0.5 以上からメトカルバモールの保持時間までの範囲

貯法 容器 気密容器。

108241

メトラゾン

Metolazone



$\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$: 365.83

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、メトラゾン ($\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状

本品は白色~微黄白色の粉末である。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、ピリジンにやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノールに溶けにくく、水又はエーテルにほとんど溶けない。

融点：252 ~ 264 °C(分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(1 : 10000) 2 mL に紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、液は青色の蛍光を発する。この液 1 mL に希硫酸 1 mL を加え、同様に照射するとき、液は黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてかき混ぜ、注意して融解するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス試験紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL に強過酸化水素水 4 滴、薄めた塩酸(1 : 5) 10 mL 及び塩化バリウム試液 4 ~ 5 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) (2) のろ液 4 mL に希硝酸 5 mL 及び硝酸銀試液 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品のメタノール溶液(1 : 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm 及び 342 ~ 346 nm に吸収の極大を示

し、269 ~ 273 nm に吸収の肩を示し、298 ~ 302 nm に吸収の極小を示す。

(5) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3370 cm^{-1} 、3290 cm^{-1} 、1656 cm^{-1} 、1610 cm^{-1} 、1515 cm^{-1} 、1331 cm^{-1} 、1229 cm^{-1} 、1163 cm^{-1} 、1009 cm^{-1} 及び 959 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.5 g をジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.90 mL に希硝酸 6 mL 及びジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を用いる (15 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.060 g をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメトラゾン以外のピーク合計面積は、標準溶液のメトラゾンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液 (37 : 13) を移動相 A とし、水/メタノール混液 (17 : 8) を移動相 B とする。試料注入後 9 分間は移動相 A を送液し、9 分後から次の 9 分間は移動相 A から移動相 B への直線濃度勾配制御により送液し、その後は移動相 B を送液する。

流量：メトラゾンの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.03 g 及びパラオキシ安息香酸メチル 0.01 g を移動相 A 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、メトラゾンの順に溶出し、その分離度が 9 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たメトラゾンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からメトラゾンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.20 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、ピリジン 50 mL に溶かし、窒素気流中で 0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

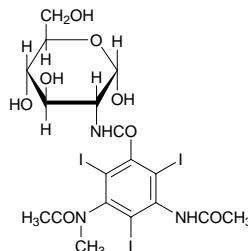
0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 36.583 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{I}_3\text{N}_3\text{O}_8$

貯法 容器 気密容器。

108242

メトリザミド

Metrizamide



$\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{I}_3\text{N}_3\text{O}_8$: 789.10

本品を乾燥したものは定量するとき、メトリザミド ($\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{I}_3\text{N}_3\text{O}_8$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けやすく、アセトニトリルに溶けにくく、エーテル、クロロホルム、石油エーテル又はヘキサンにほとんど溶けない。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液又は炭酸水素ナトリウム試液に溶ける。

本品は吸湿性である。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 20) 2 ~ 5 滴をフェーリング試液 5 mL に加えて煮沸するとき、赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g をとり、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(4) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1650 cm^{-1} 、1532 cm^{-1} 、1504 cm^{-1} 、1389 cm^{-1} 、1371 cm^{-1} 、1259 cm^{-1} 及び 1031 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +17.5 ~ +18.8 $^{\circ}$ (乾燥後, 0.5 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 10 mL, 2 時間放置後, 100 mm)。

pH 本品 3.5 g に炭酸水素ナトリウム溶液 (1 : 20000) を加えて溶かし、10 mL とした液の pH は 6.9 ~ 7.9 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.20 g に水 15 mL を加えて溶かし、5 分間冷却する。5 mol/L 塩酸試液 1.25 mL 及び亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL を加えて振り混ぜた後、4 分間冷却する。次にスルファミン酸アンモニウム溶液 (1 : 25) 1 mL を加えて振り混ぜ、1 分間放置した

後、*N* 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸試液 1 mL 及び水を加えて正確に 25 mL とする。この液につき、同様に操作して得た空試験液を対照とし、波長 495 nm における吸光度を測定するとき、0.21 以下である。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 1.5 g をとり、塩化物試験法により操作し、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える。

(4) ヨウ素 本品 0.20 g に水 4 mL 及び 0.5 mol/L 硫酸試液 0.5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL を加えてよく振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

乾燥減量 6.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 5 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL を加えて溶かし、亜鉛末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に氷酢酸 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 26.303 mg $C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$

貯法

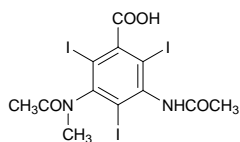
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104219

メトリゾ酸

Metrizoic Acid



$C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$: 627.94

本品を乾燥したものは定量するとき、メトリゾ酸 ($C_{12}H_{11}I_3N_2O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水又はエタノールに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品はアンモニア試液、水酸化ナトリウム試液又は炭酸水素ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.5 g をとり、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(2) 本品 0.5 g に炭酸水素ナトリウム試液 10 mL を加えるとき、泡立ってガスを発生し溶ける。

(3) 本品の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (1

125000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 238 ~ 242 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その 2 mg をとり、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3180 cm^{-1} , 1714 cm^{-1} , 1643 cm^{-1} , 1617 cm^{-1} , 1390 cm^{-1} 及び 1373 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 芳香族第一アミン 本品 0.10 g を 25 mL のメスフラスコにとり、ジメチルホルムアミド 5 mL を加えて溶かし、更に水 5 mL を加え、よく振り混ぜた後、氷水中に 5 分間放置する。これに希塩酸 1 mL を加えてよく振り混ぜ、亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL を加え、よく振り混ぜ、氷水中に 3 ~ 4 分間放置する。これにスルファミン酸溶液 (1 : 25) 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、氷水中に 1 分間放置し、次に *N* 1 ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩試液 1 mL を加え、更にジメチルホルムアミドを加えて正確に 25 mL とする。この液につき、同様にして得た空試験液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 470 nm における吸光度を測定するとき、その吸光度は次の比較液より大きくない。

比較液：芳香族第一アミン測定用 3 アミノ 5 (*N* メチルアセトアミド) 2 β トリヨード安息香酸標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その 0.10 g を正確に量り、ジメチルホルムアミド 5 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、25 mL のメスフラスコに入れ、ジメチルホルムアミド 5 mL 及び水 3 mL を加え、以下同様に操作する。

(3) 可溶性ハロゲン化物 本品 0.5 g に薄めたアンモニア試液 (1 : 40) 20 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL を加えて振り混ぜ、5 分間放置した後、ろ過し、ろ液をネスラー管にとる。残留物を水 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、これに水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、以下塩化物試験法を準用する。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL をとり、薄めたアンモニア試液 (1 : 40) 20 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(4) ヨウ素及びヨウ化物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かし、希硫酸 2 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、ガラスろ過器 (G 4) を用いて吸引ろ過し、水 5 mL ずつで 2 回洗った後、ろ液及び洗液を合わせ、これにクロロホルム 3 mL を正確に加え、振り混ぜるとき、クロロホルム層は無色である (ヨウ素)。

更にこの水層に亜硝酸ナトリウム溶液 (1 : 50) 1 mL を加えて振り混ぜた後、クロロホルム層を観察するとき、クロロホルム層の赤紫色は次の比較液より濃くない。

比較液：ヨウ化カリウム 0.131 g を正確に量り、水を加えて溶かし正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水酸化ナトリウム試液 2 mL 及び希硫酸 2 mL を加え、以下同様に操作する (ヨウ化物 : 0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 2.0 g をろつばにとり、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL 及び強過酸化水素水 1.5 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、以下、第 3 法により操作して検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.30 g をとり、強アンモニア水のメタノール溶液 (1 : 100) を加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、強アンモニア水のメタノール溶液 (1 : 100) を加えて正確に 25 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、強アンモニア水のメタノール溶液 (1 : 100) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エーテル/ギ酸/メタノール混液 (11 : 5 : 2 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、けん化フラスコに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 20) 30 mL を加えて溶かし、亜鉛末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 1 時間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合せる。この液に氷酢酸 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬: テトラブロムフェノールフタレインエチルエステル試液 1 mL)。ただし、滴定の終点は沈殿の黄色が緑色に変わるときとする。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 20.931 mg $C_{13}H_{14}N_2O_3$

貯法

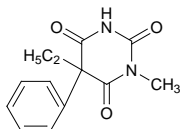
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104083

メフオバルピタール

Mephobarbital



$C_{13}H_{14}N_2O_3$: 246.26

本品を乾燥したものは定量するとき、メフオバルピタール ($C_{13}H_{14}N_2O_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセトン又は

クロロホルムにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、エタノールに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

本品の飽和水溶液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加えて溶かし、硝酸カリウム 5 mg を加えて振り混ぜ、10 分間放置するとき、液は黄褐色を呈する。

(2) 本品 0.05 g に pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 2 ~ 3 滴及び薄めたピリジン (1 : 10) 5 mL を加えて溶かし、クロロホルム 5 mL 及び硫酸銅試液 0.3 mL を加えるとき、水層に淡紫色の沈殿を生じ、振り混ぜるとき、クロロホルム層は紫色を呈する。

(3) 本品 0.2 g に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(4) 本品 0.4 g に無水炭酸ナトリウム 0.1 g 及び水 4 mL を加えて振り混ぜ、*p*-ニトロ塩化ベンジル 0.3 g をエタノール 20 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 30 分間加熱する。次いで氷冷しながら 2 時間放置し、析出した結晶をろ取し、水酸化ナトリウム試液 7 mL 及び水少量で洗い、エタノールから再結晶し、105 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥するとき、その融点は 115 ~ 119 $^{\circ}$ C である。

融点 177 ~ 181 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.40 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にアセトン 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.036 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.40 g にアセトン 40 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 40 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、エタノール/ジメチルホルムアミド混液 (5 : 2) 70 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。別にエタノール/ジメチルホルムアミド混液 (5 : 2) 70 mL に水 14 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

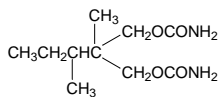
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 24.626 mg C₁₀H₁₄N₂O₄

貯法 容器 密閉容器。

104030

メブタメート

Mebutamate



C₁₀H₂₀N₂O₄ : 232.28

本品を乾燥したものは定量するとき、メブタメート (C₁₀H₂₀N₂O₄) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール又はアセトンに溶けやすく、エーテル又は無水酢酸にやや溶けやすく、水に溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品 0.5 g に硫酸 5 mL を加えて徐々に加熱し、発生するガスを水酸化カルシウム試液中に通じるとき、液は混濁する。
- (2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。
- (3) 本品 0.5 g に無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて溶かし、時々振り混ぜながら室温で 30 分間放置した後、激しくかき混ぜながら水 50 mL 中に注ぐ。折出した結晶をろ取し、酢酸のにおいがなくなるまで水で洗い、60 °C で 2 時間減圧乾燥するとき、その融点は 144 ~ 147 °C である。

融点 88 ~ 92 °C

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、アセトン 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL、アセトン 10 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.014 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 2.5 g をとり、エタノール 20 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.5 mL にエタノール 20 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にシクロヘキサン/エタノール混液 (4 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、100 °C で 10 分間乾燥するとき、黒色の単一のスポットを認める。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g、減圧、五酸化リン、60 °C、3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、塩酸 40 mL を加え、還流冷却器を付け、90 分間加熱する。次に水浴上で約 10 mL になるまで蒸発濃縮する。冷後、水 50 mL 及びメチルレッド試液 2 滴を加え、冷却しながら 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液を指示薬が変色し始めるまで加える。次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が黄色を呈するまで中和し、これに薄めたホルマリン (1 : 2) 30 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で再び液が黄色を呈するまで滴定する (A)。次にフェノールフタレイン試液 8 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (B)。同様の方法で空試験を行う (A 及び B)。(A + B) - (A + B) からメブタメート (C₁₀H₂₀N₂O₄) の量を計算する。

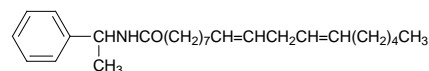
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 11.614 mg C₁₀H₂₀N₂O₄

貯法 容器 気密容器。

108605

メリナミド

Melinamide



C₂₆H₄₁NO : 383.61

本品は定量するとき、メリナミド (C₂₆H₄₁NO) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色澄明の粘性の液で、敗油臭でないわずかに特異なおいがあり、味はない。

本品は無水エタノール、アセトン、氷酢酸、クロロホルム、エーテル又はトルエンと混和し、水又はエチレングリコールにほとんど溶けない。

本品は旋光性を示さない。

本品は空気によって変化する。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g を無水エタノール 5 mL に溶かし、*p* ジメチルアミノベンズアルデヒドの氷酢酸溶液 (1 : 50) 10 mL 及び硫酸 2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品 0.5 g にオクチルアルコール 5 mL 及び水酸化カリウム 0.2 g を加え、アンプルに入れ、アンプル内の空気を窒素で置換した後、密封し、油浴中 180 °C で 5 時間加熱する。冷後、ヘキサン 10 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、上層及び下層をそれぞれ分取する。上層 5 mL をとり、臭素試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、試液の色は直ちに消える。また、上層 5 mL をとり、溶媒を留去した後、残留物にメタノール 5 mL 及び硫酸 2 滴を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 30 分間加熱する。冷後、この液 2 mL をとり、塩酸ヒドロキシルアミンのメタノール溶液 (1 : 15) 5 mL 及び水酸化カリウムのメタノール溶液 (1 : 5) 3 mL を加え、

40 ℃ で 1 時間加温する。冷後、ろ過し、ろ液に希塩酸 5 mL を加え、次いで塩化第二鉄試液 1 mL 及びトルエン 5 mL を加え、激しく振り混ぜるとき、トルエン層は赤紫色を呈する。

(3) (2) の下層 10 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 20 mL 及びトルエン 20 mL を加え、5 分間激しく振り混ぜた後、トルエン層をとり、これに 2,4-ジニトロフルオルベンゼン試液 5 mL 及びホウ酸ナトリウム溶液 (1 : 30) 1 mL を加えて振り混ぜ、60 ℃ で 1 時間加温する。冷後、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、激しく振り混ぜるとき、トルエン層は黄色を呈する。

(4) 本品の無水エタノール溶液 (1 : 2000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 254 nm, 257 ~ 260 nm, 263 ~ 266 nm, 266 ~ 269 nm 及び 278 ~ 282 nm に吸収の極大を、波長 254 ~ 257 nm, 261 ~ 264 nm, 265 ~ 268 nm 及び 275 ~ 279 nm に吸収の極小を示す。

屈折率 n_D^{20} : 1.506 ~ 1.510

比重 d_4^{20} : 0.931 ~ 0.940

ヨウ素価 127.0 ~ 135.0

純度試験

(1) 酸 本品 1.0 g を中和エタノール 50 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.54 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(2) 過酸化物 300 mL の共栓フラスコにクロロホルム 10 mL を入れ、フラスコ中の空気を窒素 (日局) で置換する。別に本品 0.50 g を小ガラス容器にとり、フラスコ中に容器とともに入れ、静かに振り混ぜる。これに飽和ヨウ化カリウム溶液 1 mL 及び氷酢酸 20 mL を加えてすばやく密栓し、1 分間振り混ぜた後、遮光して 5 分間放置する。次に水 75 mL を加え、激しく振り混ぜた後、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量は 0.50 mL 以下である。

(3) 塩化物 本品 1.0 g を無水エタノールに溶かし、50 mL とする。この液に硝酸銀の無水エタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加えるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 0.01 mol/L 塩酸 0.28 mL に無水エタノールを加えて 50 mL とし、硝酸銀の無水エタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加える。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(6) 遊離アミン 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて 1 分間激しく振り混ぜた後、静置し、クロロホルム層を除く。水層に水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びトルエン 10 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜた後、静置し、トルエン層をとる。水層にトルエン 10 mL を加え、同様に操作した後、トルエン層を合わせ、ネスラー管に移し、ホウ酸ナトリウム溶液 (1 : 30) 1 mL 及び 2,4-ジニトロフルオルベンゼン試液 5 mL

を加えて振り混ぜ、60 ℃ で 1 時間加温する。冷後、塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とし、1 分間激しく振り混ぜた後、静置するとき、トルエン層の液の色は次の比較液のトルエン層の液の色より濃くない。

比較液: 本品の代わりに α -メチルベンジルアミン試液 2 mL を用いて同様に操作する。

(7) 類縁物質 本品 0.050 g をアセトン 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりメリナミド以外のピークの総面積を求めるとき、3.5 % 以下である。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、キャリアーガス及び流量は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 希釈した試料溶液 (1 : 10) 3 μ L から得たメリナミドのピーク高さがフルスケールの 50 ~ 100 % になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からメリナミドの保持時間の約 2 倍の範囲

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びメリナミド標準品のそれぞれ約 0.05 g を精密に量り、それぞれに内標準溶液 25 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメリナミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メリナミド ($C_{26}H_{41}NO$) の量 (mg)

$$= \text{メリナミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液, ジナフチルエーテルのアセトン溶液 (1 : 500)。密栓して冷暗所に保存する。

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 2 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 270 ℃ 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: メリナミドの保持時間が約 14 分になるように調整する。

貯法

保存条件 空気を窒素 (日局) で置換する。

容器 密封容器。

104107

メリロートエキス

Melilot Extract

本品は定量するとき、クマリン ($C_9H_6O_2$: 146.14) として 0.6 ~ 1.8 % を含む。

製法 セイヨウエビラハギ *Melilotus officinalis* Lam. 又は *Melilotus altissimus* Thuill. (*Leguminosae*) の葉及び花をとり、30 vol % エタノールを浸出剤として、エキス剤の製

法により軟エキスとする。

性状 本品は褐色～暗褐色の軟エキスで、特異な芳香があり、味はわずかに苦い。

本品は水に混濁して溶ける。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品 0.5 g に水 10 mL を加えて振り混ぜた後、エタノール 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にクマリン標準品 0.06 g をとり、エタノール 50 mL に溶かした後、この液 5 mL をとり、水 10 mL を加え、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 30 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/クロロホルム混液 (1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに水酸化ナトリウム・エタノール試液を均等に噴霧し、10 分間放置した後、紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た数個のスポットのうち 1 個のスポットは、標準溶液から得た青緑色の蛍光を発するスポットと色調及び R_f 値が等しい。次にジアゾ試液を噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、だいたい色を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.40 g を強熱して灰化し、希塩酸 3 mL を加えて加温した後、ろ過し、残留物は水 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過し、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 3 mL を量り、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (50 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

乾燥減量 30.0 % 以下 (2 g, 105 $^{\circ}$ C, 9 時間)。

灰分 15.0 % 以下 (2 g)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に分液漏斗にとり、エーテル 25 mL ずつで 6 回抽出する。抽出中に乳濁物が生じた場合は、メタノール数滴を加えて溶かす。全エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 5 g を加えてよく振り混ぜ、脱脂綿を用いてろ過する。容器及び脱脂綿上の無水硫酸ナトリウムをエーテル 15 mL ずつで 3 回洗い、ろ過する。全ろ液を合わせ、水浴上で減圧留去し、残留物にメタノールを加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にクマリン標準品約 0.10 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 mL, 10 mL 及び 15 mL を正確にとり、メタノールを加えて、それぞれ正確に 200 mL とし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 273 nm における吸光度 A_T , A_{S1} , A_{S2} 及び A_{S3} を測定する。標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液 200 mL 中のクマリン含量 (mg) を求める。

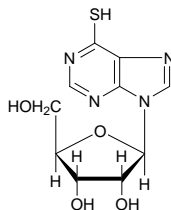
貯法 容器 気密容器。

107260

6メルカプトプリンリボシド

6 Mercaptopurine Riboside

チオイノシン



$C_{10}H_{12}N_4O_5S$: 284.29

本品を乾燥したものは定量するとき、6メルカプトプリンリボシド ($C_{10}H_{12}N_4O_5S$) 98 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末又は針状の結晶で、おいはほとんどなく、味は苦い。

本品は水に溶けにくく、メタノールに極めて溶けにくく、氷酢酸、エタノール、アセトン、エーテル、クロロホルム、*n*ブタノールにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 500) の pH は 4.5 ~ 5.5 である。

融点: 206 ~ 216 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 2000) 100 mL にデンブリン試液 4 mL を加え、ヨウ素試液を滴加するとき、液の青色は消える。

(2) 本品 3 mg 及び金属ナトリウム 0.05 g をとり、試験管に入れ、注意して徐々に赤熱するまで加熱する。冷後、メタノール 0.5 mL を加え、更に水 1 mL を加えて煮沸するまで加熱する。この液をろ過し、ろ液に塩酸 2 ~ 3 滴を加えて酸性とし、注意しながら加熱するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

(3) 本品の水溶液 (1 : 1000) 2 mL にオルシンのエタノール溶液 (1 : 10) 0.2 mL を加え、次いで、硫酸第二鉄アンモニウム・塩酸溶液 (1 : 1000) 3 mL を加え、水浴中で 20 分間加熱するとき、緑色を呈する。

(4) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 319 ~ 323 nm に吸収の極大を示す。

旋光度 [α]_D: -67.5 ~ -71.5 $^{\circ}$ (乾燥後, 2 g, 希水酸化ナトリウム試液, 100 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 20 mL を加え、50 ~ 60 $^{\circ}$ C の水浴中で加温して溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g に水 20 mL を加えて溶かし試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 4 μL を薄層クロマトグラフ用セルロース*を用いて調製した薄層板にスポットする。次に n-ブタノール/5 mol/L 酢酸混液 (2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、単一のスポットを認める。
乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、pH 4.4 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて加温して溶かし正確に 2000 mL とし、試料溶液とする。別に 6-メルカプトプリンリボシド標準品約 0.01 g を精密に量り、pH 4.4 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて加温して溶かし、正確に 2000 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 320 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

6-メルカプトプリンリボシド ($C_{10}H_{12}N_4O_5S$) の量 (mg)

$$= 6 \text{ メルカプトプリンリボシド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104069

メンフェゴール

Menfegol

本品はテルペン油を異性化及び還元したものにフェノールとエチレンオキシドを反応して得られた重合体である。

本品は定量するとき、メンフェゴール 95.0 ~ 105.0 % を含む。

性状 本品は無色～淡黄色の澄明な粘性の液で、低温で濁りを生じることがある。本品はわずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、エタノール、エーテル又は四塩化炭素に極めて溶けやすく、水にやや溶けやすい。

比重：約 1.08

確認試験

(1) 本品 0.02 g に四塩化炭素 5 mL を加えて溶かし、硫酸 0.5 mL を加えてよく振り混ぜるとき、下層は黄色を呈し、これにホルマリン 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、下層は赤褐色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 274 ~ 276 nm 及び 281 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 1.0 g に水 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、その pH を測定するとき、5.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 強熱残分の項で得た残留物に塩酸 2 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、熱湯 10 mL を加えて 2 分間加温する。次にフェノールフタレイン試液 1 滴を加え、アンモニア試液を液が微赤色とな

るまで滴加し、希酢酸 2 mL を加え、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。

比較液は硫酸 5 滴及び塩酸 2 mL を水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸 3 滴で潤し、以下検液の調製法と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離フェノール 本品 5.0 g に水 100 mL を加え、かき混ぜながら加温して溶かし、冷後、分液漏斗に移し、pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 20 mL, 4-アミノアンチピリン溶液 (1 : 50) 3 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 2 mL を加えてよく振り混ぜる。3 分間放置した後、クロロホルム 20 mL を加え抽出する。クロロホルム層に無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて振り混ぜた後、少量の脱脂綿を用いてろ過する。ろ液にクロロホルムを加えて 25 mL とする。液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：フェノール溶液 (1 : 2000000) 100 mL を分液漏斗にとり、同様に操作する。

水分 1.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

起泡力 本品 2.50 g に水を加え、かき混ぜながら 40 °C で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。(図 1) に示す起泡力測定装置の B 部を垂直に立て 40 ± 1 °C の水をポンプより外筒に循環させて一定温度に保つ。試料溶液を同温度に保ちながら、その 50 mL を B の管壁に沿って静かに側面全体を潤すように流し込む。次に A (容量 200 mL) に同温度の試料溶液 200 mL を加え、A の下端を B 部の液面から 90 cm の高さに保持し、A の活栓を開いたとき試料溶液が約 30 秒間で流出するようにし、かつ液滴が B 部液面の中心に落ちるようにして流下させる。全部の液が流出した後、直ちに泡の量 (目測でならした高さ mm) を測るとき、100 mm 以上である。

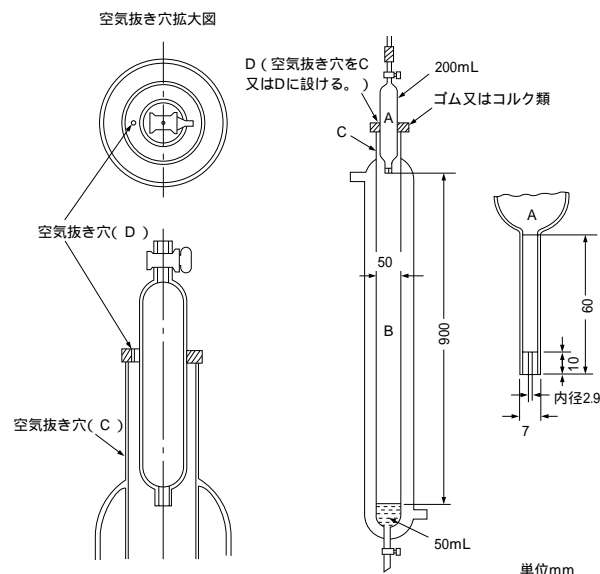


図 1 起泡力測定装置

曇点 本品 1.0 g に水を加え、かき混ぜながら 40 ℃ で加温して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液を試験管（内径 24 mm）に 50 mm の高さまで入れ、温度計の水銀球の下端が試験管の底部より 15 mm 上になるようにし、約 25 ℃ の水を入れたピーカー中に固定する（図 2）。試料溶液をかき混ぜながらピーカーを加温し、予想した曇点より約 5 ℃ 低い温度からゆるやかに加温し、更によくかき混ぜる。試料溶液が急激に白濁するときの温度は 53 ~ 73 ℃ である。

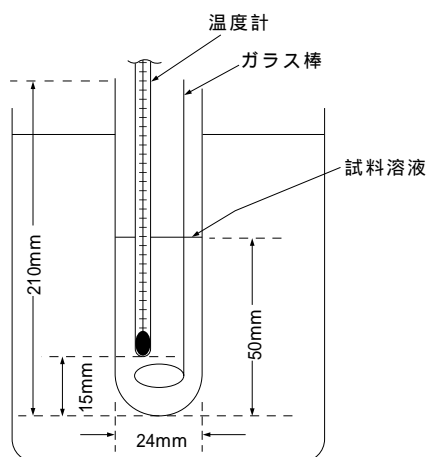


図2 曇点測定装置

比表面張力 本品 2.50 g に水を加え、かき混ぜながら 40 ℃ で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とし、栓をして 20 ± 0.2 ℃ の恒温槽に 20 分間放置し、試料溶液とする。あらかじめ試料溶液で 2 回洗った滴数計（図 3）に試料溶液を満し、 20 ± 0.2 ℃ の恒温槽中に固定した U 字管内に垂直に保持し（図 4）、試料溶液の液面が標線 a から標線 b まで（容積 5 mL）降下する間に落下した全滴数を測定する。落下した試料溶液が正確に上下標線間の容積に一致しないときは、別に標線上下の目盛と滴数との関係を求めて全滴数を上下標線間の容積に補正するものとする。補正の際、精度は 0.1 滴とする。滴の落下速度は毎分 12 ± 2 滴に調整する。測定温度は ± 0.2 ℃ の範囲内で一定とする。別に水を用いて同様の測定を行い、次式により比表面張力を求めるとき $0.445 \sim 0.505$ である。

$$\text{比表面張力} = \frac{\text{水の滴数}}{\text{試料溶液の滴数}}$$

定量法 本品約 0.14 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にナフタレン約 0.16 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、その 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。更にその 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、メタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 275 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

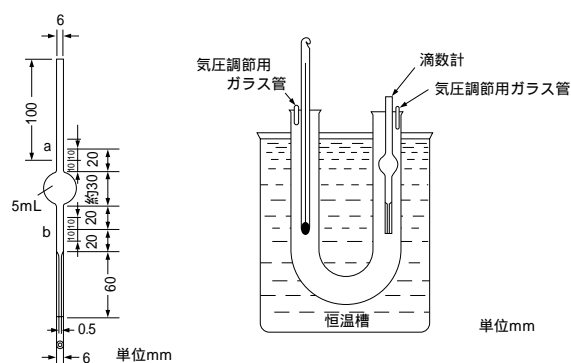


図3 滴数計

図4 比表面張力測定装置

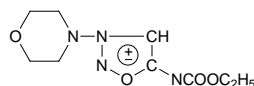
$$\begin{aligned} & \text{メンフェゴールの量 (mg)} \\ & = \text{ナフタレンの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 16.89 \times \frac{1}{20} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

009450

モルシドミン

Molsidomine



$C_9H_{14}N_2O_4$: 242.23

本品を乾燥したものは定量するとき、モルシドミン ($C_9H_{14}N_2O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、おおいではない。

本品は水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール、エタノール又は酢酸エチルにやや溶けやすく、水又はアセトンにやや溶けにくく、エーテル又は石油エーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品のクロロホルム溶液 (1 : 40000) 10 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液 5 mL 及びブロムクレゾールグリーン・水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、激しく振り混ぜて放置するとき、クロロホルム液は黄色を呈する。
- (2) 本品 0.02 g にヒドロキシリアミン試液 1 mL 及び希水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて溶かし、水溶液中で 1 分間加熱する。冷後、この液に塩化第二鉄・酢酸試液 1 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。
- (3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 283 ~ 287 nm に吸収の極大を示す。

融点 $138 \sim 142$ ℃

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて 200 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液(5:4:1)の上層液を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 60 $^{\circ}$ C, 6 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.24 g を精密に量り、非水滴定用氷酢酸 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.223 mg $C_9H_{10}N_4O_8$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

104337

モンサントエンザイム

Monsanto enzyme

本品は枯草菌(*Bacillus Subtilis* var. T.M.)を放射線照射して得た変異株から得た酵素を含むもので、たんぱく分解作用を有する。本品 1 mg は 1500 モンサントエンザイム単位以上を含む。

本品を乾燥したものは定量するとき、表示単位の 90 ~ 120 % を含む。

性状 本品は灰褐色の粉末で、特徴のある芳香があり、味はほとんどない。

本品は水に溶けやすく、無水エタノール又はアセトンにほとんど溶けない。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 7.0 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 24 時間)。

強熱残分 18 % 以下(1 g)。

定量法

(1) カゼイン溶液 あらかじめ乳製カゼインを粉末とし、デシケーター(シリカゲル)で恒量になるまで乾燥し、その 2.0 g を量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 75 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とする。

(2) チロジン標準溶液 チロジン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 10 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。

(3) 試料溶液 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸カルシウム溶液(1 : 10000)を加えて溶かし、その 1 mL 中に、表示単位に従い約 80 単位を含む溶液を調製する。

(4) 操作法 試料溶液 1 mL を正確に量り、正確にカゼイン溶液 1 mL を加えて 37 $^{\circ}$ C で 10 分間放置した後、トリクロル酢酸溶液(3 : 50) 2 mL を加えて振り混ぜ、37 $^{\circ}$ C で 20 分間放置する。この液をろ過し、ろ液 1 mL を正確に量り、正確に無水炭酸ナトリウム溶液(3 : 50) 5 mL 及び薄めたフォリン試液(1 : 3) 1 mL を加えて振り混ぜ、37 $^{\circ}$ C で 20 分間放置した後、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_T を測定する。別に試料溶液 1 mL を正確に量り、正確にトリクロル酢酸溶液(3 : 50) 2 mL を加えて 37 $^{\circ}$ C で 20 分間放置した後、正確にカゼイン溶液 1 mL を加えて振り混ぜ、37 $^{\circ}$ C で 10 分間放置し、以下同様に操作して吸光度 A_0 を測定する。またチロジン標準溶液 1 mL を正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液(3 : 50) 5 mL 及び薄めたフォリン試液(1 : 3) 1 mL を正確に加えて振り混ぜ、37 $^{\circ}$ C で 20 分間放置した後、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 660 nm における吸光度 A_S を測定する。

本品 1 mg 中の単位数 = チロジン標準品の量(mg)

$$\times \frac{8V}{\text{試料の採取量(mg)}} \times \frac{A_T - A_0}{A_S}$$

V : 採取した試料を酢酸カルシウム溶液(1 : 10000)に溶かし、試料溶液を調製したときの試料溶液の全容量(mL)。

ただし、定量法によってチロジン 1 μ g に相当する生成物を与える酵素量を 2 モンサントエンザイム単位とする。

貯法 容器 気密容器。

111462

有孢子性乳酸菌

Spore Forming Lactic Acid Bacteria

本品は *Bacillus coagulans* の乾燥した孢子及び生菌菌体又はこれに乳糖、白糖、デキストリン、デンプンなど適当な賦形剤若しくはそれらの混合物を混合して製したものである。

本品は定量するとき、1 g 中に有孢子性乳酸菌の生菌を $5 \times 10^9 \sim 1 \times 10^{12}$ 個含む。

性状 本品は白色~淡褐色の粉末で、わずかに特異なおいがある。

確認試験

(1) スライドグラス上に 1 白金耳量の水をとり、これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり、かき混ぜて懸濁し、適当な大きさに拡げた後、室温又は遠火で乾燥する。次に 2 ~ 3 回小炎の中を通過させて固定した後、「ラクトミン」のグラム染色法の(1)により染色し、これを鏡検するとき、暗青色~青紫色に染まった桿菌を認める。

(2) 乳酸生成能力試験の試料溶液を位相差顕微鏡で鏡検するとき、孢子を認める。

(3) 乳酸生成能力試験の試料溶液 0.1 mL をとり、酵母

エキス液体培地 20 mL に加え、36 ~ 38 °C で 2 日間培養した後、培養液を毎分 2500 ~ 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を分液漏斗にとる。これに希硫酸 5 mL 及びエーテル 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、エーテル層を分取し、水浴上で加温してエーテルを留去する。残留物を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。フェノール溶液 (1 : 100) 10 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加え、これに試料溶液を滴加するとき、液の青紫色は帯緑黄色を経て黄色に変わる。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 3.0 g をケルダールフラスコにとり、水 3 mL 及び硝酸 30 mL を加え、混和した後、液が沸騰するまで穏やかに加熱する。冷後、硫酸 10 mL を加えて加熱し、液が暗褐色になりはじめたら硝酸 5 mL を加え、加熱を続ける。更に硝酸 5 mL を加えて加熱し、液が黄色となるまでこの操作を繰り返す。冷後、強過酸化水素水 5 mL を加えて加熱し、これを 2 回繰り返す。冷後、硝酸 3 mL を加えて加熱し、液が微黄色 ~ 無色になるまでこの操作を繰り返す。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 30 mL を加え、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 30 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL を検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行うとき、次の比較液より濃くない (2 ppm 以下)。

比較液：本品を用いないで同様に操作した後、ろ液 10 mL にヒ素標準液 2.0 mL を加え、以下検液の試験と同様に操作する。

乳酸生成能力試験 本品 1.0 g を正確に量り、生理食塩液を加えて正確に 100 mL とし、よく振り混ぜた後、試料溶液とする。この液 5 mL を正確に量り、生理食塩液を加えて正確に 50 mL とし、よく振り混ぜる。この液 1 mL を正確に量り、酵母エキス液体培地 10 mL を正確に加え、37 ± 1 °C で 45 ~ 51 時間培養した後、生成した乳酸を 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は pH 7.7 とする。生理食塩液 1 mL を正確に量り、同様の方法で空試験を行い、補正する。

本品 1 mg 当たりの 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 10 mL 以上である。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 100 °C, 6 時間)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、100 mL のホモジナイザー用容器に入れ、生理食塩液 25 mL を加え、毎分 15000 回転で 5 分間かき混ぜる。次いで、生理食塩液 10 mL を加え、更に毎分 15000 回転で 5 分間かき混ぜた後、100 mL のメスフラスコに移し、ホモジナイザー用容器は生理食塩液で洗い、洗液は先のメスフラスコに入れ、生理食塩液を加えて 100 mL とする。この液をよく振り混ぜた後、1 mL 中に生菌を 100 ~ 300 個を含む濃度に生理食塩液を加えて希釈し、試料溶液とする。試料溶液を 75 ± 1 °C の水浴中に 30 分間放置した後、直ちに水冷し、この液 1 mL ずつを正確に量り、5 枚の滅菌したペトリ皿に分注する。これに 50 ~ 55 °C に保った有孢子性乳酸菌試験用カンテン培地 15 mL ずつを加えてすばやく混和し、放置して凝固させる。こ

のペトリ皿を倒置して 37 ± 1 °C で 72 時間培養し、出現した集落数を数えて平均集落数を求める。

試料 1 g 中の生菌数 (個)

$$= \text{平均集落数} \times \text{希釈倍数} / \text{試料採取量 (g)}$$

貯法 容器 気密容器。

培地 培地の調製にあたっては適量の精製水に試薬を溶かし、必要ならば過した後、滅菌後の pH が所定の pH になるように水酸化ナトリウム溶液 (1 : 100) 又は希硫酸を加え、更に精製水を加えて 1000 mL とする。

1. 酵母エキス液体培地

酵母エキス	10 g
カゼイン製ペプトン	10 g
酢酸ナトリウム	10 g
ブドウ糖	10 g
リン酸一水素カリウム	0.25 g
リン酸二水素カリウム	0.25 g
硫酸マグネシウム	0.1 g
塩化ナトリウム	0.005 g
硫酸第一鉄	0.005 g
硫酸マンガン	0.005 g
精製水	適量

pH 6.8 ~ 7.0

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

2. 有孢子性乳酸菌試験用カンテン培地

酵母エキス	5 g
カゼイン製ペプトン	5 g
ブドウ糖	2 g
リン酸一水素カリウム	0.5 g
リン酸二水素カリウム	0.5 g
硫酸マグネシウム	0.3 g
塩化ナトリウム	0.01 g
硫酸第一鉄	0.01 g
硫酸マンガン	0.01 g
硫酸亜鉛	0.001 g
硫酸コバルト	0.001 g
硫酸銅	0.001 g
カンテン	15 g
精製水	適量

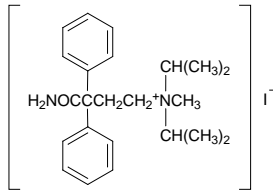
pH 5.9 ~ 6.1

高圧蒸気滅菌器を用いて 121 °C で 20 分間加熱して滅菌した後、使用する。

103131

ヨウ化イソプロパミド

Isopropamide iodide

 $C_{23}H_{33}IN_2O$: 480.43

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化イソプロパミド ($C_{23}H_{33}IN_2O$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はギ酸に極めて溶けやすく、氷酢酸、メタノール又はクロロホルムに溶けやすく、水又は無水酢酸にやや溶けにくく、イソプロパノールに極めて溶けにくい。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 186 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に炭酸ナトリウム溶液 (1 : 100) 10 mL を加えて溶かし、プロムフェノールブルー試液 0.5 mL を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は青色を呈する。
- (2) 本品のイソプロパノール溶液 (1 : 2500) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 262 nm 及び 264 ~ 267 nm に吸収の極大を示し、波長 255 ~ 258 nm に吸収の極小を示す。
- (3) 本品 0.01 g に水 10 mL を加えて溶かし、亜硝酸ナトリウム試液 1 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ放置するとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g にメタノール 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は色の比較液 C より濃くない。
- (2) 硫酸塩 本品 1.0 g にメタノール 20 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にメタノール 20 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.019 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

乾燥減量 1.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、ギ酸 3.0 mL を加えて溶かし、無水酢酸 75 mL を加え、0.1

mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 48.04 mg $C_{23}H_{33}IN_2O$

貯法

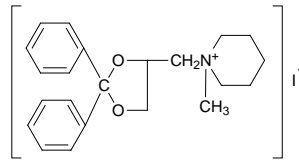
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

108159

ヨウ化ジフェニルピペリジノメチルジオキソラン

Diphenylpiperidinomethylidioxolane iodide

 $C_{22}H_{26}INO_2$: 465.37

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化ジフェニルピペリジノメチルジオキソラン ($C_{22}H_{26}INO_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール又はクロロホルムに溶けやすく、無水エタノール又はアセトンにやや溶けにくく、水、氷酢酸又は無水酢酸に溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品の飽和水溶液 5 mL にナフトキノンスルホン酸カリウム試液 0.5 mL 及び希硝酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱する。冷後、クロロホルム 3 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層はだいたい色を呈する。
- (2) 本品 0.1 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 2 mL を加えるとき、緑黄色の沈殿を生じる。

融点 159 ~ 162 °C

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
- (2) 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過するとき、ろ液は中性である。
- (3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用アルミナ

を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/メタノール混液(100:1)を展開溶媒として約10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に30分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.7 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用水酢酸混液(4:1) 50 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 46.54 mg C₂₂H₂₈INO₂

貯法

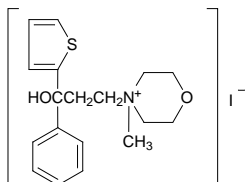
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

009650

ヨウ化チエモニウム

Tiemonium Iodide



C₁₈H₂₄INO₂S : 445.36

本品を乾燥したものは定量するとき、ヨウ化チエモニウム(C₁₈H₂₄INO₂S) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水にやや溶けにくく、無水酢酸、エタノール又はクロロホルムに溶けにくく、水酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1/2000) 1 mL に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 3 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品の水溶液(1/150) 5 mL に水酢酸 1 mL を加えて振り混ぜた後、ドラージェンドルフ試液 0.5 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液(1/100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品の水溶液(1/100) はヨウ化物の定性反応(2)を呈する。

融点 189 ~ 192 °C (分解)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加え、加温して溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸し冷却した水 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液にメチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(5) 遊離ヨウ素 本品 0.10 g に水 5 mL 及びヨウ化カリウム試液 0.5 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過し、ろ液にデンプン試液 1 mL を加えるとき、液は青色を呈しない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 50 mL を加え、100 °C 以下で加熱して溶かす。40 ~ 50 °C になるまで放冷した後、酢酸銀 0.22 g を加えて 10 分間よく振り混ぜる。これに無水酢酸 30 mL を含むシュウ酸の非水滴定用水酢酸溶液(9/250) 5 mL を加えて 10 分間よく振り混ぜ、ガラスろ過器(G 4)を用いて軽く吸引しながらろ過する。残留物は非水滴定用水酢酸 10 mL ずつで 3 回洗い、洗液はろ液に合わせ、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。

別に、非水滴定用水酢酸 50 mL に酢酸銀 0.22 g 及び無水酢酸 30 mL を含むシュウ酸の非水滴定用水酢酸溶液(9/250) 5 mL を加えて 10 分間よく振り混ぜ、以下同様に操作して空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 44.54 mg C₁₈H₂₄INO₂S

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

107719

ヨクイニンエキス

Coix Extract

薏苡仁エキス

本品はハトムギ *Coix lacryma jobi* Linné var. *ma yuen* Stapf (*Gramineae*) の種皮を除いた種子から抽出した水製乾燥エキスである。

性状 本品は淡黄白色~淡黄褐色の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味はわずかに甘い。

本品は水に混濁して溶ける。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g にヨウ素試液を滴加するとき、暗赤紫色を呈する。

(2) 本品 2 g にメタノール 30 mL を加え、水浴上で 5 分間振り混ぜながら加温する。冷後、ろ過し、ろ液を水浴上で加熱して減圧でメタノールを留去し、残留物をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別にヨクイニン(日局)の粗末 2 g にメタノール 30 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作して得た液を標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 3 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキササン/酢酸エチル/水酢酸混液(80:20:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに *p*-アニスアルデヒド・

硫酸試液を均等に噴霧した後、105 ℃ で 5 分間加熱するとき、 R_f 値 0.5 付近に青紫色の対応するスポットを認める。
純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。
(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
乾燥減量 8.0 % 以下 (2 g, 105 ℃, 6 時間)。
灰分 5.0 % 以下 (2 g)。
酸不溶性灰分 1.0 % 以下 (2 g)。
貯法 容器 気密容器。

107710

ヨード化ケシ油脂肪酸エチルエステル

Iodine addition products of the ethylesters of the fatty acids obtained from poppyseed oil

本品はケシ油脂肪酸エチルエステルにヨウ素を結合させたもので、定量するとき、ヨウ素 (I: 126.90) 36.0 ~ 41.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色 ~ 黄褐色澄明の粘性の油液である。
本品はエタノール、エーテル又はクロロホルムと混和する。
本品は水に溶けない。

本品は空気又は光によって徐々に暗褐色となる。

確認試験 本品 1 滴を直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

粘度 27 ~ 54 mm²/s (20 ℃)

比重 d_{20}^{20} : 1.270 ~ 1.292

酸価 1.0 以下。

純度試験 遊離ヨウ素 本品 0.64 g をクロロホルム 5 mL に溶かし、ヨウ化カリウム試液 20 mL 及びデンプン試液 2 ~ 3 滴を加えて振り混ぜるとき、水層は直ちに青色を呈しない。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、亜鉛末 1 g 及び氷酢酸 10 mL を加え、還流冷却器を付け、1 時間煮沸した後、冷却器を通じて熱湯 30 mL を加え、混液を脱脂綿を用いてろ過し、熱湯 20 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、冷後、希塩酸 15 mL 及びシアン化カリウム試液 5 mL を注意して加え、0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 5 mL)。

0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 1 mL = 12.690 mg I

貯法

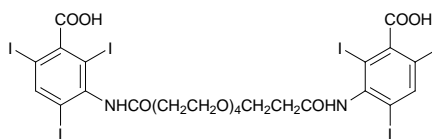
保存条件 遮光して、ほとんど全満して保存する。

容器 気密容器。

103084

ヨードキサム酸

Iodoxamic Acid



$C_{26}H_{26}I_6N_2O_{10}$: 1287.92

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ヨードキサム酸 ($C_{26}H_{26}I_6N_2O_{10}$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品はジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、エタノールにやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、水又はクロロホルムに極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液又は炭酸ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に塩酸 5 mL を加え、水浴中で 15 分間加熱した液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。
(2) 本品 0.1 g をとり、直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。
(3) 本品の pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。
(4) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1728 cm⁻¹, 1660 cm⁻¹, 1500 cm⁻¹, 1155 cm⁻¹ 及び 1100 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に薄めた水酸化ナトリウム試液 (1 : 5) 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。
(2) 塩化物 本品 2.0 g にアンモニア試液 2.5 mL 及び水 70 mL を加えて溶かし、これに希硝酸 25 mL 及び水を加えて 100 mL とし、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、ガラスろ過器 (G 3) でろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、エタノールを加えて 50 mL とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL、水 19 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (0.032 % 以下)。
(3) ヨウ化物 (2) の試料溶液 50 mL に強過酸化水素水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層の呈色は次の比較液のクロロホルム層の呈色より濃くない。
比較液: ヨウ化カリウム 0.065 g に水を加えて溶かし、100 mL とする。この液 0.10 mL に希硝酸 10 mL 及び水を加えて 50 mL とし、強過酸化水素水 1 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、放置する (0.005 % 以下)。
(4) 遊離ヨウ素 (2) の試料溶液 10 mL にクロロホルム

ム 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層は無色である。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加える (2 ppm 以下)。

(7) 類縁物質 本品 0.10 g にメタノールを加え、加温して溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (3 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.75 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。この液 40 mL を正確に量り、けん化フラスコに入れ、亜鉛末 1 g を加え、還流冷却器を付けて 30 分間煮沸し、冷後、ろ過する。フラスコ及びろ紙を水 50 mL で洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に氷酢酸 5 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。別に試料溶液 40 mL を正確に量り、前記の操作のうち、亜鉛末を加えて煮沸する操作を省略し、他は同様に操作して空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 21.465 mg $C_{26}H_{26}I_6N_2O_{10}$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

105829

ラウオルフィア・セルペンティナ末

Powdered Rauwolfia Serpentina

本品は *Rauwolfia serpentina* Bentham (*Apocynaceae*) の根を乾燥し、粉末としたものである。

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、総アルカロイド 1.00 % 以上を含む。

性状 本品は黄褐色の粉末で、特異なおいがあり、味は苦い。

確認試験

(1) 本品 3 g にエーテル 30 mL 及びアンモニア試液 2 mL を加えてよく振り混ぜた後、トラガント末 1.5 g を加えてかき混ぜる。上澄液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固した後、硝酸 1

~ 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固した後、モリブデン酸アンモニウムの硫酸溶液 (1 : 100) 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は黒褐色を呈する。

(3) (1) の試料溶液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固した後、エーテル 5 mL を加えて溶かし、ドラージェンドルフ試液 3 ~ 4 滴を加えるとき、だいたい黄色の沈殿を生じる。

(4) 定量法で得た残留物 0.05 g にクロロホルム 5 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にレセルピン標準品 5 mg をとり、クロロホルム 10 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ヘプタン/メチルエチルケトン/メタノール混液 (145 : 90 : 21) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得たレセルピンに相当するスポット及び標準溶液から得たスポットは、だいたい色を呈する。

純度試験 異物 本品は繊維及びその他の異物 1.0 % 以上を含まない。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 80 $^{\circ}$ C, 2 時間)。

灰分 12.0 % 以下。

酸不溶性灰分 6.0 % 以下。

定量法 本品約 10 g を精密に量り、水 20 mL、強アンモニア水 4 mL 及びエーテル/無水エタノール混液 (9 : 1) 200 mL を加えて 3 時間氷冷しながらかき混ぜ、一夜冷所に放置した後、上澄液を 300 mL のメスフラスコにとる。残留物はエーテル/無水エタノール混液 (9 : 1) 15 mL ずつで 3 回洗い、洗液はろ過し、メスフラスコに合わせ、エーテル/無水エタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 300 mL とする。この液 150 mL を正確に量り、分液漏斗に入れ、0.5 mol/L 硫酸試液 20 mL, 15 mL, 10 mL 及び 10 mL で抽出する。全硫酸抽出液を合わせ、強アンモニア水 10 mL を加え、エーテル/クロロホルム混液 (1 : 1) 30 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル・クロロホルム抽出液を合わせ、脱脂綿上に無水硫酸ナトリウム 1.5 g を置いてろ過し、エーテル/クロロホルム混液 (1 : 1) 5 mL ずつで 2 回洗う。ろ液及び洗液を合わせ、質量既知のフラスコに移し、水浴上で減圧蒸留し、更に蒸発乾固し、残留物を 105 $^{\circ}$ C で 7 時間乾燥し、質量を精密に量る。

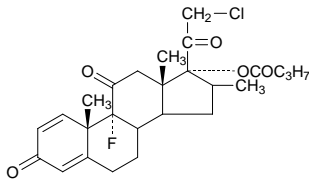
総アルカロイドの量 (mg) = 残留物の質量 (mg) \times 2

貯法 容器 気密容器。

108512

酪酸クロベタゾン

Clobetasone Butyrate



$C_{26}H_{32}ClFO_5$: 478.98

本品を乾燥したものは定量するとき、酪酸クロベタゾン ($C_{26}H_{32}ClFO_5$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、アセトン又はジオキサランに溶けやすく、メタノール又は無水エタノールにやや溶けにくく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光により極めて徐々に着色する。

融点：約 178 °C

確認試験

(1) 本品 2 mg を無水エタノール 40 mL に溶かし、2 β ジ第三ブチル p クレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は青緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は塩化物の定性反応を呈する。

(3) 確認試験 (2) で得た検液は、フッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(4) 本品及び酪酸クロベタゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと酪酸クロベタゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及び酪酸クロベタゾン標準品をアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +126 ~ +134 ° (乾燥後, 0.1 g, ジオキサラン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。

比較液には鉛標準液 1.5 mL を加える (30 ppm 以下)。

(2) 他のステロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.020 g をメタノール/クロロホルム混液 (1:1) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/酢酸エチル混液 (17:2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した

後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧した後、110 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金るつば)。

定量法 本品及び酪酸クロベタゾン標準品を乾燥し、その約 0.025 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノールに溶かし正確に 50 mL とする。この液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、エタノールを加えて 10 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する酪酸クロベタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

酪酸クロベタゾン ($C_{26}H_{32}ClFO_5$) の量 (mg)

$$= \text{酪酸クロベタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 吉草酸ベタメタゾン (日局) のエタノール溶液 (1 : 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：241 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：60 °C 付近の一定温度

移動相：水/エタノール混液 (3 : 2)

流量：酪酸クロベタゾンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき上記の条件で操作するとき、内標準物質、酪酸クロベタゾンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法

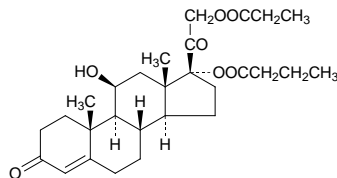
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

108458

酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone Butyrate Propionate



$C_{28}H_{40}O_7$: 488.61

本品を乾燥したものは定量するとき、酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン ($C_{28}H_{40}O_7$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール又はジクロルメタンに極めて溶けやすく、エタノール、無水エタノール又はジオキサランに溶けやすく、エーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液(1 1000) 1 mL にイソニアジド試液 4 mL を加えて加温するとき、液は黄色を呈する。
- (2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸(2 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、エステル類のにおいを発する。
- (3) 本品のメタノール溶液(1 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極大を示す。
- (4) 本品及び酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +65 ~ +71°(乾燥後, 0.1 g, ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 117 ~ 124 °C

純度試験

- (1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。
- (2) 他のステロイド 本品 0.10 g をとり、ジクロルメタン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2.5 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えて正確に 50 mL とする。更に、この液 5 mL 及び 2 mL を正確に量り、ジクロルメタンを加えてそれぞれ 50 mL とし、標準溶液(1) 及び(2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液並びに標準溶液(1) 及び(2) 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキササン/アセトン/クロロホルム混液(4:3:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットのうち、 R_f 値約 0.2 のスポットは、標準溶液(1) から得たスポットより濃くなく(0.5 % 以下)、 R_f 値約 0.3 のスポットは、標準溶液(2) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液には、主スポット及び上記のスポット以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 減圧, 五酸化リン, 50 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下(0.5 g)。

定量法 本品及び酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、その約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれを無水エタノールに溶かし、正確に 50 mL とし、この液 10 mL ずつを正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 25 mL とする。更に、この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 4 mL を正確に加えた後、無水エタノールを加えて 20 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対する酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン ($C_{28}H_{46}O_7$) の量 (mg)

= 酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾン

$$\text{標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 アントラセンの無水エタノール溶液(3 200000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 °C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液(7:3)

流量: 酪酸プロピオン酸ヒドロコルチゾンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定: パラオキシ安息香酸プロピル及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.05 g ずつを無水エタノールに溶かし、100 mL とし、更にこの液 1 mL をとり、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、パラオキシ安息香酸ブチルの順に溶出し、その分離度が 1.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

105795

ラクトミン

Lactomin

本品は *Streptococcus faecalis*, *Streptococcus faecium*, *Lactobacillus acidophilus* 又は *Lactobacillus bulgaricus* の生菌菌体を集め、乾燥した後、デンプン、乳糖、白糖など適当な賦形剤又はそれらの混合物と混合して製したものである。

本品は定量するとき、1.0 g 中乳酸菌の生菌を 1×10^8 ~ 2×10^{12} 個含む。

性状 本品は白色~わずかに黄褐色の粉末で、においはないが、又はわずかに特異なにおいがある。

確認試験

- (1) スライドグラス上に 1 エーゼ量の水をとり、これに白金線を用いて定量法で得た集落をとり、かき混ぜて懸濁し、適当な大きさに拡げ、室温又は遠火で乾燥する。次に 2 ~ 3 回小炎の中を通過させて固定する。これをグラム染色法により試験を行うとき、球菌又は桿菌は黒紫色に染まる。
- (2) 定量法で得た集落をとり、ラクトミン試験用液状培地(1) 又はラクトミン試験用液状培地(2) 50 mL に接種する。35 ~ 37 °C で 24 ~ 72 時間培養した後、培養液を遠心分離し、上澄液 20 mL を分液漏斗にとる。これに希硫酸 5 mL 及びエーテル 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、エーテル層を分取し、水 10 mL を加え、振り混ぜた後、水層を除きエーテル層を水浴上で加温してエーテルを留去する。残留物を水 5 mL に溶かし、試料溶液とする。フェノール溶液(1 100) 10 mL に塩化第二鉄試液 2 滴を加え、これに試料溶液 5 mL を加えるとき、液の青紫色は黄色に変わる。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。乾燥減量 10 % 以下 (1 g, 105 ℃, 4 時間)。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、希釈液 (1) 又は希釈液 (2) 30 mL 中に加えて強く振り混ぜ、更に希釈液 (1) 又は希釈液 (2) を加えて正確に 50 mL とし、よく振り混ぜ、試料原液とする。試料原液 1 mL を正確に量り、別に正確に分注した希釈液 (1) 又は希釈液 (2) 9 mL 中に加える操作 (10 倍希釈法) を繰り返し、1 mL 中に生菌を 20 ~ 200 個含む濃度に希釈し、試料溶液とする。3 枚のペトリ皿に試料溶液 1 mL ずつを入れ、これに 50 ℃ に保ったラクトミン試験用カンテン培地 (1) 又はラクトミン試験用カンテン培地 (2) を 20 mL ずつ加えてすばやく混和し、固化させる。35 ~ 37 ℃ で 24 ~ 72 時間培養し、出現した集落をかぞえ、平均集落数を求める。

試料 1 g 中の生菌数

$$= \text{平均集落数} \times \text{希釈倍数} \times 5 / \text{試料採取量 (g)}$$

貯法 容器 気密容器

培地及び希釈液 培地及び希釈液で 2 種類あるものは、本品中の乳酸菌に適したものを使用する。また、カンテンの配合量は適宜増減してもよい。

1. ラクトミン試験用液状培地 (1)

酵母エキス	5.5 g
ペプトン、カゼイン製	12.5 g
ブドウ糖	11 g
リン酸二水素カリウム	0.25 g
リン酸一水素カリウム	0.25 g
酢酸ナトリウム	10 g
硫酸マグネシウム	0.1 g
硫酸マンガン	0.005 g
硫酸第一鉄	0.005 g
精製水	1000 mL

pH 6.8±0.1

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 10 分間加熱して滅菌した後、使用する。

2. ラクトミン試験用液状培地 (2)

酵母エキス	5 g
ペプトン、カゼイン製	20 g
ブドウ糖	20 g
肉エキス	15 g
トマトジュース*	200 mL
ポリソルベート 80	3 g
L 塩酸システイン	1 g
精製水	800 mL

pH 6.8±0.1

*トマトジュース：トマトジュースに等量の精製水を加え、時々かき混ぜながら煮沸した後、pH を 6.8 に調整し、ろ過する。

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

3. 希釈液 (1)

ペプトン	1 g
塩化ナトリウム	5 g
精製水	1000 mL

pH 6.9±0.1

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

4. 希釈液 (2)

リン酸二水素カリウム	4.5 g
リン酸一水素ナトリウム	6 g
ポリソルベート 80	0.5 g
L 塩酸システイン	0.5 g
カンテン	1 g
精製水	1000 mL

pH 6.9±0.1

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

5. ラクトミン試験用カンテン培地 (1)

ラクトミン試験用液状培地 (1) に炭酸カルシウム 5 g 及びカンテン 20 g を加える。

高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 10 分間加熱して滅菌した後、使用する。

6. ラクトミン試験用カンテン培地 (2)

ラクトミン試験用液状培地 (2) にカンテン 20 g を加える。高压蒸気滅菌器を用いて 121 ℃ で 15 分間加熱して滅菌した後、使用する。

グラム染色法 次の 2 つの方法のいずれか適当な方法を用いる。

(1) HUCKER の変法

スライドグラス上に塗抹し、固定した試料に HUCKER の染色液 2 滴を加え、30 ~ 60 秒間放置して染色した後、スライドグラスを軽く振って液をきる。次にルゴール液をじゅうぶんに加え、60 秒間放置した後、ろ紙で水を吸収する。軽く動かしながら、脱色液として無水エタノール又はエタノール/アセトン混液 (7:3) を用いて洗液がほぼ無色になるまで脱色する。水洗し、ろ紙で水を吸収する。これにサフラニン液 2 滴を加え、60 秒間放置し、後染色 (対比染色) した後、水洗し、乾燥する。

HUCKER の染色液 (A 液) 塩化メチルロザニリン 0.3 g をエタノール 20 mL に溶かす。(B 液) シュウ酸アンモニウム 0.8 g を水 80 mL に溶かす。A 液及び B 液を混和し、一夜放置した後、ろ過する。遮光した容器に貯え保存する。

ルゴール液 ヨウ素 1 g 及びヨウ化カリウム 2 g を乳鉢で混和し、これに水 300 mL を少量ずつかき混ぜながら加えて溶かす。

サフラニン液 サフラニンの無水エタノール液 (1:40) 10 mL に水 40 ~ 90 mL を加える。

(2) Lillie の変法

スライドグラス上に塗抹し、固定した試料に Lillie の染色液 2 滴を加え、30 秒間放置して染色した後、スライドグラスを軽く振って液をきる。次にルゴール・ヨウ素液で数回洗った後、ルゴール・ヨウ素液 3 滴を加え、30 秒間放置する。アセトン・ヨウ素液でじゅうぶん洗い流した後、アセト

ン・ヨウ素液 3 滴を加え, 30 秒間放置する。次いで水洗し, ろ紙で水を吸収する。これに弱石炭酸フクシン液 2 滴を加え, 30 秒間放置し, 後染色 (対比染色) した後, 水洗し, 乾燥する。

Lillie の染色液 (A 液) 塩化メチルロザニリン 10 g をエタノール 100 mL に溶かす。(B 液) シュウ酸アンモニウム水溶液 (1 : 100)。用時, A 液 20 mL 及び B 液 80 mL を混和して用いる。

ルゴール・ヨウ素液 ヨウ素 5 g 及びヨウ化カリウム 10 g を乳鉢で混和し, 水に溶かし, 100 mL とする。用時, 水で 5 倍に希釈して用いる。

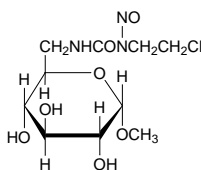
アセトン・ヨウ素液 ヨウ素 10 g 及びヨウ化カリウム 6 g を乳鉢で混和し, 水 10 mL に溶かし, 90 % エタノールを加えて 100 mL とする。この液 3.5 mL を量り, アセトンを加えて 100 mL とする。

弱石炭酸フクシン液 (A 液) 塩基性フクシン 10 g をエタノール 100 mL に溶かし, 37 °C で一夜放置する。(B 液) フェノール 5 g を水 100 mL に溶かす。用時, A 液 10 mL を B 液 100 mL に加え, 更に水で 10 ~ 20 倍に希釈して用いる。

109139

ラニムスチン

Ranimustine

C₁₀H₁₈ClN₃O₇ : 327.72

本品は定量するとき, 換算した脱水物に対し, ラニムスチン (C₁₀H₁₈ClN₃O₇) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく, メタノール又はエタノールに溶けやすく, エーテルに極めて溶けにくい。

本品は光又は湿った空気によって変化する。

融点 : 106 ~ 112 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 1 mL にアントロンの 75 % 硫酸溶液 (1 : 500) 5 mL を加え, 90 °C で 5 分間加熱するとき, 液は緑色 ~ 青緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 500) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 395 ~ 399 nm に吸収の極大を示す。また, 本品の水溶液 (1 : 25000) につき, 吸収スペクトルを測定するとき, 波長 229 ~ 231 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき, 波数 3350 cm⁻¹, 1702 cm⁻¹, 1548 cm⁻¹, 1485 cm⁻¹ 及び 1038 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

旋光度 [α]_D²⁰ : +93.5 ~ +95.5° (0.5 g, 水, 50 mL,

100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 2 法により操作し, 試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 3 法により検液を調製し, 装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本操作は光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をメタノール 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/氷酢酸/メタノール/水混液 (20 : 10 : 5 : 3) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにバナジン酸アンモニウム・硫酸溶液 (1 : 200) を均等に噴霧した後, 120 °C で 5 ~ 10 分間加熱するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは, 標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 0.1 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本操作はできるだけ光を避け, 遮光した容器を用いて行う。本品及びラニムスチン標準品 (別途本品と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g ずつを精密に量り, それぞれを冷水に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 3 mL ずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液 1 mL を正確に加え, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク高さに対するラニムスチンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

ラニムスチン (C₁₀H₁₈ClN₃O₇) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したラニムスチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 p ヒドロキシアセトフェノンのメタノール溶液 (9 : 4000)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 30 °C 付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール混液 (3 : 1)

流量 : ラニムスチンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で操作するとき, ラニムスチン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 2.7 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 シリカゲルを入れ, 遮光して保存する。

容器 気密容器。

102241

リノール酸エチル

Ethyl Linoleate

 $\text{H}_3\text{C}(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOC}_2\text{H}_5$ $\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{O}_2$: 308.50

本品は定量するとき、リノール酸エチル ($\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{O}_2$) 88.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色～微黄色の澄明な液で、敗油臭のないわずかに特異なおいがある。

本品はメタノール、エタノール、エーテル、クロロホルム又は石油エーテルと混和する。

確認試験 本品 4 g に水酸化カリウム・エタノール試液 20 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、希塩酸を加えて酸性とし、分液漏斗に移し、分離した油分を分取し、水 2 mL ずつで 3 回洗った後、リグロイン 10 mL を加えて混和する。この液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加え、10 分間放置した後、ろ過し、ろ液を $-10 \sim -15 \text{ }^\circ\text{C}$ に保ち、振り混ぜながら臭素 1 mL を滴加し、30 分間時々振り混ぜながら放置した後、生じた沈殿をろ取する。沈殿は冷却したリグロイン 3 mL ずつで 3 回洗った後、リグロインから再結晶し、デシケーター（減圧、五酸化リン）で 4 時間乾燥するとき、その融点は $113 \sim 117 \text{ }^\circ\text{C}$ である。

屈折率 n_D^{20} : 1.455 ~ 1.465

比重 d_4^{20} : 0.875 ~ 0.885

けん化価 180 ~ 185

酸価 15 以下。

ヨウ素価 150 ~ 163 ただし、本品 0.15 g をとり、試験を行う。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g にエタノールを加えて溶かし、50 mL とし、硝酸銀のエタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加えるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない (0.014 % 以下)。

比較液 : 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL にエタノールを加えて 50 mL とし、硝酸銀のエタノール溶液 (1 : 50) 1 mL を加える。

(2) 重金属 本品 1.0 g にエタノールを加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、希塩酸 (1 : 2) 10 mL 及びエーテル 20 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜ、放置した後、水層を分取する。この液 5 mL をとり、これを検液とし装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 過酸化物 共栓フラスコにクロロホルム 10 mL を正確に量り、フラスコ内の空気を窒素で置換した後、本品約 1 g をガラス容器に精密に量り、ガラス容器をフラスコに入れ、穏やかに振り混ぜて溶かす。フラスコに氷酢酸 15 mL 及び飽和ヨウ化カリウム溶液 1 mL をそれぞれ正確に加え、

栓をして 1 分間振り混ぜた後、暗所に 5 分間放置する。次に水 75 mL を加え、栓をして激しく振り混ぜた後、0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬 : デンブソ試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\text{過酸化物価} = \frac{(A - B)}{\text{試料の採取量 (g)}} \times 10$$

A : 試料を用いたときの 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

B : 空試験における 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の消費量 (mL)

過酸化物価は 20 以下である。

強熱残分 本品約 1 g を精密に量り、弱火で加熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸 1 ~ 2 滴で潤し、恒量になるまで注意して強熱するとき、残留物の量は 0.10 % 以下である。

定量法 本品約 0.06 g をガラス容器に精密に量る。水酸化カリウム・グリセリン試液を $100 \text{ }^\circ\text{C}$ にし加温し、その 10 mL ずつを量り、3 本の共栓試験管 A、B 及び C にそれぞれとる。C に温度計を入れ、3 本の共栓試験管を $180 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ の油浴に入れ、C の温度計が $180 \text{ }^\circ\text{C}$ を示すまで加温し、A 及び B に窒素を送入する。試験管を油浴より取り出し、A に先の試料を入れたガラスコップを投入し、B には空のガラス容器を投入し、3 本とも 2 分間激しく振り混ぜる。3 本の試験管を油浴にもどし、C の温度計が $175 \text{ }^\circ\text{C}$ を示してから正確に 45 分間加温する。この間少なくとも 30 分間は $180 \text{ }^\circ\text{C}$ を保つよう注意する。A 及び B を油浴から取り出し、約 $60 \text{ }^\circ\text{C}$ に冷却した後、それぞれ温メタノールを用いて 100 mL のメスフラスコに流し込み、冷後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL をそれぞれ正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、A 液及び B 液とする。A 液につき、B 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 268 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_{268} を測定する。また、A 液及び B 液をそれぞれ 10 mL ずつ正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、A 液及び B 液とする。A 液につき、B 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 233 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A_{233} を測定する。

$$\text{リノール酸 (C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{A}{93.9} \times 100$$

ただし、

$$A = \frac{1}{W} \times A_{233} \times 10 - \frac{1}{W} \times A_{268} \times 1.206$$

W : 試料の採取量 (g)

リノール酸エチル ($\text{C}_{20}\text{H}_{36}\text{O}_2$) の量 (mg)

= リノール酸 ($\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{O}_2$) の量 (mg) \times 1.100

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101173

リノール酸カルシウム

Calcium Linoleate

本品はベニバナ *Carthamus tinctorius* Linné (*Compositae*) の種子から得られたサフラワー油より製したリノール酸を主体とした脂肪酸のカルシウム塩である。

本品を乾燥したものは定量するとき、リノール酸 ($C_{18}H_{32}O_2$: 280.45) 73.0 ~ 83.0 % 及びカルシウム (Ca : 40.08) 6.2 ~ 7.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、特異なおいがあり、味はない。

本品はクロロホルムに溶けにくく、水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 定量法(1)に準じて操作するとき、本品の主ピークは、リノール酸メチル標準溶液から得たピークと同じ保持時間を示す。

(2) 本品 0.1 g に希塩酸 7 mL を加え、油状物が液面に浮上するまで加温した後、希塩酸層を分取する。分取した希塩酸層はカルシウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 酸 本品 10.0 g をとり、エタノール/エーテル混液(1:1) 100 mL を加え、フェノールフタレイン試液数滴及び 0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液 9.0 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 塩化物 本品 2.5 g を分液漏斗にとり、希硝酸 6 mL、水 20 mL 及びクロロホルム 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。水層は更にクロロホルム 20 mL で洗った後、水層を分取し、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、塩化物の試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL を加える(0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下(1 g, 80 °C, 2 時間)。

定量法

(1) リノール酸 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、水 20 mL、希塩酸 5 mL 及びクロロホルム 30 mL を加えて振り混ぜ、クロロホルム層を分取する。水層は更にクロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 10 g で脱水した後、ろ過し、無水硫酸ナトリウムはクロロホルム 5 mL ずつで 3 回洗い、洗液は先のクロロホルムに合わせ、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試験管に入れ、クロロホルムを水浴上で蒸発乾固した後、三フッ化ホウ素のメタノール溶液(7 ~ 50) 3 mL を加え、沸騰水浴中で 2 分間加熱する。冷後、この液を分液漏斗に入れ、試験管は石油エーテル 10 mL ずつで 3 回洗い、洗液は先の分液漏斗に入れ、これに水 30 mL を加え、振り混ぜた後、石油エーテル層を分取する。更に石油エーテル 20 mL ずつで 2 回同様に操作し、

石油エーテル層を合わせ、無水硫酸ナトリウム 10 g で脱水した後、ろ過する。無水硫酸ナトリウムは石油エーテル 5 mL ずつで 3 回洗い、洗液は先の石油エーテル抽出液に合わせ、石油エーテルを水浴上で減圧留去した後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にリノール酸メチル標準品約 0.1 g を精密に量り、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを水浴上で減圧留去した後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質ピーク面積に対するリノール酸メチルピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

リノール酸 ($C_{18}H_{32}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{リノール酸メチル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.95237$$

内標準溶液 トリフェニルアミンのクロロホルム溶液(1000)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 2 ~ 3 mm、長さ 1 ~ 2 m のガラス管に、ジエチレングリコールアジピン酸エステルを 177 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 180 °C 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度: 220 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 毎分 50 mL 付近の一定量になるように調整する。

(2) カルシウム 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に量り、初めは弱く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 12 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、これに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、水 50 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL を加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二ナトリウムを 0.02 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する(指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.025 g)。ただし、滴定の終点は液の青色が消え、紫色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.02 mol/L エチレンジアミン 四酢酸二ナトリウム液 1 mL
= 0.8016 mg Ca

貯法 容器 気密容器。

009751

リピド・トロンボプラスチン

Lipid Thromboplastin

本品は新鮮な牛脳をアセトン処理して得た脱水乾燥粉末をエーテル又はエタノールで抽出し、濃縮して製したものである。

本品は主として、レシチン、ホスファチジルエタノールアミン及びカルジオリピンなどからなるリン脂質で血液凝固作用を有する。

本品は定量するとき、リン(P: 30.97) 2.0 ~ 3.8 % 及び

窒素 (N : 14.01) 1.3 ~ 2.1 % を含む。

性状 本品は淡黄色～淡黄褐色の樹脂又はロウ状の物質で、特異なおいがある。

本品はエタノール、エーテル又はクロロホルムにやや溶けやすく、水又はアセトンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.25 g をとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、時々振り混ぜながら水浴中で 2 時間加熱する。冷後、希塩酸 1.5 mL を加えてよく振り混ぜ、ガラスろ過器 (G 4) を用いて、緩やかに吸引ろ過する。ろ液にライネツケ塩試液 2 mL を加えるとき、紅色の結晶性の沈殿を生じる。

(2) 定量法 (1) で得た試料溶液 5 mL にモリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱するとき、液は青色を呈する。

(3) 本品 0.02 g をとり、クロロホルム 2 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用ホスファチジルエタノールアミン及び薄層クロマトグラフ用レシチンそれぞれ 0.5 mg に対応する容量を量り、溶媒を減圧留去し、それぞれの残留物にクロロホルム 0.2 mL 及び 0.5 mL を加えて溶かし、それぞれの成分の標準溶液とする。試料溶液及び各標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び各標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/水混液 (65 : 25 : 4) を展開溶液として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにモリブデンブルー試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び各標準溶液から得た主スポットは、青色を呈し、それぞれの成分のスポットの R_f 値 (ホスファチジルエタノールアミン : 約 0.5 及びレシチン : 約 0.3) は等しい。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g にクロロホルム 20 mL を加えて溶かすとき、液は淡黄色～淡黄褐色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 0.40 g をとり、第 3 法により検液を調整し、装置 A を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加える。

水分 5.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 10.0 % 以下 (1 g)。

抗原性試験 体重 250 ~ 300 g の栄養状態のよい健康なモルモット 4 匹を用い、第 1 日目、第 3 日目及び第 5 日目に、効力試験の項で得た試料原液 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する。別に対照として、同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する。第 15 日目に 2 匹、第 22 日目に残りの 2 匹に、試料原液を注射したモルモットには試料原液 0.5 mL を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットには馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する。注射後 30 分間及び 24 時間以内の吸吸困難、虚脱又は致死を観察するとき、本品によって感作したモルモットは前記の症状を示さない。ただし、馬血清によって感作したモルモット

ト 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し、3 匹以上が死亡する。

毒性試験 体重 18 ~ 22 g の栄養状態のよい健康なシロハツカネズミ 5 匹を使用し、それぞれに効力試験の項で得た試料原液 0.50 mL を尾静脈内に注射するとき、注射後 48 時間以内にいずれも死亡しない。注射後 48 時間以内に死亡したものがあるときは、更にシロハツカネズミ 10 匹につき、試験を繰り返し、72 時間以内にそのいずれもが生ずる。

ヒスタミン試験 本品は次の方法によって試験を行うとき、効力試験の項で得た試料原液によって起こる血圧降下は、標準ヒスタミン溶液によって起こる血圧降下より大きくない。

1) 標準ヒスタミン溶液 リン酸ヒスタミン標準品の適量を精密に量り、生理食塩液を加えて溶かし、その 1 mL 中に正確にヒスタミン ($C_8H_9N_3$) 1.0 μ g を含むように調製する。

2) 操作法 健康な成熟したネコを試験動物として用い、その体重を量り、用時調製したフェノバルビタールナトリウム溶液 (1 : 10) を腹腔内に注射して全身麻酔を行う。次に右頸動脈を露出し、迷走神経を含むすべての周囲の組織をメスを用いなくて完全に分離し、カニューレを挿入する。ついで大腿静脈を露出し、記録式キモグラフを起動し、血圧変化の振幅を記録して血圧変化が安定であることを確かめる。体重 1 kg 当たり、正確に標準ヒスタミン溶液 0.05, 0.10 及び 0.15 mL をそれぞれ 5 分間以上の間隔を置いて大腿静脈内に注射する。この注射を 1 系列とし、5 分間以上の間隔を置いて系列注射を繰り返す。最初の 1 系列の読みを除いて、ヒスタミンの一定量の注射で起こる血圧降下が比較的一定になったとき、体重 1 kg につき、効力試験の項で得た試料原液 1.0 mL 及び標準ヒスタミン溶液 0.10 mL を 5 分間以上の間隔を置いて交互に 2 回以上注射し、それぞれの血圧降下の値を 1 mmHg まで測定する。

効力試験 本品 0.50 g を正確に量り、エーテル 20 mL を加えて溶かし、この液にポリソルベート 20・生理食塩液 (1 : 1000) 80 mL をかき混ぜながら加えた後、水浴上でエーテル臭がなくなるまで加温する。冷後、ポリソルベート 20・生理食塩液 (1 : 1000) を加えて正確に 100 mL とし、100 $^{\circ}$ C で 30 分間滅菌し、試料原液とする。試料原液 2 mL を正確に量り、生理食塩液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及び生理食塩液 0.10 mL ずつをオストワルドピペットを用いて小試験管 (内径 8 mm, 長さ 80 mm) にとり、それぞれにヒト正常血漿 0.10 mL を加えて振り混ぜ、 37 ± 1 $^{\circ}$ C の水浴中で 30 秒間加温する。次に、それぞれにあらかじめ 37 ± 1 $^{\circ}$ C に加温した 0.025 mol/L 塩化カルシウム試液 0.10 mL を加え、同時に秒時計を始動し、 37 ± 1 $^{\circ}$ C の水浴中で試験管を穏やかに傾けながら、白色の網状物 (線維素) が析出するまでの時間 (凝固時間) を測定する。試料溶液及び生理食塩液につき、更に 2 回測定を行う。それぞれの測定について、試料溶液により起こる凝固時間は、生理食塩液により起こる凝固時間より 20 秒以上の短縮を示す。

定量法

(1) リン 本品約 0.2 g を精密に量り、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、少量の硝酸で潤し、徐々に加熱し、約 600 $^{\circ}$ C で強熱して灰化する。なお炭化物が残るときは、

更に少量の硝酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とする。これらの液を 20±1 ℃ で放置し、正確に 30 分間後に、それぞれの液につき、別に水 5.0 mL をとり、試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{リン(P)の量(mg)} = \frac{A_T}{A_S} \times 8.148$$

(2) 窒素 本品約 0.15 g を精密に量り、窒素定量法によって試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.14007 \text{ mg N}$$

貯法

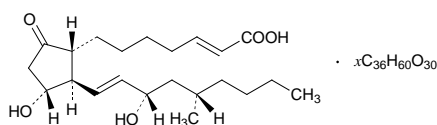
保存条件 遮光して、10 ℃ 以下で保存する。

容器 気密容器。

109539

リマプロスト アルファデクス

Limaprost Alfadex


 $C_{22}H_{36}O_5 \cdot xC_{36}H_{60}O_{30}$

本品はリマプロストの α シクロデキストリン包接化合物で定量するとき、換算した脱水物に対し、リマプロスト ($C_{22}H_{36}O_5$: 380.52) 2.8 ~ 3.2 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、酢酸エチル又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし、酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、溶媒を減圧で留去する。残留物をエタノール 2 mL に溶かし、*m* ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え、氷冷しながら水酸化カリウムのエタノール溶液 (17/100) 5 mL を加えた後、氷冷して暗所に 20 分間放置するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.05 g にヨウ素試液 1 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、放置するとき、暗青色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g を水 2 mL に溶かし、酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離する。上層の液をとり、減圧で溶媒を留去した後、残留物をメタノール 30 mL に溶かす。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示さない。また、この液 10 mL に水酸化カリウムのメタノール溶液 (1/50) 10 mL を加え、15 分間放置した液

は波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品 0.10 g を水 5 mL に溶かし、エタノール 5 mL を加え、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、希エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のリマプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のリマプロストのピーク面積よりも大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 10 μ L から得たリマプロストのピーク高さがフルスケールの 20 ~ 40 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からリマプロストの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 6.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にリマプロスト標準品約 3 mg を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし、水 5 mL を加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリマプロストのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} \text{リマプロスト}(C_{22}H_{36}O_5)\text{の量(mg)} \\ = \text{リマプロスト標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール溶液 (1/4000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：215 nm)

カラム：内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.02 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニトリル/イソプロパノール混液 (9 : 5 : 2)

流量：リマプロストの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 3 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、リマプロストの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法

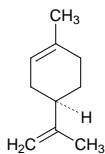
保存条件 遮光して、-10 ℃ 以下に保存する。

容器 気密容器。

101646

d リモネン

d Limonene



C₁₀H₁₆: 136.23

本品は定量するとき、*d* リモネン (C₁₀H₁₆) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、オレンジよりの芳香があり、味はやや苦い。

本品は無水エタノール、アセトン、クロロホルム、エーテル又はヘキサンと混和し、水にほとんど溶けない。

沸点: 176 ~ 177 °C

粘度: 0.92 ~ 0.94 mm²/s (30 °C)。

確認試験

(1) 本品 1 滴をクロロホルム 10 mL に溶かし、臭素試液 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は直ちに脱色する。

(2) 本品及び *d* リモネン標準品 1 mL ずつをアセトン 7 mL に溶かし、それぞれ試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 1 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/酢酸エチル混液 (17:3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽中に 10 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの色調及び *R_f* 値は等しい。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 2898 cm⁻¹, 1636 cm⁻¹, 1433 cm⁻¹, 1373 cm⁻¹, 885 cm⁻¹ 及び 797 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

屈折率 *n*_D²⁰: 1.472 ~ 1.474

旋光度 [*α*]_D²⁰: +120 ~ +127° (100 mm)。

比重 *d*₄²⁰: 0.841 ~ 0.846

ヨウ素価 350 ~ 390 (0.1 g)

純度試験 類縁物質 本品 1 μL をとり、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、注入後 30 分間に出現する各ピークの面積を自動積分法により求め、主ピーク以外の量を面積百分率法により算出するとき、その量は 1.5 % 以下である。

操作条件

検出器、カラム、注入口及び検出器温度及びキャリアーガスは定量法の操作条件を準用する。

カラム温度: 75 ~ 195 °C

昇温速度: 毎分 4 °C

流量: *d* リモネンの保持時間が約 5 分になるように窒素の流量を調整する。

カラムの選定: 本品 0.4 g をシクロヘキサノールのアセトン溶液 (7 ~ 100) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 μL につき、上記の条件で操作すると

き、*d* リモネン、シクロヘキサノールの順に流出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

検出感度: 本品のアセトン溶液 (1 ~ 100) 1.0 μL につき測定したクロマトグラムのリモネンのピーク高さが記録紙のフルスケールの約 10 % の高さを示すように感度を調整する。

定量法 本品及び *d* リモネン標準品それぞれ約 0.4 g ずつを精密に量り、内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1.0 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対する *d* リモネンのピーク高さの比 *Q_T* 及び *Q_S* を求める。

d リモネン (C₁₀H₁₆) の量 (mg)

$$= d \text{ リモネン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 シクロヘキサノールのアセトン溶液 (1 ~ 5)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm、長さ約 1.5 m のガラス管に、ポリエチレングリコール 20 M を酸処理及びシラン処理した 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度: 100 °C 付近の一定温度

注入口及び検出器温度: 250 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: *d* リモネンの保持時間が約 3 分になるように窒素の流量を調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、*d* リモネン、内標準物質の順に流出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 空気を窒素 (日局) で置換して保存する。

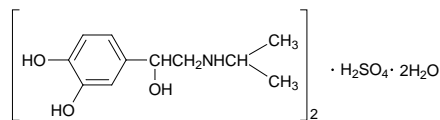
容器 気密容器。

103137

硫酸イソプロテレノール

Isoproterenol Sulfate

硫酸イソプレナリン



(C₁₁H₁₇NO₃)₂ · H₂SO₄ · 2H₂O: 556.62

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、硫酸イソプロテレノール [(C₁₁H₁₇NO₃)₂ · H₂SO₄: 520.59] 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、氷酢酸にやや溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、アセトン、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は空気又は光によって徐々に着色する。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g に水 2 mL を加えて溶かし、塩化第二鉄試液 2 滴を加えるとき、液は緑色を呈する。この液に炭酸水素ナトリウム試液を徐々に加えるとき、青色を経て赤色に変わる。
- (2) 本品の水溶液 (1 : 10000) 10 mL に薄めた塩酸 (1 : 120) 0.1 mL 及びヨウ素試液 1 mL を加え、5 分間放置した後、チオ硫酸ナトリウム試液 2 mL を加えるとき、液は紅色を呈する。
- (3) 本品 0.01 g に水 1 mL を加えて溶かし、リンタングステン酸試液 1 滴を加えるとき、直ちに白色の沈殿を生じ、放置するとき、沈殿の色は褐色に変わる。
- (4) 本品の 0.005 mol/L 硫酸試液溶液 (1 : 20000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極小を示す。
- (5) 本品の水溶液 (1 : 10) は硫酸塩の定性反応を呈する。
- pH 本品 1.0 g に新たに煮沸し冷却した水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は色の比較液 F より濃くない。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。
- (3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (5) イソプロテレノン 本品 0.050 g をとり、0.005 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、波長 310 nm における吸光度を測定するとき、0.20 以下である。

水分 5.0 ~ 7.0 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 52.06 \text{ mg } (\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{N}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$$

貯法

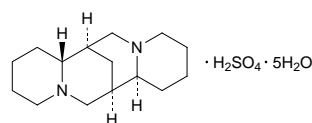
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

001688

硫酸スバルテイン

Sparteine Sulfate


 $\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} : 422.54$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、硫酸スバルテイン ($\text{C}_{15}\text{H}_{26}\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 : 332.46$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は無色～白色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品は水又はギ酸に極めて溶けやすく、エタノールに溶けやすく、無水酢酸、エーテル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g にアンモニア試液 0.5 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 20 mL を加えてよく振り混ぜる。次に、ヨウ素のエーテル溶液 (1 : 50) 0.5 mL を加えてよく振り混ぜ、生じた沈殿をガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過するとき、残留物の色は暗緑色である。

(2) 本品の水溶液 (1 : 20) は硫酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : -26.8 \sim -28.8^\circ$ (脱水物に換算したもの 2 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かした液の pH は 3.1 ~ 3.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アンモニウム 本品 0.10 g を内径 15 mm の共栓試験管にとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、ガラス繊維を管口にさし込み、その上に潤した赤色リトマス紙の小片をのせて栓をし、60 °C の水浴中に試験管の半ばまで浸し、時々穏やかに振り混ぜながら 30 分間加温するとき、発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) アニリン 本品の水溶液 (1 : 20) 2 mL にクロロホルム 3 滴及び希水酸化カリウム・エタノール試液 1.5 mL を加えて水浴中で加熱するとき、フェニルイソシアニド (有毒) の不快臭を発しない。

(5) 他のアルカロイド 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.020 g をとり、水を加えて溶かし正確に 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、水に対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 270 nm における吸光度を測定するとき、0.040 以下である。

(6) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。液の色は無色である。

水分 19.4 ~ 22.6 % (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、ギ酸 5.0 mL に溶かし、無水酢酸 70 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 33.246 mg $C_{15}H_{26}N_2 \cdot H_2SO_4$

貯法

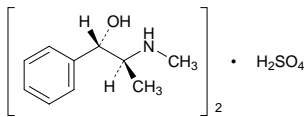
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

531007

硫酸プソイドエフェドリン

Pseudoephedrine Sulfate



$(C_{10}H_{15}NO)_2 \cdot H_2SO_4$: 428.54

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸プソイドエフェドリン $[(C_{10}H_{15}NO)_2 \cdot H_2SO_4]$ 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は、水、メタノール又は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすい。

確認試験

(1) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3330 cm^{-1} , 3010 cm^{-1} , 2471 cm^{-1} , 1590 cm^{-1} , 1455 cm^{-1} 及び 1375 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

(2) 本品の水溶液 (1 : 15) は硫酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +56.0 ~ 59.0° (乾燥後, 1 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

融点 174 ~ 179 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.7 g をとり、試験を行う。比較液には 0.02 mol/L 塩酸 0.4 mL を加える (0.04 % 以下)。

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

(4) 類緑物質 本品 0.075 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のプソイドエフェドリン以外のピークの合計面積は標準溶液のプソイドエフェドリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 257 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用フェニル化シリカゲルを充填する。

カラム温度 : 45 °C 付近の一定温度

移動相 : 酢酸アンモニウム 10.9 g を水 940 mL に溶かし、酢酸 (100) を加え、pH 4.0 に調整した後、メタノール 60 mL を加えて混和する。

流量 : プソイドエフェドリンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からプソイドエフェドリンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

検出の確認 : 標準溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μL から得たプソイドエフェドリンのピーク面積が、標準溶液のプソイドエフェドリンのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能 : 本品 10 mg 及び塩酸エフェドリン 10 mg を移動相 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、エフェドリン、プソイドエフェドリンの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プソイドエフェドリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

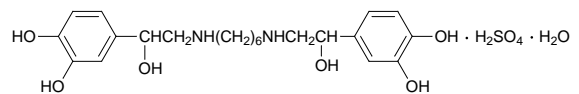
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 42.85 mg $(C_{10}H_{15}NO)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法 容器 密閉容器。

102813

硫酸ヘキソプレナリン

Hexoprenaline Sulfate



$C_{22}H_{32}N_2O_6 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$: 536.59

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸ヘキソプレナリン $(C_{22}H_{32}N_2O_6 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O)$ 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色~淡灰白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はギ酸に溶けやすく、熱湯に溶けにくく、水、メタノール、氷酢酸、エタノール、アセトン、酢酸エチル又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に熱時溶ける。

融点 : 207 ~ 220 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に薄めた酢酸 (1 : 500) 40 mL を加え、必要ならば 70 °C の水浴中で加温して溶かす。冷後、

この液 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は緑色を呈し、放置するとき、赤褐色を経て赤色に変わる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 : 25000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 280 nm に吸収の極大を、波長 248 ~ 252 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品 0.3 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱して溶かした液は硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱して溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.10 g に水 40 mL を加え、5 分間煮沸して溶かし、冷後、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL を加える (0.160 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱して溶かす。冷後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/n ブタノール/氷酢酸/亜硫酸水/クロロホルム混液 (20 : 20 : 20 : 20 : 7) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化第二鉄試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、ギ酸 15 mL を加えて溶かし、非水滴定用氷酢酸 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL

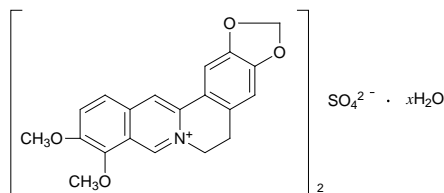
= 53.66 mg $C_{22}H_{32}N_2O_6 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$

貯法 容器 気密容器。

100816

硫酸ベルベリン

Berberine Sulfate


 $C_{40}H_{36}N_2O_{12}S \cdot xH_2O$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、硫酸ベルベリン ($C_{40}H_{36}N_2O_{12}S$: 768.79) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又はギ酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、氷酢酸に極めて溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって着色する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL にヨウ化カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 200) 20 mL をとり、水浴上で加熱し、塩化バリウム試液 1 mL を加えるとき、沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 : 100000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm, 261 ~ 265 nm, 343 ~ 347 nm 及び 419 ~ 424 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 酸 本品 0.10 g を水 25 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の黄色はだいたい色~赤色に変わる。

(3) 塩化物 本品 1.0 g に水 38 mL 及び希硝酸 12 mL を加え、1 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に希硝酸 6 mL, プロムフェノールブルー試液 5 ~ 10 滴及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(6) 類縁物質 本品 0.010 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により

試験を行う。それぞれの液の各々のピーク高さを測定するとき、試料溶液のベルベリン以外のピーク高さの合計は、標準溶液のベルベリンのピーク高さより大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：340 nm）

カラム：内径約 5 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 2 g 及び酒石酸 0.4 g を水 450 mL に溶かし，アセトニトリルを加えて 1000 mL とする。

流量：ベルベリンの保持時間が約 16 分になるように調整する。

カラムの選定：硫酸ベルベリン，塩化コブチシン及び塩化パルマチン 1 mg ずつを水 1000 mL に溶かす。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コブチシン，パルマチン，ベルベリンの順に溶出し，コブチシンとパルマチンの分離度及びパルマチンとベルベリンの分離度がそれぞれ 1.5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たベルベリンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

高さ測定範囲：溶媒のピークの後からベルベリンの保持時間の約 2 倍の範囲

水分 15.0 % 以下 (0.3 g，容量滴定法，直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1.0 g を精密に量り，ギ酸 10 mL に溶かし，氷酢酸 50 mL を加え，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い，補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 76.88 mg C₄₀H₃₆N₂O₁₂S

貯法

保存条件 遮光して保存する。

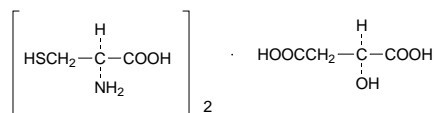
容器 気密容器。

122058

リンゴ酸システイン

Cysteine Malate

L システイン L リンゴ酸塩



(C₃H₇NO₂S)₂ · C₄H₆O₅ : 376.40

本品を乾燥したものは定量するとき，リンゴ酸システイン [(C₃H₇NO₂S)₂ · C₄H₆O₅] 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはないが，又はわずかに特異なにおいがあり，特異な味がある。

本品は水に溶けやすく，エタノール (95) に極めて溶けにくい。

融点：約 165 ℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL にピリジン 0.5

mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加え，3 分間加熱した後，水を加えて 50 mL とするとき，液は青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に希水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びペンタシアノニトロシル鉄 (Ⅲ) 酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき，液は紫赤色を呈する。

(3) 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数 3050 cm⁻¹，2560 cm⁻¹，1676 cm⁻¹，1506 cm⁻¹ 及び 1414 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(4) 本品 0.01 g をとり，試験管に入れ，レソルシノール 0.01 g を加え，よく混ぜ合わせた後，硫酸 0.3 mL を加え，小火炎で白煙が発生するまで加熱する。冷後，紫外線を照射するとき，液は青色の蛍光を発する。

旋光度 [α]_D²⁰ : +5.5 ~ +7.0° (乾燥後，2 g，1 mol/L 塩酸試液，25 mL，100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 2.3 ~ 3.3 である。

純度試験

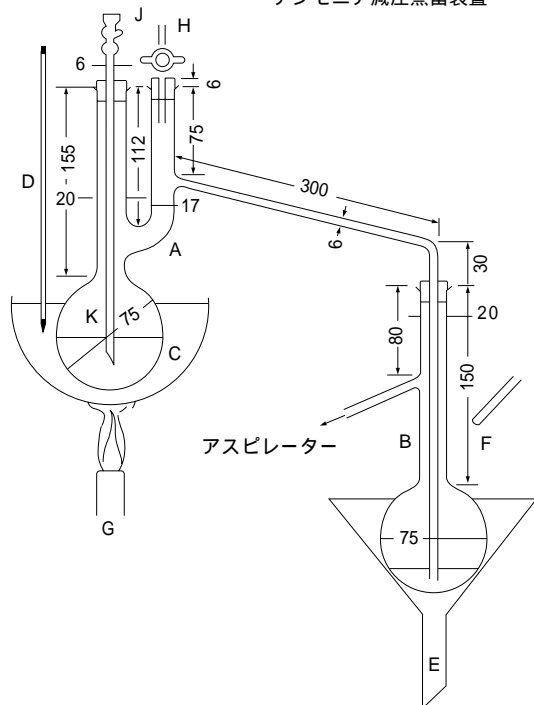
(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき，液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし，水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加え，水浴上で 30 分間加熱し，冷後，ろ過する。残留物は水でよく洗い，洗液はろ液に合わせて 40 mL とし，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし，試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL をとり，水 10 mL，水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加え，以下検液と同様に操作する (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり，試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g を減圧蒸留フラスコ A にとり，水 80 mL 及び酸化マグネシウム 1 g を加え，減圧蒸留装置を連結する。受器 B には吸収液としてホウ酸溶液 (1 : 200) 20 mL を入れ，減圧蒸留フラスコの枝の先端を吸収液に浸し，60 ℃ の水浴中で，留液 40 ~ 60 mL を得るまで蒸留する。枝の先端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，水を加えて 100 mL とし，検液とする。比較液はアンモニウム標準液 5.0 mL を量り，減圧蒸留フラスコ A にとり，以下検液の調製法と同様に操作する。検液及び比較液につき，アンモニウム試験法の操作法 (2) により試験を行う (0.02 % 以下)。

アンモニア減圧蒸留装置



単位 mm

A : 減圧蒸留用フラスコ 200 mL

B : 受器フラスコ 200 mL

C : 水

D : 温度計

E : 漏斗

F : 冷却水

G : ガスバーナー

H : ガラスコーク

J : スクリューコーク付きゴム管

K : 突沸防止用ガラス管

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、100 mL の分解フラスコに入れ、硫酸 2 mL 及び硝酸 5 mL を注意して加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し、更に過酸化水素 (30) 2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、飽和シュウ酸アンモニウム溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、標準液は本品を用いないで同様に操作した後、ヒ素標準液 1.0 mL を加え、以下検液の試験と同様に操作する (1 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.060 g を *N* エチルマレイミド溶液 (1 : 50) に溶かし、正確に 10 mL とし、室温で 1 時間放置し、試料溶液とする。別に *L* シスチン 0.050 g を 1 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に *L* システイン 0.010 g を *N* エチルマレイミド溶液 (1 : 50) に溶かし、正確に 10 mL とし、室温で 1 時間放置し、標準溶液 (2) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 5 μ L ずつをアミノ酸用薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (5 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開 (ろ紙で飽和しない) した後、薄層板を 80 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 : 50) を均等に噴霧した後、80 $^{\circ}$ C で 5 分

間加熱するとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液 (2) から得たスポットと同一の色調の単一のスポットを認めるか、他のスポットを認めても標準溶液 (1) から得たスポットに対応する位置に生じるスポットは標準溶液 (1) のスポットより濃くない。また、試料溶液には、主スポット及び標準溶液 (1) から得たスポットに対応する位置以外のスポットを認めない。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 20 mL を加えて溶かし、更にヨウ化カリウム 4 g を加えて溶かす。次に希塩酸 5 mL 及び 0.05 mol/L ヨウ素液 25 mL を正確に加え、密栓してよく振り混ぜ、氷水中で 20 分間放置した後、過量のヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.05 mol/L ヨウ素液 1 mL

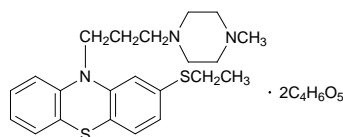
= 18.820 mg ($C_3H_7NO_2S$) \cdot $C_4H_6O_5$

貯法 容器 気密容器。

109214

リンゴ酸チエチルペラジン

Thiethylperazine Malate



$C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_6O_5$: 667.79

本品を乾燥したものは定量するとき、リンゴ酸チエチルペラジン ($C_{22}H_{29}N_3S_2 \cdot 2C_4H_6O_5$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水、エタノール又は氷酢酸にやや溶けにくく、エーテルに溶けにくい。

本品の水溶液 (1 : 100) の pH は 3 ~ 4 である。

融点: 140 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かすとき、液は青色を呈する。この液を 2 分し、その一方を加熱するとき、液は青紫色を呈する。また他方に重クロム酸カリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は暗緑褐色を経て緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。

(3) 本品のエタノール溶液 (1 : 1000) 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい黄色を呈し、更に水 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液の色は緑色に変わる。

(4) 本品 5 mg をとり、ナフトールの硫酸溶液 (1 : 5000) 5 mL を加えて、振り混ぜながら、白煙が発生するまで加熱する。冷後、水 40 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に紫外線を照射するとき、青色の蛍光を発する。

(5) 本品の水溶液(1 100) 1 mL にライネック塩試液 1 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(6) 本品の水溶液(1 20000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 310 ~ 316 nm に吸収の極大を示し、波長 290 ~ 296 nm に吸収の極小を示す。また、この液 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液は、波長 259 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える(0.048 % 以下)。

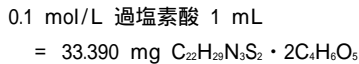
(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える(30 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.20 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(10 ppm 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液(1:1) 50 mL を加えて溶かし、直ちに 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法

保存条件 遮光して保存する。

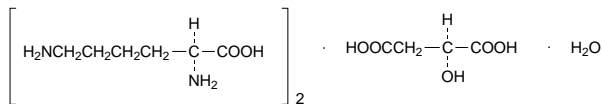
容器 気密容器。

122059

リンゴ酸リジン

Lysine Malate

L リジン L リンゴ酸塩一水和物



(C₆H₁₄N₂O₂)₂ · C₄H₆O₅ · H₂O : 444.48

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リンゴ酸リジン [(C₆H₁₄N₂O₂)₂ · C₄H₆O₅ : 426.46] 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、わずかに特異な味がある。

本品は水に極めて溶けやすく、ギ酸、酢酸(100)又はエチレングリコールに溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1 1000) 5 mL にニンヒドリン試

液 1 mL を加え、3 分間加熱した後、水を加えて 50 mL とするとき、液は赤紫色~紫色を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2940 cm⁻¹, 2120 cm⁻¹, 1580 cm⁻¹, 1506 cm⁻¹ 及び 1198 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品 0.01 g をとり、試験管に入れ、レソルシノール 0.01 g を加え、よく混ぜ合わせた後、硫酸 0.3 mL を加え、小火炎で白煙が発生するまで加熱する。冷後、紫外線を照射するとき、液は青色の蛍光を発する。

旋光度 [α]_D²⁰: +18.5 ~ +20.5 °(脱水物に換算したのもの 1 g, 6 mol/L 塩酸試液 25 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.3 ~ 7.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を水 40 mL に溶かし、希硝酸 8 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える(0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g を水 40 mL に溶かし、希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える(0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる(0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、標準色の調製にはヒ素標準液 1 mL を用いる(1 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g をとり、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液(1)とする。別に塩酸 L リジン 0.10 g を水に溶かし、正確に 10 mL とし、標準溶液(2)とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 5 μL ずつをアミノ酸用薄層板にスポットする。次に 1 ブタノール/水/酢酸(100)/ピリジン混液(4:2:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開(ろ紙で飽和しない)した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液(1 50)を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得たスポットは標準溶液(2)から得たスポットと同一の色調の単一のスポットを認めるか、他のスポットを認めても標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。

水分 水分測定用エチレングリコール/メタノール混液(2:1)適量を乾燥した滴定用フラスコにとり、水分測定用試薬で終点まで滴定する。次に本品約 0.5 g を精密に量り、速やかに滴定フラスコに入れ、攪拌して溶解した後、試験を行

うとき、水分は 3.5 ~ 5.0 % である。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.2 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かした後、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: *p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし、滴定の終点は液のだいたい黄色が帯黄緑色に変わる時とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

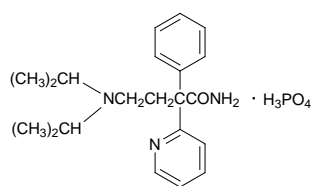
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 10.662 \text{ mg (C}_8\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2) \cdot \text{C}_4\text{H}_8\text{O}_5$$

貯法 容器 気密容器。

108450

リン酸ジソピラミド

Disopyramide Phosphate



$\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$: 437.47

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸ジソピラミド ($\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は水又は氷酢酸に溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 20) はリン酸塩の定性反応を呈する。

(2) 本品の 0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液溶液 (1 : 25000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、 3480 cm^{-1} , 1682 cm^{-1} , 1644 cm^{-1} , 752 cm^{-1} , 704 cm^{-1} 及び 530 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g を水 30 mL に溶かし、薄めた酢酸 (1 : 5) を加えて pH を 3.5 に調整し、更に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液として試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL を加え、pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(3) 水素 本品 2.0 g をとり、第 1 法により検液を調整し、装置 A を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/無水エタノール/強アンモニア水混液 (85 : 14 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、氷酢酸 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

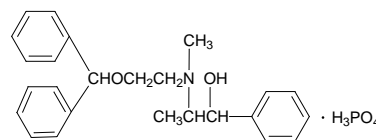
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 21.873 \text{ mg C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O} \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$$

貯法 容器 気密容器。

109094

リン酸ジフェテロール

Difeterol Phosphate



$\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{NO}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$: 473.50

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸ジフェテロール ($\text{C}_{25}\text{H}_{29}\text{NO}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦く、舌を麻痺する。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、氷酢酸又はエタノールにやや溶けにくく、水又は無氷酢酸に溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の飽和水溶液 5 mL にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品 0.3 g に水 30 mL を加え、加熱して溶かし、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液は白濁し、無色の油状物を生じる。これを放置するとき、結晶に変わる。結晶をろ取り、水 50 mL で洗い、60 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥するとき、その融点は 68 ~ 73 $^{\circ}\text{C}$ である。

(3) 本品の飽和水溶液 10 mL に希硝酸 1 mL を加え、析出した結晶をろ過するとき、ろ液はリン酸塩の定性反応を呈する。

融点 189 ~ 193 $^{\circ}\text{C}$

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 2.0 g に新たに煮沸し冷却した水 40 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にメチルレッド試液 2 滴を加え、試料溶液とする。

(i) 試料溶液 10 mL に 0.01 mol/L 硫酸 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤色である。

(ii) 試料溶液 10 mL に 0.02 mol/L 水酸化ナトリウム液

0.20 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 硫酸塩 本品 0.5 g にエタノール 30 mL を加えて溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にエタノール 30 mL、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.038 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸 *n* ブチル/氷酢酸/水/イソプロパノール混液 (10:5:3:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、無水酢酸/非水滴定用氷酢酸混液 (7:3) 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL

= 23.675 mg $C_{25}H_{29}NO_2 \cdot H_3PO_4$

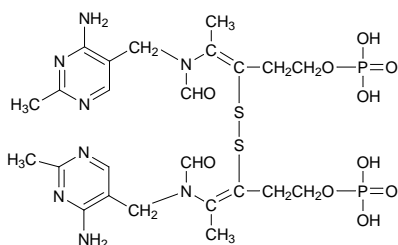
貯法 容器 気密容器。

107242

リン酸チアミンジスルフィド

Thiamine Disulfide Phosphate

リン酸ビスチアミン



$C_{24}H_{36}N_6O_{10}P_2S_2$: 722.67

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸チアミンジスルフィド ($C_{24}H_{36}N_6O_{10}P_2S_2$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。本品は水にやや溶けやすく、メタノール、エタノール、ア

セトン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 50) の pH は約 4 である。

融点: 約 175 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 1000) 5 mL に塩酸システイン溶液 (1 : 100) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えて振り混ぜ、20 分間放置する。直ちに 2 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて混和し、チアミン定量用臭化シアン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (3 : 10) 3 mL を加え、振り混ぜるとき、液は紫青色の蛍光を発する。この蛍光は紫外線によって強くなり、酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現われる。

(2) 本品 0.05 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、必要ならば過する。ろ液はリン酸塩の定性反応 (2) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加え、50 $^{\circ}$ C に加温して溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.5 g を分解フラスコに入れ、硝酸 10 mL 及び硫酸 3 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。液が褐色を呈するときは、更に硝酸 5 mL ずつを加え、液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、水 10 mL 及びシュウ酸アンモニウム 0.5 g を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 25 mL とし、この液 5 mL を検液とし、装置 A を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(4) チオクローム反応陽性物質 本品約 0.1 g を精密に量り、酸性塩化カリウム試液を加えて溶かし、正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品 (あらかじめ塩酸チアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、酸性塩化カリウム試液を加えて、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 mL ずつを共栓試験管 T, T', S 及び S' に正確に量り、以下定量法と同様に操作し、これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、波長 370 nm 付近における励起の極大波長及び 440 nm 付近における蛍光の極大波長で蛍光の強さ F_T , $F_{T'}$, F_S 及び $F_{S'}$ を測定する。

チオクローム反応陽性物質の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{F_T - F_{T'}}{F_S - F_{S'}} \times \frac{1}{250}$$

この式で得たチオクローム反応陽性物質の数値及び水分で得た数値によって対応する脱水物に対するパーセント (%) に換算するとき、0.5 % 以下である。

水分 15.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、塩酸システイン溶液 (1 : 200) 1 mL 及び pH 13.0 のホウ酸・

塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 2 mL を加え、 37 ± 2 °C の水浴中で 15 分間加熱する。直ちに酸性塩化カリウム試液を加えて、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸チアミン標準品（あらかじめ塩酸チアミン（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.1 g を精密に量り、0.001 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 5 mL ずつを共栓試験管 T、T、S 及び S に正確に量る。T 及び S にはチアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜ、水酸化ナトリウム溶液（1/10）5.0 mL を速やかに加えて振り混ぜる。T 及び S には水酸化ナトリウム溶液（1/10）5.0 mL を加えて振り混ぜ、チアミン定量用臭化シアン試液 3.0 mL を加えて振り混ぜる。それぞれの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 368 nm における吸光度 A_T 、 A_T 、 A_S 及び A_S を測定する。

リン酸チアミンジスルフィド（ $C_{24}H_{36}N_8O_{10}P_2S_2$ ）の量（mg）
= 脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量（mg）

$$\times \frac{A_T - A_T}{A_S - A_S} \times 1.0714$$

貯法

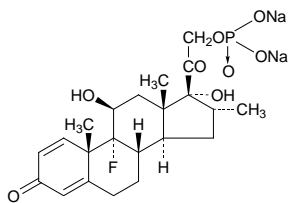
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

101744

リン酸デキサメタゾンナトリウム

Dexamethasone Sodium Phosphate



$C_{22}H_{28}FN_2O_8P$: 516.40

本品は定量するとき、換算した脱エタノール及び脱水物に対し、リン酸デキサメタゾンナトリウム（ $C_{22}H_{28}FN_2O_8P$ ）96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかにエタノール臭がある。

本品は水に溶けやすく、エタノールに極めて溶けにくく、ジオキサン、エーテル、ジクロルメタン又はクロロホルムにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

- 本品 5 mg に硫酸 2 mL を加えて溶かし、5 分間放置するとき、液は淡黄褐色を呈し、この液に水 2 mL を加えるとき、液は暗赤色に変わり、この液に水 8 mL を加えるとき、液は淡黄褐色に変わり、少量の綿状の沈殿を生じる。
- 本品 0.5 g を少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物に水 5 mL を加えて溶かし、必要な

らばる過するとき、液はナトリウム塩の定性反応及びリン酸塩の定性反応（2）を呈する。

- 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により分解した後、よく振り混ぜて燃焼ガスを吸収させた液はフッ化物の定性反応（1）を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +74 ~ +82 °(脱エタノール及び脱水物換算 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g に水を加えて溶かし、100 mL とした液の pH は 7.5 ~ 10.5 である。

純度試験

- 溶状 本品 1.0 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える（20 ppm 以下）。
- ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う（2 ppm 以下）。
- 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液、リン酸標準液及び水 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ 25 mL のメスフラスコに入れ、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 25 mL とする。それぞれの液を 20 ± 1 °C で 30 分間放置した後、それぞれの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 740 nm における吸光度 A_1 、 A_2 及び A_3 を測定し、次の式によって計算するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

遊離リン酸（ H_3PO_4 ）の量（%）

$$= \frac{1}{W} \times \frac{A_1 - A_3}{A_2 - A_3} \times 257.8$$

W : 試料の採取量を脱エタノール及び脱水物に換算した量（mg）

- 遊離デキサメタゾン 本品約 0.1 g を精密に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、水 2 mL を加えて溶かし、ジクロルメタン 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、二層に分離するまで放置する。次にジクロルメタン層が正確に 50 mL となるまでジクロルメタンを加える。ジクロルメタン層につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 236 nm における吸光度 A を測定し、次の式によって計算するとき、遊離デキサメタゾンの量は 1.0 % 以下である。

遊離デキサメタゾン（ $C_{22}H_{28}FO_5$ ）の量（%）

$$= \frac{1}{W} \times \frac{A}{390} \times 50000$$

W : 試料の採取量を脱エタノール及び脱水物に換算した量（mg）

- エタノール 本品約 0.5 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かし、水を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、アルコール数測定用エタノール 1 mL を 15 ± 2 °C で正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、これに内標準溶液 5 mL を正確に加え、次に水を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、

次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のエタノール及び内標準物質のピーク面積又はピーク高さを測定し、次の式によってエタノール量を計算するとき、8.0 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{エタノール (C}_2\text{H}_5\text{OH) の量 (\%)} \\ &= \frac{S}{W} \times \frac{H_T/H_{T1}}{H_S/H_{S1}} \times 0.08 \end{aligned}$$

S : アルコール数測定用無水エタノール中のエタノール (C₂H₅OH) の含量 (g/dL)。

H_T : 試料溶液から得たエタノールのピーク面積又はピーク高さ。

H_{T1} : 試料溶液から得た内部標準物質のピーク面積又はピーク高さ。

H_S : 標準溶液から得たエタノールのピーク面積又はピーク高さ。

H_{S1} : 標準溶液から得た内部標準物質のピーク面積又はピーク高さ。

W : 試料採取量 (g)。

内標準溶液 イソプロパノール溶液 (1 : 100)

操作条件

検出器 : 水素炎イオン化検出器

カラム : 内径 3 mm, 長さ 2 m のガラス管に 149 ~ 177 μm のガスクロマトグラフ用球状多孔性エチルジビニルベンゼン ジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度 : 150 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

試料気化室温度 : 150 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス : 窒素

流量 : 内標準物質の保持時間が 5 ~ 10 分間になるように調整する。

水分 エタノール含量との和は 16.0 % 以下 (0.2 g)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、アルカリ性リン酸加水分解酵素試液 2 mL 及びジクロルメタン 50 mL を加え、時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置する。この液にジクロルメタン層が正確に 100 mL となるまでジクロルメタンを加え、試料溶液とする。別に、デキサメタゾン標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、ジクロルメタンを加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコにとり、ジクロルメタンを加えて 100 mL とする。この液にアルカリ性リン酸加水分解酵素試液 2 mL 及び水 2 mL を加え、時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液のジクロルメタン層につき、紫外可視吸光度測定法によりできるだけ速やかに試験を行い、波長 236 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

リン酸デキサメタゾンナトリウム (C₂₂H₂₈FNa₂O₈P) の量 (mg)

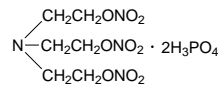
$$= \text{デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 1.316$$

貯法 容器 気密容器。

111959

リン酸トロールニトラート

Trolnitrate Phosphate



C₆H₁₂N₄O₉ · 2H₃PO₄ : 480.17

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸トロールニトラート (C₆H₁₂N₄O₉ · 2H₃PO₄) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノールにやや溶けやすく、氷酢酸にやや溶けにくく、酢酸エチルに極めて溶けにくく、エーテル又は n ヘキサンにほとんど溶けない。

本品に水を加えるとき、トロールニトラートは油状となつて分離する。

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 1 mL を加え、注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす。冷後、この液に硫酸第一鉄試液 3 mL を層積して 5 ~ 10 分間放置するとき、接界面に褐色の輪帯を生じる。

(2) 本品 0.3 g に水 40 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、エーテル 20 mL ずつで 3 回振り混ぜ、水層をとり、希硝酸で中和した液は、リン酸塩 (正リン酸塩) の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 硫酸塩 本品 0.5 g に水 40 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、エーテル 20 mL ずつで 3 回振り混ぜ、水層をとり、水を加えて 50 mL とし、試料原液とする。試料原液 40 mL をとり、希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL, 水酸化ナトリウム試液 4 mL, 希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(2) 遊離硝酸イオン (1) の試料原液 5 mL をとり、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。硝酸標準液 5.0 mL 及び試料溶液 25 mL をそれぞれ別のネスラー管にとり、水を加えてそれぞれ 50 mL とし、グリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ、30 分間放置し、ネスラー管の側面から観察するとき、試料溶液の色は標準液の色より濃くない。

(3) 重金属 本品 1.0 g にエタノール 20 mL を加えて溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノールを加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 5 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10

mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/n ヘキサン混液 (1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、90 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 3 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.14 g を精密に量り、氷酢酸を加えて溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に硝酸カリウム (KNO_3 : 101.10) を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、水 5 mL を加えて溶かし、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、氷酢酸を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び氷酢酸 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、水 10 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 5) 約 12 mL を加えてアルカリ性とし、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、414 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_0 を測定する。

リン酸トロールニトレート ($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}_9 \cdot 2\text{H}_3\text{PO}_4$) の量 (mg)
= 硝酸カリウム (KNO_3) の量 (mg)

$$\times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 1.5832$$

貯法

保存条件 20 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

容器 気密容器。

105491

リン酸二カリウム

Dibasic Potassium Phosphate

リン酸水素カリウム

K_2HPO_4 : 174.18

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸二カリウム (K_2HPO_4) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は塊で、においはなく、味は辛い。本品は水に極めて溶けやすく、エタノールにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品の水溶液 (1 10) はカリウム塩の定性反応 (1), (2) 及びリン酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g をとり、水を加えて 50 mL とした液の pH は 8.6 ~ 9.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 10 mL 及び水を加え

て溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 4 mL 及び水を加えて、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(4) 炭酸塩 本品 2.0 g に水 10 mL を加えて煮沸し、冷後、塩酸 2 mL を加えるとき、液はあわだたない。

(5) 重金属 本品 2.0 g に水 30 mL を加えて溶かした後、希塩酸約 4 mL を徐々に加えて pH を 3.5 ~ 4.0 に調整し、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ナトリウム 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かし、この液につき炎色反応試験 (1) を行うとき、持続する黄色を呈しない。

(7) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(8) 縮合リン酸塩 本品 2.0 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5.0 mL をネスラー管にとり、希酢酸 1.0 mL、酢酸・酢酸ナトリウム試液*5.0 mL 及び水を加えて 15 mL とし、塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和した後、25 \pm 2 $^{\circ}$ C で 15 分間放置するとき、液は混濁しない。

乾燥減量 2.0 % 以下 (5 g, 110 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 3 g を精密に量り、水 50 mL を加えて溶かし、0.5 mol/L 硫酸で滴定する (電位差滴定法)。

0.5 mol/L 硫酸 1 mL = 174.18 mg K_2HPO_4

貯法 容器 気密容器。

109096

リン酸二水素カリウム

Monobasic Potassium Phosphate

リン酸一カリウム

KH_2PO_4 : 136.09

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸二水素カリウム (KH_2PO_4) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は辛い。

本品は水に溶けやすく、氷酢酸に極めて溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

確認試験 本品の水溶液 (1 20) はカリウム塩及びリン酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g に水 50 mL を加えて溶かした液の pH は 4.2 ~ 4.6 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g に水 20 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 10 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009 %

以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 4 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.017 % 以下)。

(4) 炭酸塩 本品 2.0 g に水 10 mL を加えて煮沸し、冷後、塩酸 2 mL を加えるとき、液は泡だたない。

(5) 重金属 本品 2.0 g に希酢酸 2 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(6) ナトリウム 本品 1.0 g に水 100 mL を加えて溶かし、この液につき炎色反応試験(1)を行うとき、持続する黄色を呈しない。

(7) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(8) 縮合リン酸塩 本品 2.0 g に水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5.0 mL をネスラー管にとり、希酢酸 1.0 mL、酢酸・酢酸ナトリウム試液 5.0 mL 及び水を加えて 15 mL とし、塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和した後、 25 ± 2 °C で 15 分間放置するとき、液は混濁しない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (5 g, 105 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 2 g を精密に量り、塩化ナトリウム 5 g 及び水 50 mL を加えて溶かし、1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。

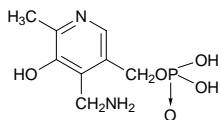
1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 136.09 mg KH_2PO_4

貯法 容器 気密容器。

105739

リン酸ピリドキサミン

Pyridoxamine Phosphate



$\text{C}_8\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_5\text{P}$: 248.17

本品を乾燥したものは、定量するとき、リン酸ピリドキサミン ($\text{C}_8\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_5\text{P}$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、酸味がある。

本品は水にやや溶けやすく、メタノール、アセトン又はクロロホルムに極めて溶けにくく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 235 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 5 mg に水 5 mL を加えて溶かした液にニンヒドリン試液 2 ~ 3 滴を加え、水浴上で 5 分間加熱するとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1/10000) 1 mL に 2, 6 ジプロムキノクロルイミドのエタノール溶液 (1/4000) 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。

(3) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1/100000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 291 ~ 295 nm

に吸収の極大を、波長 246 ~ 250 nm に吸収の極小を示す。また、本品の希水酸化ナトリウム試液の溶液 (1/100000) につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長 246 ~ 250 nm 及び 306 ~ 310 nm に吸収の極大を、波長 269 ~ 273 nm に吸収の極小を示す。

(4) 本品及びリン酸ピリドキサミン標準品 5 mg をとり、それぞれに水 5 mL を加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。この液につき、ろ紙クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつをろ紙上にスポットする。次に *n* プロパノール/強アンモニア水/水混液 (6:3:1) を展開溶媒とし、15 時間展開し、70 °C で 3 ~ 5 分間加熱乾燥する。これにニンヒドリン試液を均等に噴霧し、70 °C で 3 ~ 5 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得ただいたい色のスポットの R_f 値は等しい。

(5) 本品 0.3 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾燥した後、加熱する。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過する。ろ液はリン酸塩の定性反応を呈する。
純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 5 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.071 % 以下)。

(3) 重金属 本品 0.5 g に希酢酸 6 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 0.20 g をとり、第 1 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

(5) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 P より濃くない。

(6) 遊離リン酸 本品約 0.1 g を精密に量り、25 mL のメスフラスコに入れ、水 15 mL を加えて溶かし、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別にリン酸標準液 2 mL を正確に量り、同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液を 20 ± 1 °C で 20 分間放置する。これらの液につき、水 2 mL を用いて同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は 0.1 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の量 (\%)} = \frac{1}{W} \times \frac{A_T}{A_S} \times 5.16$$

W : 試料の採取量 (mg)

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 五酸化リン, 50 °C, 24 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液につき、0.1 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定

法により試験を行い、波長 293 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{リン酸ピリドキサミン (C}_8\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5\text{P) の量 (mg)} \\ &= \frac{A}{362.6} \times 100000 \end{aligned}$$

貯 法

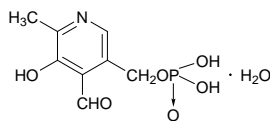
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

009760

リン酸ピリドキサル

Pyridoxal Phosphate



$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NO}_6\text{P} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 265.16

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸ピリドキサル ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NO}_6\text{P} \cdot \text{H}_2\text{O}$) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはない。

本品は水に溶けにくく、エタノール、アセトン、クロロホルム又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸、希硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって変化する。

確認試験

- (1) 本品の水溶液 (1 : 2000) 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい色を呈する。
 - (2) 本品の水溶液 (1 : 20000) 1 mL に新たに製した 2, 6 ジプロムキノクロイミドのエタノール溶液 (1 : 4000) 2 mL 及びアンモニア試液 1 滴を加えるとき、液は青色を呈する。
 - (3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 386 ~ 390 nm に吸収の極大を示す。
 - (4) 本品 0.3 g に硝酸 10 mL 及び強過酸化水素水 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に加熱する。残留物が着色している場合は少量の硝酸及び強過酸化水素水を加え、同様の操作を繰り返す。残留物に水 5 mL を加えて溶かし、必要ならばろ過する。この液はリン酸塩の定性反応を呈する。
- pH 本品 0.1 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 3.5 である。

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は淡黄色～黄色澄明である。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) ヒ素 本品 1.0 g に希塩酸 5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。
- (4) 遊離リン酸 本品 0.10 g に希硝酸 5 mL を加えて

溶かし、水を加えて 30 mL とする。次にモリブデン酸アンモニウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ、10 分間放置した後、 n ブタノール 10 mL を加え、1 分間激しく振り混ぜるとき、 n ブタノール層の色は次の比較液より濃くない。

比較液：リン酸標準液 20 mL をとり、希硝酸 5 mL を加え、以下同様に操作する (0.5 % 以下)。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 五酸化リン, 60 °C, 3 時間)。

定 量 法 本品を乾燥し、その約 0.045 g を精密に量り、pH 6.8 のリン酸塩緩衝液を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 6.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を乾燥し、その約 0.045 g を精密に量り、試料溶液と同様に操作して標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 6.8 のリン酸塩緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、388 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

リン酸ピリドキサル ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{NO}_6\text{P} \cdot \text{H}_2\text{O}$) の量 (mg)

$$= \text{リン酸ピリドキサル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

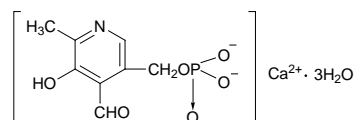
保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

105737

リン酸ピリドキサルカルシウム

Pyridoxal Calcium Phosphate



$\text{C}_8\text{H}_8\text{NO}_6\text{P} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$: 339.25

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ピリドキサルカルシウム ($\text{C}_8\text{H}_8\text{NO}_6\text{P} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 96.0 % 以上を含む。

性 状 本品は淡黄色～黄色の結晶性の粉末である。

本品は水、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて 500 mL とする。この液 2 mL をとり、アンモニア試液 3 ~ 4 滴を加えるとき、液は黄緑色の蛍光を発する。この蛍光は紫外線によって強くなり、希塩酸で酸性にすると消える。
- (2) 本品 5 mg に 0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かし、次に 0.2 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 200 mL とする。この液をろ過し、ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 386 ~ 390 nm に吸収の極大を示す。
- (3) 本品 0.02 g に 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて溶かした液はカルシウム塩の定性反応 (3) を呈する。

純度試験

(1) 遊離リン酸 本品約 0.02 g を精密に量り、別にリン酸標準液及び水 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ 25 mL のメスフラスコに入れ、水 10 mL 及び 60 % 過塩素酸 2.0 mL を加えて溶かし、モリブデン酸アンモニウム試液 2.0 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて 25 mL とし、それぞれ試料溶液、標準溶液及び対照液とする。それぞれを 20 ℃ で 20 分間放置した後、対照液を用い、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定し、次の式によって脱水物に対し、計算するとき、その値は 0.5 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の量 (\%)} = \frac{1}{W} \times \frac{A_T}{A_S} \times 12.89$$

W : 試料の採取量を脱水物に換算した量 (mg)

(2) 重金属 本品約 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

水分 18 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて溶かし、アンモニア試液 1.0 mL を加えて弱アルカリ性とした後、かき混ぜながらシュウ酸アンモニウム試液 5 mL を加え、水を加えて正確に 250 mL とした後、沈殿をろ取り、ろ液 10 mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 200 mL とする。この液につき、希水酸化ナトリウム試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 388 nm 付近における吸収の極大波長で吸光度 A を測定する。

リン酸ピリドキサルカルシウム
($\text{C}_8\text{H}_8\text{CaNO}_6\text{P} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{231.4} \times 50000$$

貯法

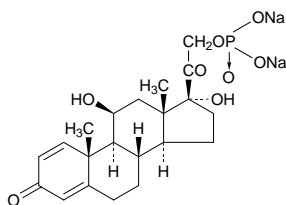
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

009761

リン酸プレドニゾンナトリウム

Prednisolone Sodium Phosphate


 $\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{Na}_2\text{O}_8\text{P}$: 484.39

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リン酸プレドニゾンナトリウム ($\text{C}_{21}\text{H}_{27}\text{Na}_2\text{O}_8\text{P}$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノールに溶けにくく、エーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かし、2 分間放置するとき、液は暗赤色を呈し、蛍光を発しない。

(2) 本品 1.0 g を少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物を希硝酸 10 mL に溶かし、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、必要ならばろ過するとき、液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +95 ~ +102° (乾燥物に換算したもの 1 g, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 10.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 0.5 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (40 ppm 以下)。

(3) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL ずつを加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、 20 ± 1 ℃ で 30 分間放置する。これらの液につき、水 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の量 (\%)} = \frac{1}{W} \times \frac{A_T}{A_S} \times 257.8$$

W : 乾燥物に換算した本品の量 (mg)

(4) 遊離プレドニゾン 本品 0.050 g をとり、50 mL のメスフラスコに入れ、水 2 mL を加えて溶かし、ジクロロメタン 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、二層に分離するまで放置する。次にジクロロメタン層が正確に 50 mL となるまでジクロロメタンを加え、ジクロロメタン層を試料溶液とする。別にプレドニゾン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その 5.0 mg をとり、ジクロロメタンに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、水 2 mL 及びジクロロメタン 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 241 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない。乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 減圧, 105 ℃, 5 時間)。

定量法 本品約 0.1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、ジクロロメタン 50 mL を加える。次にアルカリ性リン酸加水分解酵素試液 1 mL を加え、時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置する。この液にジクロ

ルメタン層が正確に 100 mL となるまでジクロルメタンを加え、ジクロルメタン層を試料溶液とする。別にプレドニゾン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、ジクロルメタンに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 6 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコにとり、水 2 mL 及びジクロルメタン 40 mL を加える。次にアルカリ性リン酸加水分解酵素試液 1 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

リン酸プレドニゾンナトリウム ($C_{21}H_{27}Na_2O_8P$) の量 (mg)

= プレドニゾン標準品の量 (mg)

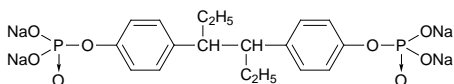
$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 1.344 \times 1.5$$

貯法 容器 気密容器。

106674

リン酸ヘキサステロールナトリウム

Sodium Hexestrol Diphosphate



$C_{18}H_{20}Na_4O_8P_2$: 518.25

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ヘキサステロールナトリウム ($C_{18}H_{20}Na_4O_8P_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール又はエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 50) 5 mL に硝酸銀試液 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、注意して希硝酸を追加するとき、沈殿は溶け、過量の硝酸を追加するとき、再び白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 5000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極大を示し、271 ~ 275 nm に吸収の肩を示す。

(3) 本品の水溶液 (1 : 20) はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 9.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) ヘキサステロール 本品 0.5 g を分液漏斗にとり、水 25 mL に溶かし、希硫酸 2 mL を加え、エーテル 30

mL ずつで 2 回抽出する。エーテル層を合わせ、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 : 100) 10 mL、次に水 10 mL で洗い、エーテルを留去した後、残留物を薄めたエタノール (3 : 5) に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にヘキサステロール 0.010 g を量り、薄めたエタノール (3 : 5) に溶かし、正確に 200 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液につき、薄めたエタノール (3 : 5) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 278 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より小さい。

水分 15 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) クロマトグラフ柱 有効径 0.45 ~ 0.60 mm の強酸性陽イオン交換樹脂 50 g に水 200 mL を加えて 24 時間放置する。上澄液を除き、希塩酸 200 mL を加えて緩やかに振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G 3) を用いて弱く吸引する。樹脂をフラスコに入れ、希塩酸 200 mL ずつで 2 回同様に操作し、水 200 mL ずつで数回洗う。次に樹脂をフラスコに入れ、水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 200 mL ずつで 3 回同様に操作する。更に樹脂をフラスコに入れ、再び希塩酸 200 mL ずつで 3 回同様の操作を行った後、この樹脂 5 mL を樹脂カラム (内径 8 ~ 10 mm) に入れ、洗液が塩化物の反応を認めなくなるまで水で洗う。

(2) 操作法 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、あらかじめ調整したクロマトグラフ柱に入れ、流出速度は 1 分間 2 mL とし、液面が樹脂上部に達したとき、水 5 mL ずつで 6 回流出し、全流出液を集め、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: チモールフタレイン試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液が淡青色となるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

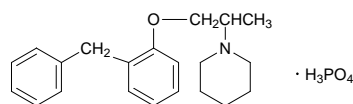
$$= 12.956 \text{ mg } C_{18}H_{20}Na_4O_8P_2$$

貯法 容器 気密容器。

108570

リン酸ベンプロペリン

Benproperine Phosphate



$C_{21}H_{27}NO \cdot H_3PO_4$: 407.44

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ベンプロペリン ($C_{21}H_{27}NO \cdot H_3PO_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、特異なにおいがある。

本品はメタノール又は氷酢酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール、ジクロルメタン又はジオキサンにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 200) 5 mL に希塩酸 1 mL を

加え、ライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液(1 10000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 272 nm 及び 274 ~ 278 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品の水溶液(1 50) 25 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、ジクロロメタン 5 mL ずつで 3 回抽出する。水層に希硝酸 5 mL を加え、モリブデン酸アンモニウム試液 1 mL を加えるとき、淡黄色を呈し、これを加熱するとき、黄色の沈殿を生じる。

融点 149 ~ 153 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g に水 10 mL を加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 A を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、メタノールを加えて溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に第二ブタノール/強アンモニア水混液(3:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気を満たした槽に入れるとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 1.5 % 以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、非水滴定用水酢酸 20 mL 及びジオキサン 20 mL を加えて溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: 塩化メチルロザニリン試液 2 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

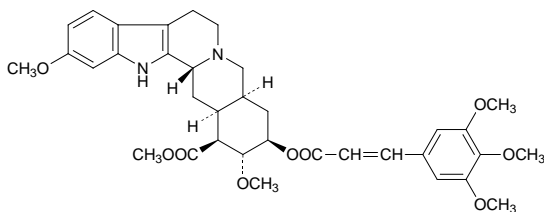
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.74 mg C₂₁H₂₇NO · H₃PO₄

貯法 容器 気密容器。

009850

レシナミン

Rescinnamine



C₃₅H₄₂N₂O₉: 634.72

本品を乾燥したものは定量するとき、レシナミン

(C₃₅H₄₂N₂O₉) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~淡黄白色の結晶性の粉末で、においはな

い。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、酢酸にやや溶けやすく、メタノール又はエタノールに溶けにくく、エーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g にクロロホルム 0.5 mL を加えて溶かし、エタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 2 ~ 4 滴をとり、氷酢酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、バニリンの塩酸溶液(1 50) 4 mL を加え加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g にクロロホルム 1.0 mL を加えて溶かし、エタノールを加えて 100 mL とする。この液 15 mL をとり、エタノール/クロロホルム混液(100:1)を加えて 200 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

旋光度〔α_D²⁰〕: -87 ~ -97°(乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g にクロロホルム 50 mL を加えて溶かすとき、液は無色~淡黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) 他のアルカロイド 本品及びレシナミン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれにクロロホルム 0.5 mL を加えて溶かし、エタノールを加えてそれぞれ正確に 50 mL とする。更に、これらの液 5 mL ずつを正確に量り、エタノール/クロロホルム混液(100:1)を加えて正確に 50 mL とする。更に、これらの液 10 mL ずつを正確に量り、エタノール/クロロホルム混液(100:1)を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 302 nm における吸光度を測定するとき、同一濃度に換算した吸光度の差は 3 % 以下である。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品及びレシナミン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれクロロホルム 0.5 mL を加えて溶かし、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 5 mL を正確に量り、それぞれ分液漏斗に入れ、0.25 mol/L 硫酸試液 50 mL を加え、クロロホルム 20 mL で 1 回、10 mL で 2 回抽出する。各抽出液は、あらかじめ炭酸水素ナトリウム溶液(1 100) 50 mL を入れた分液漏斗に入れ、振り混ぜて洗い、クロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いて、あらかじめエタノール 5 mL を正確に入れたメスフラスコ中にくらし、少量のクロロホルムで洗う。更にクロロホルムを加えて 50 mL とし、それぞれ試料原液及び標準原液とする。試料原液及び標準原液 10 mL を正確に量り、それぞれにエタノール/希塩酸混液(19:1) 10 mL 及び垂

硝酸ナトリウムのエタノール溶液(1 500) 1 mL を正確に加え、塩酸 10 滴を加えた後、振り混ぜる。30 分間放置した後、スルファミン酸アンモニウム試液 1 mL を加え、エタノールを加えて正確に 25 mL とし、振り混ぜた後、10 分間放置し試料溶液及び標準溶液とする。別に試料原液及び標準原液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれエタノール/希塩酸混液(19:1) 10 mL 及びエタノール 1 mL を正確に加え、塩酸 10 滴を加え、以下同様に操作し、試料空試験溶液及び標準空試験溶液とする。試料溶液(T)、標準溶液(S)、試料空試験溶液(T₀)及び標準空試験溶液(S₀)のそれぞれにつき、エタノール/クロロホルム/水混液(15:9:1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 390 nm における吸光度 A_T 、 A_S 、 A_{T0} 及び A_{S0} を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{レシナミン (C}_{35}\text{H}_{42}\text{N}_2\text{O}_9) \text{ の量 (mg)} \\ &= \text{レシナミン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T - A_{T0}}{A_S - A_{S0}} \end{aligned}$$

貯法

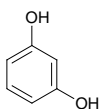
保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

001728

レゾルシン

Resorcin

C₆H₆O₂ : 110.11

本品を乾燥したものは定量するとき、レゾルシン (C₆H₆O₂) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色又は淡赤色の結晶又は粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は甘く、後にやや苦い。

本品は水又はエタノールに極めて溶けやすく、エーテルに溶けやすい。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光又は空気によって徐々に淡赤色となる。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし、クロロホルム 1 滴を加えて加熱するとき、液は深赤色を呈し、塩酸 5 滴を加えるとき、淡褐色に変わる。

(2) 本品の水溶液(1 200) 10 mL に塩化第二鉄試液 3 滴を加えるとき、液は帯青紫色を呈し、アンモニア試液 1 滴を加えるとき、帯褐色に変わる。

融点 109 ~ 112 °C

純度試験

(1) 液性 本品 1.5 g を水 30 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 mL にメチルオレンジ試液 1 滴を加えるとき、液の色はだいたい色である。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う(2 ppm 以下)。

(4) フェノール(1)の試料溶液 5 mL を穏やかに加熱するとき、フェノール臭を発しない。

(5) カテコール(1)の試料溶液 10 mL に希酢酸 2 滴及び酢酸鉛試液 0.5 mL を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 0.5 % 以下(3 g, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、水 50 mL 及び 0.05 mol/L 臭素液 50 mL を正確に加え、速やかに塩酸 5 mL を加え、直ちに密栓し、1 分間よく振り混ぜた後、2 分間放置する。次に注意してヨウ化カリウム試液 5 mL を加え、よく振り混ぜて 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.05 \text{ mol/L 臭素液 } 1 \text{ mL} = 1.8352 \text{ mg C}_6\text{H}_6\text{O}_2$$

貯法

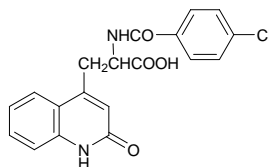
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

111512

レバミピド

Rebamipide

C₁₉H₁₅ClN₂O₄ : 370.79

本品を乾燥したものは定量するとき、レバミピド (C₁₉H₁₅ClN₂O₄) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は、*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液(1 20)は旋光性を示さない。

融点: 288 ~ 294 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液(7 100000)につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 232 nm 及び 327 ~ 331 nm に吸収の極大を示し、波長 290 ~ 296 nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3280 cm⁻¹、1730 cm⁻¹、1644 cm⁻¹、1602 cm⁻¹、1540 cm⁻¹ 及び 760 cm⁻¹ 付近に吸収を認める。

(3) 本品につき、炎色反応試験(2)を行うとき、緑色を

呈する。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 0.5 g を *N,N* ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には、0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。
- (2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には、鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。
- (3) レバミピド *m* クロロ異性体 本品 0.020 g を *N,N* ジメチルホルムアミド 5 mL に溶かし、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に乾燥物に換算したレバミピド *m* クロロ異性体 0.020 g を *N,N* ジメチルホルムアミド 5 mL に溶かし、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液 (1) とする。この液 2 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液 (2) とする。試料溶液及び標準溶液 (2) 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のレバミピド *m* クロロ異性体のピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 0.58 g 及びリン酸二水素カリウム 2.0 g を水 1000 mL に溶かし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 830 mL をとり、アセトニトリル 170 mL を加える。

流量：レバミピドの保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液 10 mL をとり、標準溶液 (1) 50 μ L を加える。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レバミピド *m* クロロ異性体、レバミピドの順に溶出し、レバミピド *m* クロロ異性体のピーク高さに対するレバミピド *m* クロロ異性体とレバミピドのピーク間の谷間の高さの比が 0.6 以下のものを用いる。

検出感度：標準溶液 (2) 20 μ L から得たレバミピド *m* クロロ異性体のピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

- (4) レバミピド脱ベンゾイル体 純度試験 (3) で得られた試料溶液を試料溶液とする。別に、脱水物に換算した遊離塩基としてレバミピド脱ベンゾイル体 0.012 g を 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液 10 mL に溶かし、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルム

アミド混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のレバミピド脱ベンゾイル体のピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法により測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム 0.58 g 及びリン酸二水素カリウム 2.0 g を水 1000 mL に溶かし、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。ろ液 200 mL をとり、アセトニトリル 800 mL を加える。

流量：レバミピド脱ベンゾイル体の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レバミピド脱ベンゾイル体の理論段数が 3000 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たレバミピド脱ベンゾイル体のピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

- (5) 類縁物質 純度試験 (3) で得られた試料溶液を試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のレバミピド以外のピークの合計面積は標準溶液のレバミピドのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (70:30:1)

流量：レバミピドの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：4 クロロ安息香酸 0.020 g を量り、*N,N* ジメチルホルムアミド 5 mL に溶かし、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて 100 mL とする。この液及び試料溶液 5 mL ずつをとり、水/*N,N* ジメチルホルムアミド混液 (1:1) を加えて 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、レバミピド、4 クロロ安息香酸の順に溶出し、その分離度 8 以上のものを用いる。

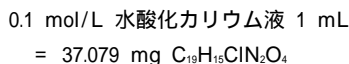
検出感度：標準溶液 20 μ L から得たレバミピドのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：レバミピドの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品を乾燥し, その約 0.6 g を精密に量り, *N,N*-ジメチルホルムアミド 60 mL に溶かし, 0.1 mol/L 水酸化カリウム液で滴定する (指示薬: フェノールレッド試液 2 滴). ただし, 終点は液の微黄色が無色に変わるときとする. 同様の方法で空試験を行い, 補正する.



貯法

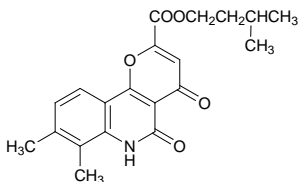
保存条件 遮光して保存する.

容器 密閉容器.

109168

レピリナスト

Repirinast



$C_{20}H_{21}NO_5$: 355.38

本品を乾燥したものは定量するとき, レピリナスト ($C_{20}H_{21}NO_5$) 98.5 % 以上を含む.

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸 (100) に溶けやすく, ジクロロメタンにやや溶けにくく, メタノールに溶けにくく, アセトニトリル又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない.

本品は光によって変化する.

融点: 約 240 °C (分解).

確認試験

(1) 本品 5 mg にメタノール 5 mL を加えて溶かし, 水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は黄色を呈する. 1 分間放置後, 水 5 mL を加えて混和し, 薄めた塩酸 (1 : 2) 0.2 mL を加えて振り混ぜるとき, 液の黄色は消え, 液は白濁する.

(2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 : 100000) につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 233 ~ 237 nm, 258 ~ 262 nm 及び 287 ~ 291 nm に吸収の極大を示す.

(3) 本品及びレピリナスト標準品につき, 赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い, 本品のスペクトルとレピリナスト標準品のスペクトルを比較するとき, 両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める.

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり, 酢酸 (100) 4 mL を加え, 加温して溶かし, アンモニア試液 0.48 mL 及び水を加えて 100 mL とし, よく振り混ぜる. 10 分間放置後ろ過し,

初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液 50 mL をとる. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は鉛標準液 2.0 mL, 酢酸 (100) 2 mL, アンモニア試液 0.24 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下).

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 20 mL とする. 更にこの液 1 mL を正確に量り, ジクロロメタンを加えて正確に 25 mL とし, 標準溶液とする. これらの液につき, 薄層クロマトグラフ法により試験を行う. 試料溶液及び標準溶液 10 µL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする. 次にトルエン/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットは標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品及びレピリナスト標準品を乾燥し, その約 0.015 g ずつを精密に量り, それぞれをアセトニトリル/水混液 (7 : 3) 60 mL に溶かし, 次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後, アセトニトリル/水混液 (7 : 3) を加えて 100 mL とし, 試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 5 µL につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するレピリナストのピークの面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

レピリナスト ($C_{20}H_{21}NO_5$) の量 (mg)

$$= \text{レピリナスト標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フタル酸 *n* ブチルのアセトニトリル/水混液 (7 : 3) 溶液 (1 : 100)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 20 cm のステンレス管に 5 ~ 10 µm の液体クロマトグラフ用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充てんする.

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液/アセトニトリル/メタノール混液 (20 : 9 : 2)

流量: レピリナストの保持時間が 9 ~ 10 分になるように調整する.

カラムの選定: 標準溶液 5 µL につき, 上記の条件で操作するとき, レピリナスト, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 3.0 以上のものを用いる.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

1 通 則

- 1 この基準において、別に定めるもののほか、第一部「1 通則」を準用する。
- 2 「3 各条」に規定する医薬品の適否は、「1 通則」、「2 一般試験法」、「3 各条」の規定並びに第十四改正日本薬局方の製剤総則の規定によって判定する。ただし、「3 各条」の性状の項中、におい、味、結晶形、溶解性、液性、安定性、吸光度、凝固、屈折率、脂肪酸の凝固点、旋光度、粘度、比重、沸点及び融点並びに製剤に関する貯法の保存条件は参考に供したもので、適否の判定基準を示すものではない。
- 3 医薬品の名称は、「3 各条」中日本名又は日本名別名であり、「3 各条」中英名で示した名称は参考に供したものである。第十四改正日本薬局方製剤総則散剤の項において細粒と称することができるものは、散を細粒に読みかえることができる。

2 一 般 試 験 法

第一部「2 一般試験法」を準用する。

3 各 条

アズレンスルホン酸ナトリウム錠

Sodium Azulenesulfonate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するアズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$: 309.36) を含む。

製法 本品は、「アズレンスルホン酸ナトリウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アズレンスルホン酸ナトリウム」0.05 g に対応する量を取り、水 20 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液は更にガラスろ過器 (G 4) を用いてろ過する。ろ液 1 mL をとり、塩酸 1 mL を滴加するとき、液の色はしだいに淡黄色となるか、又は脱色する。

(2) 定量法で得たる液は青紫色を呈し、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 566 ~ 570 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$) 約 0.016 g に対応する量を精密に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液* 70 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液* を加えて正確に 100 mL とする。この液の一部を遠心分離した後、更に上澄液の一部をメンブランフィルター (孔径: 0.45 μ m) を用いてろ過し、初めのろ液 5 mL を捨て、次のろ液を試料溶液とする。別にアズレンスルホン酸ナトリウム標準品をデシケータ (シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.016 g を精密に量り、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液* に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液* を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 568 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アズレンスルホン酸ナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3S \cdot 1/2H_2O$)

の量 (mg)

$$= \text{アズレンスルホン酸ナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。

アセタゾラミド錠

Acetazolamide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するアセタゾラミド ($C_4H_6N_4O_3S_2$: 222.25) を含む。

製法 本品はアセタゾラミド (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いアセタゾラミド (日局) 0.5 g に対応する量を取り、アセトン 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、次の試験を行う。

(1) 残留物 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、次に塩酸ヒドロキシルアミン 0.1 g 及び硫酸銅 0.05 g を水 10 mL に溶かした液 5 mL を加えるとき、液は淡黄色を呈し、更に 5 分間加熱するとき、この呈色は徐々に濃くなる。

(2) 残留物 0.02 g に希塩酸 2 mL を加えて 10 分間煮沸し、冷後、水 8 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 残留物 0.2 g に粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸 (1 : 2) 5 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アセタゾラミド ($C_4H_6N_4O_3S_2$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 60 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。この上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にアセタゾラミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアセタゾラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アセタゾラミド ($C_4H_6N_4O_3S_2$) の量 (mg)

$$= \text{アセタゾラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 スルファジアジンのメタノール溶液 (1 : 2000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: 無水酢酸ナトリウム 4.1 g を水 950 mL に溶かし、アセトニトリル 30 mL 及びメタノール 20 mL を加えた後、氷酢酸を加えて pH を 4.0 に調整する。

流量: アセタゾラミドの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アセタゾラミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

アデノシン三リン酸二ナトリウム注射液

Disodium Adenosine Triphosphate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するアデノシン三リン酸二ナトリウム

($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$: 605.19) を含む。

製法 本品は「アデノシン三リン酸二ナトリウム」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

- (1) 本品の表示量に従い「アデノシン三リン酸二ナトリウム」0.02 g に対応する容量をとり、水を加えて 50 mL とし、この液 2 mL にオルシン・塩化第二鉄試液 1 mL を加え、10 分間水浴中で加熱するとき、液は青緑色を呈する。
- (2) 本品の表示量に従い「アデノシン三リン酸二ナトリウム」0.1 g に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。必要ならば、この液 10 mL につき、エーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。この液 1 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。

pH 8.5 ~ 9.5

定量法 本品のアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 約 0.1 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に移動相 5 mL を加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 (別途「アデノシン三リン酸二ナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に移動相 5 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアデノシン三リン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の量 (mg)

= 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム

$$\text{標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \times 1.098$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの水/アセトニトリル混液 (2:1) 溶液 (1 4000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 259 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 塩化テトラ *n* ブチルアンモニウムの pH 6.0 のクエン酸緩衝液溶液 (1 200)/アセトニトリル混液 (4:1)

流量: アデノシン三リン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アデノシン三リン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

アデノシン三リン酸二ナトリウム腸溶錠

Disodium Adenosine Triphosphate Enteric Coating Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するアデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot$

$3H_2O$: 605.19) を含む。

製法 本品は「アデノシン三リン酸二ナトリウム」をとり、錠剤の製法により腸溶錠を製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アデノシン三リン酸二ナトリウム」0.01 g に対応する量を取り、水 25 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL にオルシン・塩化第二鉄試液 1 mL を加え、10 分間水浴中で加熱するとき、液は青緑色を呈する。

(2) (1) のろ液 1 mL に pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 257 ~ 261 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) 約 0.06 g に対応する量を精密に量り、水 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。ろ液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に移動相 5 mL を加えて試料溶液とする。別にアデノシン三リン酸二ナトリウム標準品 (別途「アデノシン三リン酸二ナトリウム」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.03 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、更に移動相 5 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアデノシン三リン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アデノシン三リン酸二ナトリウム ($C_{10}H_{14}N_5Na_2O_{13}P_3 \cdot 3H_2O$) の量 (mg)

= 脱水物に換算したアデノシン三リン酸二ナトリウム

$$\text{標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \times 1.098$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの水/アセトニトリル混液 (2:1) 溶液 (3 20000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 259 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 塩化テトラ *n* ブチルアンモニウムの pH 6.0 のクエン酸緩衝液溶液 (1 200)/アセトニトリル混液 (4:1)

流量: アデノシン三リン酸の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アデノシン三リン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

アテノロール錠

Atenolol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するアテノロール ($C_{14}H_{22}N_2O_3$; 266.34) を含む。

製法 本品は「アテノロール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法で得た試料溶液 5 mL をとり、メタノールを加えて 15 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm, 274 ~ 278 nm 及び 281 ~ 285 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「アテノロール」0.1 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアテノロール標準品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/強アンモニア水混液(99:1)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは暗紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アテノロール ($C_{14}H_{22}N_2O_3$) 約 0.015 g に対応する量を精密に量り、メタノールを加えて加温した後、振り混ぜる。冷後、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアテノロール標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 6 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 275 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アテノロール ($C_{14}H_{22}N_2O_3$) の量 (mg)

$$= \text{アテノロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{3}{10}$$

貯法 容器 密閉容器。

アフロクアロン錠

Afloqualone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するアフロクアロン ($C_{16}H_{14}FN_3O$; 283.30) を含む。

製法 本品はアフロクアロン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いアフロクアロン(日局)0.01 g に対応する量を取り、無水エタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外線(主波長 360 nm)を照射するとき、青色の蛍光を発する。

(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品

を粉末とし、表示量に従いアフロクアロン(日局)0.01 g に対応する量を取り、無水エタノール 50 mL を加え、振り混ぜた後、無水エタノールを加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 3 mL に無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 228 ~ 232 nm 及び 307 ~ 311 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、表示量に従いアフロクアロン(日局)0.010 g に対応する量を取り、薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)25 mL を正確に加えて振り混ぜた後、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアフロクアロン標準品 0.010 g をとり、薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)を加えて正確に 25 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相, 流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度: 標準溶液 20 μ L から得たアフロクアロンのピーク高さが 4 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: アフロクアロンの保持時間の約 4 倍の範囲

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アフロクアロン ($C_{16}H_{14}FN_3O$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)60 mL を加えてよく振り混ぜた後、薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)を加えて 100 mL とし、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアフロクアロン標準品を 60 °C で 2 時間減圧乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に薄めたリン酸(1 1000)酢酸ニトリル混液(3:2)を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアフロクアロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アフロクアロン ($C_{16}H_{14}FN_3O$) の量 (mg)

$$= \text{アフロクアロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1 2000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液（3：2）

流量：アフロクアロンの保持時間が約 5.5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，アフロクアロン，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

アルジオキサ顆粒

Aldioxa Granules

ジヒドロキシャルミニウムアラントイナート顆粒

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応するアルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$: 218.10) を含む。

製法 本品はアルジオキサ（日局）をとり，顆粒剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従いアルジオキサ（日局）0.2 g に対応する量を取り，希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，ろ過する。ろ液に塩酸フェニルヒドラジン溶液（1 : 100）10 mL を加え，冷後，フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し，更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は紅赤色を呈する。

(2) 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ~ 225 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし，表示量に従いアルジオキサ（日局）0.2 g に対応する量を取り，希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，ろ過する。冷却したる液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

定量法 本品を粉末とし，アルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り，フッ化ナトリウム・塩酸試液 80 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，フッ化ナトリウム・塩酸試液を加え，正確に 100 mL とし，ろ過する。ろ液 2 mL を正確に量り，薄めた pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液溶液（1 : 10）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。別にアルジオキサ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，フッ化ナトリウム・塩酸試液を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り，薄めた pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液溶液（1 : 10）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 223 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$) の量 (mg)

$$= \text{アルジオキサ標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

アルジオキサ錠

Aldioxa Tablets

ジヒドロキシャルミニウムアラントイナート錠

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応するアルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$: 218.10) を含む。

製法 本品はアルジオキサ（日局）をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従いアルジオキサ（日局）0.2 g に対応する量を取り，希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，ろ過する。ろ液に塩酸フェニルヒドラジン溶液（1 : 100）10 mL を加え，冷後，フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し，更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき，液は紅赤色を呈する。

(2) 定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 221 ~ 225 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし，表示量に従いアルジオキサ（日局）0.2 g に対応する量を取り，希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し，ろ過する。冷却したる液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする。アルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り，フッ化ナトリウム・塩酸試液 80 mL を加え，20 分間振り混ぜた後，フッ化ナトリウム・塩酸試液を加え，正確に 100 mL とし，ろ過する。ろ液 2 mL を正確に量り，薄めた pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液溶液（1 : 10）を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。別にアルジオキサ標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，フッ化ナトリウム・塩酸試液を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り，薄めた pH 10.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液溶液（1 : 10）を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 223 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アルジオキサ ($C_4H_7AlN_4O_5$) の量 (mg)

$$= \text{アルジオキサ標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

アルプラゾラム錠

Alprazolam Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応するアルプラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$: 308.76) を含む。

製法 本品はアルプラゾラム（日局）をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従いアルプラゾラム（日局）1 mg に対応する量を取り，塩化ナトリウム溶液（1 : 15）30 mL を加えて振り混ぜた後，エーテル 20 mL を加え，激しく振り混ぜた後，水層と分離する。エーテル層を無

水硫酸ナトリウムを用いて過した後、溶媒を留去する。残留物を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、淡青緑色の蛍光を発する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いアルブラゾラム（日局）1 mg に対応する量を取り、エタノール 50 mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、エタノール 30 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 220 ~ 224 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 (1) または (2) で試験を行うとき、含量均一性試験に適合する。

(1) 本品 1 個をとり、水 5 mL を加えて崩壊するまで振り混ぜる。必要に応じて超音波処理をする。次にメタノール 30 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にアルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) 約 8 μ g を含む液となるようにメタノールを加え、正確に V mL とし、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 30 mL 以上を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にアルブラゾラム標準品を、60 $^{\circ}$ C で 4 時間 0.67 kPa 以下で減圧乾燥し、その約 8 mg を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 5 mL 及びメタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 245 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

アルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) の量 (mg)

$$= \text{アルブラゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{1000}$$

(2) 本品 1 個をとり、移動相 9 mL を加えて崩壊させた後、内標準溶液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアルブラゾラム標準品を 60 $^{\circ}$ C で 4 時間 0.67 kPa 以下で減圧乾燥し、その約 40 mg を精密に量り、1 mL 中にアルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) を表示量の半分量含む液となるように移動相を加えて溶かし、正確に V mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相 7 mL を加え、更に内標準溶液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、定量法の操作条件を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するアルブラゾラムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) の量 (mg)

$$= \text{アルブラゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{2}{V}$$

内標準溶液 安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1500)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) 約 4 mg に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加え、よく振り混ぜる。次に内標準溶液 10 mL を正確に加え、更にメタノール 80 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にアルブラゾラム標準品を 60 $^{\circ}$ C で 4 時間 0.67 kPa 以下で減圧乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。

この液 10 mL を正確に量り、メタノール 70 mL 及び水 10 mL を加え、更に内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するアルブラゾラムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

アルブラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) の量 (mg)

$$= \text{アルブラゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

内標準溶液 安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (3 : 2)

流量：アルブラゾラムの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アルブラゾラム、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

イノシトールヘキサニコチネート錠

Inositol Hexanicotinate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイノシトールヘキサニコチネート ($C_{42}H_{30}N_6O_{12}$: 810.72) を含む。

製法 本品は「イノシトールヘキサニコチネート」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い、「イノシトールヘキサニコチネート」0.01 g に対応する量を取り、塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液 1 mL 及び水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加え、水浴上で 3 ~ 5 分間加温する。冷後、0.5 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化第二鉄試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は紫赤色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い、「イノシトールヘキサニコチネート」0.02 g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、次に 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え再び水浴上で蒸発乾固する。冷後、残留物に 2,4-ジニトロクロロルベンゼン 0.01 g を加えてかき混ぜ、小火炎で 10 秒間穏やかに加熱する。冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 263 nm に吸収の極大を示し、236 ~ 239 nm に吸収の極小を示し、265 ~ 269 nm に吸収の肩を示す。

崩壊試験 試験を行うとき、錠剤の試験に適合する。ただし、試験液には水又は第 1 液を用いる。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イノシトールヘキサニコチネート ($C_{42}H_{30}N_6O_{12}$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.5 mol/L 塩酸試液 150 mL を加え、20 分間激しくかき混ぜた後、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にイノシトールヘキサニコチネート標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.5 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イノシトールヘキサニコチネート ($C_{42}H_{30}N_6O_{12}$) の量 (mg)
= イノシトールヘキサニコチネート標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

イノシン錠

Inosine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイノシン ($C_{10}H_{12}N_4O_5$; 268.23) を含む。

製法 本品は「イノシン」をとり、錠剤の製法により製する。
確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「イノシン」0.03 g に対応する量をとり、水 100 mL を加えて溶かす。この液 3 mL に、オルシンのエタノール溶液 (1 : 10) 0.2 mL を加え、次に硫酸第二鉄アンモニウムの塩酸溶液 (1 : 1000) 3 mL を加え、10 分間水浴中で加熱するとき、緑色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 247 ~ 251 nm に吸収の極大を、波長 220 ~ 224 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イノシン ($C_{10}H_{12}N_4O_5$) 約 1.2 g に対応する量を精密に量り、水約 200 mL を加え約 60 ~ 70 ℃ の水浴中でかき混ぜながら溶かす。冷後、水を加えて正確に 300 mL とする。この液を遠心分離し、その上澄液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にイノシン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 25 mg を精密に量り、水に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 248.5 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イノシン ($C_{10}H_{12}N_4O_5$) の量 (mg)

$$= \text{イノシン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 48$$

貯法 容器 気密容器。

イブプロフェン顆粒

Ibuprofen Granules

本品は定量するとき、93 ~ 107 % に対応するイブプロフェン ($C_{13}H_{18}O_2$; 206.28) を含む。

製法 本品はイブプロフェン (日局) をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いイブプロフェン (日局) 0.1 g に対応する量をとり、無水エタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 4 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いイブプロフェン (日局) 0.015 g に対応する量をとり、希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm に吸収の肩を示し、262 ~ 266 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 1.10 ~ 1.30 である。

定量法 本品を粉末とし、イブプロフェン ($C_{13}H_{18}O_2$) 約 0.5 g に対応する量を精密に量り、エタノール 50 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 20.628 \text{ mg } C_{13}H_{18}O_2$$

貯法 容器 密閉容器。

イブプロフェン錠

Ibuprofen Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するイブプロフェン ($C_{13}H_{18}O_2$; 206.28) を含む。

製法 本品はイブプロフェン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いイブプロフェン (日局) 0.1 g に対応する量をとり、無水エタノール 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 4 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いイブプロフェン (日局) 0.015 g に対応する量をとり、希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液

につき紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 255 ~ 259 nm に吸収の肩を示し、262 ~ 266 nm 及び 271 ~ 275 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_1/A_2 は 1.10 ~ 1.30 である。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従いイブプロフェン(日局) 0.1 g に対応する量を取り、クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用イブプロフェン 0.1 g をとり、クロロホルム 5 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法によって試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキササン/酢酸エチル/氷酢酸混液(15:5:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から単一のスポットを認め、標準溶液から得たスポットの R_f 値と等しい。

定量法 本品 20 錠以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。イブプロフェン($C_{13}H_{18}O_2$) 約 0.5 g に対応する量を精密に量り、エタノール 50 mL を加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬:フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 20.628 \text{ mg } C_{13}H_{18}O_2$$

貯法 容器 気密容器。

エチゾラム錠

Etizolam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するエチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$: 342.85)を含む。

製法 本品は「エチゾラム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」5 mg に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、冷後、硫酸 2 mL を加えて溶かし、この液に紫外線を照射するとき、淡黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「エチゾラム」1 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 80 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm 及び 292 ~ 296 nm に吸収の極大を示す。ただし、測定は 10 分間以内に行う。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 1 mL を加えて崩壊させ、メタノール 35 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、1 mL 中にエチゾラム 0.01 mg を含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、必要ならば上澄液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にエチゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とす

る。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の量(mg)

$$= \text{エチゾラム標準品の量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{4000}$$

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、水 2 mL を加えた後、メタノール 150 mL を加えて 20 分間激しく振り混ぜた後、正確に 200 mL とし、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にエチゾラム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 242 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

エチゾラム($C_{17}H_{15}ClN_4S$)の量(mg)

$$= \text{エチゾラム標準品の量(mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{8}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

エラスターゼ腸溶錠

Elastase Enteric coated Tablets

本品は定量するとき、表示量の 85 ~ 125 % に対応するエラスターゼ単位を含む。

製法 本品は「エラスターゼ ES」をとり、錠剤の製法により腸溶錠を製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い 3600 エラスターゼ単位に対応する量を取り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液をとり、これにトリクロル酢酸溶液(1 : 100) 5 mL を加え、生じた沈殿を遠心分離し、上澄液を捨てる。沈殿物に水 30 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を捨てる。これに更に水 30 mL を加え、同様の操作を繰り返す。残留物を 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.5 mL に溶かし、硫酸銅溶液(1 : 100)を少量ずつ加えるとき、液は初め赤紫色を呈し、次いで紫色を経て青紫色に変わる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い 3600 エラスターゼ単位に対応する量を取り、pH 8.8 の希バリッチュ緩衝液 100 mL を加えてよく振り混ぜる。その一部をとり、遠心分離し、その上澄液 50 mL にエラスチン 0.05 g を加え、45 $^{\circ}$ C で 1 時間振り混ぜるとき、エラスチンはほとんど溶ける。

定量法 9000 エラスターゼ単位に対応する錠剤をとり、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液 200 mL を加え、氷冷しながら錠剤の原形を認めなくなるまで約 30 分間かき混ぜ、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、ウシ血清アルブミン試

液 5 mL を正確に加え、氷冷した pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。エラストラーゼ基質液 2 mL ずつを正確に量り、3 個の 10 mL のメスフラスコに入れ、2 個は試料溶液用、1 個はウシ血清アルブミン加 pH 8.5 のトリス緩衝液用とし、 25 ± 0.1 °C の恒温槽に 5 分間浸す。別に試料溶液及びウシ血清アルブミン加 pH 8.5 のトリス緩衝液を 25 ± 0.1 °C に 5 分間浸し、その 0.5 mL ずつを正確に量り、それぞれを先のメスフラスコに加え、 25 ± 0.1 °C で正確に 10 分間放置した後、氷酢酸 0.5 mL ずつを正確に加え、激しく振り混ぜ、次いで水を加えて正確に 10 mL とする。これらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、それぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T 及び A_0 を測定し、 A_T の平均値 \bar{A}_T を求める。別に *p* ニトロアニリン標準品約 0.06 g を精密に量り、メタノール 70 mL に溶かし、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 8.5 のトリス緩衝液を加えて正確に 50 mL とする。更に、この液 5 mL を正確に量り、氷酢酸 2.5 mL を正確に加え、水を加えて正確に 50 mL とし、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 410 nm における吸光度 A_0 を測定する。1 エラストラーゼ STANA 単位は、上記の測定条件下で 1 分間に $1 \mu\text{mol}$ の *p* ニトロアニリンを生成するときの酵素活性に相当し、次式により、エラスチン法によるエラストラーゼ単位を計算する。

$$\begin{aligned} & \text{エラストラーゼ単位} \\ &= p \text{ ニトロアニリン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{\bar{A}_T - A_0}{A_0} \times 7.240 \times 7.03 \times 2.5 \end{aligned}$$

7.03 : STANA 単位よりエラスチン法のエラストラーゼ単位への換算係数

貯法 容器 気密容器。

塩化トロスピウム錠

Trospium Chloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩化トロスピウム ($\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClNO}_3$; 427.96) を含む。

製法 本品は「塩化トロスピウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩化トロスピウム」0.05 g に対応する量を取り、水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、水 4 mL、ピクリン酸試液 1 滴及び 5 % アンモニア溶液 0.5 mL を加え、直ちにクロロホルム 5 mL を加え、激しく振り混ぜて静置するとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

(2) (1) のろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 251 ~ 253 nm 及び 257 ~ 259 nm に吸収の極大を、また、波長 247 ~ 250 nm 及び 254 ~ 256 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩化トロスピウム ($\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClNO}_3$) 約 0.025 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水 50 mL を加え、30 秒間振り混ぜた後、水を加えて正確

に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩化トロスピウム標準品を 60 °C で 5 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに水 40 mL、5 % アンモニア溶液 2 mL 及びピクリン酸試液 0.2 mL を加え、クロロホルム 10 mL で 4 回抽出し、脱脂綿を用いてろ過する。それぞれのろ液を合わせ、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。これらの液につき、クロロホルム 10 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 364 nm における吸光度 A_T 及び A_0 を測定する。

塩化トロスピウム ($\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClNO}_3$) の量 (mg)

$$= \text{塩化トロスピウム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_0}$$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸アルプレノロールカプセル

Alprenolol Hydrochloride Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸アルプレノロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{23}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$; 285.81) を含む。

製法 本品は塩酸アルプレノロール (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、試料とする。表示量に従い塩酸アルプレノロール (日局) 0.05 g に対応する量を取り、水 5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に臭素試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、淡黄色の沈殿を生じるが、この沈殿は振り混ぜるとき、直ちに溶解、液は無色となる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 269 ~ 273 nm 及び 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸アルプレノロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{23}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$) 約 0.5 g に対応する量を精密に量り、エタノール 300 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、エタノールを加えて正確に 500 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸アルプレノロール標準品をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_0 を測定する。

塩酸アルプレノロール ($\text{C}_{15}\text{H}_{23}\text{NO}_2 \cdot \text{HCl}$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸アルプレノロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_0} \times 10$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸エタフェノン錠

Etafenone Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸エタフェノン ($C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$; 361.91) を含む。

製法 本品は「塩酸エタフェノン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

- (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸エタフェノン」0.04 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、黄褐色の沈殿を生じる。
- (2) (1) のろ液 5 mL に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加え、しばらく放置するとき黄色の沈殿を生じる。
- (3) 定量法で得た試料溶液 14 mL に 0.01 mol/L 塩酸を加えて 20 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 248 ~ 251 nm 及び 300 ~ 303 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸エタフェノン ($C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl$) 約 0.014 g に対応する量を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸 150 mL を加えてよく振り混ぜた後、0.01 mol/L 塩酸を加えて正確に 200 mL とし、ろ過する。最初のろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸エタフェノン標準品をデシケーター(シリカゲル)で 4 時間乾燥し、その約 0.014 g を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸に溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 302 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸エタフェノン } (C_{21}H_{27}NO_2 \cdot HCl) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸エタフェノン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸 L エチルシステイン錠

L Cysteine Ethylester Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸 L エチルシステイン ($C_8H_{17}NO_2S \cdot HCl$; 185.67) を含む。

製法 本品は塩酸エチルシステイン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

- (1) 本品(剤皮は除去する)を粉末とし、表示量に従い塩酸エチルシステイン(日局)0.1 g に対応する量を取り、水 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 4 mL にアンモニア試液を加えてアルカリ性とし、ニトロプルシドナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。
- (2) (1) のろ液 5 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びニンヒドリン試液 3 mL を加えるとき、液は青色を呈する。

定量法 本品 20 個以上(剤皮は除去する)をとり、その質

量を精密に量り、粉末とする。塩酸 L エチルシステイン ($C_8H_{17}NO_2S \cdot HCl$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、pH 6.7 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム・四ホウ酸ナトリウム緩衝液を加えて振り混ぜて正確に 200 mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸 L エチルシステイン標準品をデシケーター(減圧、五酸化リン)で 5 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、pH 6.7 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム・ホウ酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び pH 6.7 の 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム・ホウ酸ナトリウム緩衝液 5 mL ずつ正確に量り、N エチルマレイミド試液 5 mL を正確に加えた後、pH 6.7 のリン酸二水素カリウム・ホウ酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 25 mL とし、室温で 30 分間放置する。これらの液を T 液、S 液及び B 液とする。T 液、S 液及び B 液につき、pH 6.7 の 0.1 M リン酸二水素カリウム・ホウ酸ナトリウム緩衝液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 302 nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_B を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸 L エチルシステイン } (C_8H_{17}NO_2S \cdot HCl) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸 L エチルシステイン標準品の量 (mg)} \end{aligned}$$

$$\times \frac{A_B - A_T}{A_B - A_S} \times 2$$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸エペリゾン錠

Eperisone Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$; 295.85) を含む。

製法 本品は「塩酸エペリゾン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

- (1) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸エペリゾン」0.10 g に対応する量を取り、メタノール 50 mL を加えて 20 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり減圧下で溶媒を留去し、残留物に水 5 mL を加えて溶かした後、ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、紅白色の沈殿を生じる。
- (2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の塩酸エペリゾン ($C_{17}H_{25}NO \cdot HCl$) 約 0.50 g に対応する個数をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 150 mL を加えて 20 分間超音波で崩壊させた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とする。この液をろ過し、最初のろ液 10 mL を捨て、次のろ液 5 mL を正確にとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 3 mL を正確にとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸エペリゾン標準品(別途「塩酸エペリゾン」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約 0.06 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確にとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、

更にその 3 mL を正確にとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸エペリゾン (C}_{17}\text{H}_{25}\text{NO} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した塩酸エペリゾン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 8 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸オクスプレノロール錠

Oxprenolol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する

塩酸オクスプレノロール (C₁₅H₂₃NO₃ · HCl : 301.81) を含む。

製法 本品は塩酸オクスプレノロール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸オクスプレノロール (日局) 0.1 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾燥する。残留物に水 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL に、硫酸銅試液 1 滴及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、更にジエチルエーテル 1 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、ジエチルエーテル層は赤紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸オクスプレノロール (日局) 0.04 g に対応する量を取り、水 3 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 272 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。

崩壊試験 試験を行うとき、適当なコーティング剤で削皮を施した錠剤の試験に適合する。ただし、試験時間は 15 分間とする。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸オクスプレノロール (C₁₅H₂₃NO₃ · HCl) 約 0.08 g に対応する量を精密に量り、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) 80 mL を加え、1 時間振り混ぜた後、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 25 mL を正確に量り、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸オクスプレノロール標準品を 80 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、メタノール/0.1 mol/L 塩酸試液混液 (9 : 1) を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 274 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 並びに波長 300 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

塩酸オクスプレノロール (C₁₅H₂₃NO₃ · HCl) の量 (mg)

= 塩酸オクスプレノロール標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}}$$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸カルテオロール錠

Carteolol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する

塩酸カルテオロール (C₁₆H₂₄N₂O₃ · HCl : 328.83) を含む。

製法 本品は塩酸カルテオロール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸カルテオロール (日局) 0.05 g に対応する量を取り、水 5 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸カルテオロール (日局) 2 mg に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により紫外吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸カルテオロール (C₁₆H₂₄N₂O₃ · HCl) 約 0.015 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 40 mL を正確に加えて、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 4 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸カルテオロール標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 252 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸カルテオロール (C₁₆H₂₄N₂O₃ · HCl) の量 (mg)

$$= \text{塩酸カルテオロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸クロルプレナリン錠

Clorprenaline Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する

塩酸クロルプレナリン (C₁₁H₁₆ClNO · HCl : 250.16) を含む。

製法 本品は「塩酸クロルプレナリン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸クロルプレナリン」0.05 g に対応する量を取り、pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液 100 mL を加え、振り混ぜながら 80 ~ 90 °C で 30 分間加温する。冷後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 6 mL をとり、pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液を加えて 100 mL とする。この液 5 mL にプロ

ムチモールブルー試液* 2 mL を加えて振り混ぜた後, 1 2 ジクロルエタン 30 mL を加え, 3 分間激しく振り混ぜて放置するとき, 1 2 ジクロルエタン層は黄色を呈する。

(2) (1) の試料溶液につき, 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき, 波長 261 ~ 263 nm 及び 265 ~ 267 nm に吸収の極大を示す。

定量法 塩酸クロルプレナリン ($C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$) 約 0.05 g に対応する錠剤をとり, これに pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液 70 mL を加え, 振り混ぜながら 80 ~ 90 °C で 30 分間加温する。冷後, pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液を加えて正確に 100 mL とし, ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き, 次のろ液 6 mL を正確に量り, pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液を加えて正確に 100 mL とし, 試料溶液とする。別に塩酸クロルプレナリン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し, その約 0.05 g を精密に量り, pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液 50 mL に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 6 mL を正確に量り, pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液, 標準溶液及び空試験として pH 7.0 のブリン・ロビンソン緩衝液 5 mL ずつを正確に量り, それぞれにブロムチモールブルー試液* 2 mL を正確に加えて振り混ぜた後, 1 2 ジクロルエタン 30 mL を正確に加え, 3 分間激しく振り混ぜる。次に約 5 分間遠心分離する。水層を取り除いた後, 1 2 ジクロルエタン層の 25 mL ずつを正確に量り, 無水エタノール 0.5 mL を正確に加える。これらの液につき, 15 分以内に 1 2 ジクロルエタンを対照とし, 紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液, 標準溶液及び空試験から得たそれぞれの液の波長 410 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_0 を測定する。

塩酸クロルプレナリン ($C_{11}H_{16}ClNO \cdot HCl$) の量 (mg)

= 塩酸クロルプレナリン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸ジフェニドール錠

Diphenidol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき, 表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸ジフェニドール ($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$: 345.91) を含む。

製法 本品は塩酸ジフェニドール (日局) をとり, 錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし, 表示量に従い塩酸ジフェニドール (日局) 0.2 g に対応する量を取り, メタノール 50 mL を加え, 5 分間振り混ぜた後, 遠心分離する。この上澄液を水浴上で蒸発乾固し, 残留物に水 20 mL を加えて振り混ぜた後, ろ過する。ろ液 5 mL にライネック塩試液 2 mL を加えるとき, 淡赤色の沈殿を生じる。

定量法 本品 20 個以上をとり, その質量を精密に量り, 粉末とする。塩酸ジフェニドール ($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) 約 0.03 g に対応する量を精密に量り, 希酢酸/メタノール混液 (7:3) 35 mL を加え, 30 分間振り混ぜた後, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 更に希酢酸/メタノール混液 (7:3) を

加えて 50 mL とし, 遠心分離し, 必要ならばメンブランフィルター (孔径: 0.45 μ m) でろ過し, 試料溶液とする。別に塩酸ジフェニドール標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 5 時間乾燥し, その約 0.03 g を精密に量り, 希酢酸/メタノール混液 (7:3) 35 mL を加えて溶かし, 内標準溶液 5 mL を正確に加え, 更に希酢酸/メタノール混液 (7:3) を加えて 50 mL とし, 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき, 次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するジフェニドールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸ジフェニドール ($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸ジフェニドール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (3 1000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 0.005 mol/L 1 オクタンスルホン酸ナトリウムを含むメタノール/薄めたリン酸 (1 1000) 混液 (3:2)。

流量: ジフェニドールの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質及びジフェニドールの順に溶出し, その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ジラゼブ錠

Dilazep Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき, 表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸ジラゼブ ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 695.63) を含む。

製法 本品は塩酸ジラゼブ (日局) をとり, 錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし, 表示量に従い塩酸ジラゼブ (日局) 0.5 g に対応する量を取り, 水 100 mL を加えて 10 分間よく振り混ぜた後, ろ過する。ろ液 50 mL をとり, 炭酸水素ナトリウム試液 20 mL を加え, エーテル 30 mL ずつで 2 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ, 水 10 mL ずつで 3 回洗った後, 無水硫酸ナトリウム 5 g を加えて振り混ぜ, 1 時間放置後, ろ過する。ろ液は水浴上で注意しながら留去し, 残留物に 1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えてよく振り混ぜ, 更に水 10 mL を加えて振り混ぜた後, ろ過する。ろ液 1 mL をとり, 塩酸ヒドロキシルアミン溶液 (1 10) 0.1 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 0.1 mL を加え, 70 °C の水浴中で 10 分間加温し, 冷後, 希塩酸 0.5 mL 及び塩化第二鉄試液 0.1 mL を加えるとき, 液は紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし, 表示量に従い塩酸ジラゼブ (日局)

0.03 g に対応する量を取り、水 5 mL を加えて 10 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にライネック塩試液 0.3 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸ジラゼブ ($C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、移動相 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ジラゼブ標準品（別途塩酸ジラゼブ（日局）と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジラゼブのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ジラゼブ } (C_{31}H_{44}N_2O_{10} \cdot 2HCl \cdot H_2O) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算した塩酸ジラゼブ標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.0266 \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (9 50000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル/氷酢酸混液 (60 : 40 : 1) 1000 mL に 1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を加えて溶かす。

流量：ジラゼブの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ジラゼブの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

塩酸ジルチアゼム錠

Diltiazem Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸ジルチアゼム ($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$; 450.98) を含む。

製法 本品は塩酸ジルチアゼム（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸ジルチアゼム（日局）0.06 g に対応する量を取り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、水を加えて 500 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 234 ~ 238 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸ジ

チアゼム（日局）0.050 g に対応する量を取り、エタノール (99.5) 30 mL を加えて 5 分間加温し、10 分間激しく振り混ぜ、冷後、水 10 mL を加えて更に 15 分間激しく振り混ぜた後、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その 5.0 mg をとり、エタノール (99.5) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 10 mL 及びエタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は、標準溶液のジルチアゼムのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たジルチアゼムのピーク高さが 10 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約 2 倍の範囲

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸ジルチアゼム ($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 約 0.03 g に対応する量を精密に量り、エタノール (99.5) 80 mL を加えて 5 分間加温した後、10 分間激しく振り混ぜる。冷後、水 40 mL を加えて 15 分間激しく振り混ぜた後、内標準溶液 20 mL を正確に加え、更に 10 分間激しく振り混ぜた後、エタノール (99.5) を加えて 200 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸ジルチアゼム標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、エタノール (99.5) 80 mL 及び水 40 mL を加えて溶かし、内標準溶液 20 mL を正確に加え、エタノール (99.5) を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジルチアゼムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ジルチアゼム } (C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸ジルチアゼム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 安息香酸フェニルのエタノール (99.5) 溶液 (1 : 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：240 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物 8 g 及び *d* カンファスルホン酸 1.5 g を水 500 mL に溶かし、孔径約 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過する。このろ液にアセトニトリル 250 mL 及びメタノール 250 mL を加えた後、酢酸ナトリウム三水和物を加えて pH を 6.6 に調整する。

流量：ジルチアゼムの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：塩酸ジルチアゼム（日局）0.03 g，*d* 3 ヒドロキシ *cis* 2,3 ジヒドロ 5 [2 (ジメチルアミノ)エチル] 2 (4 メトキシフェニル) 1,5 ベンゾチアゼピン 4 (5 *H*) オン塩酸塩（以下，脱アセチル体という）0.02 g 及び安息香酸フェニル 0.02 g をとり，エタノール (99.5) 160 mL に溶かし，更に水を加えて 200 mL とする。この液 20 μ L につき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度がそれぞれ 2.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

塩酸チアラミド錠

Tiaramide Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸チアラミド ($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$; 392.30) を含む。

製法 本品は塩酸チアラミド（日局）をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従い塩酸チアラミド（日局）0.05 g に対応する量を取り，水 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 5 mL にドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき，だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 定量法の試料溶液につき，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液を対照として，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 285 ~ 289 nm 及び 292 ~ 296 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする。塩酸チアラミド ($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液 60 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし，ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，試料溶液とする。別に塩酸チアラミド標準品を 105 $^{\circ}C$ で 3 時間乾燥し，その約 0.1 g を精密に量り，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL をとり，水を加えて 100 mL とした液を対照として，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 294 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸チアラミド ($C_{15}H_{18}ClN_3O_3S \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸チアラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸トドララジン散

Todralazine Hydrochloride Powder

塩酸エカラジン散

本品は定量するとき，表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸トドララジン ($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$; 286.71) を含む。
製法 本品は塩酸トドララジン（日局）をとり，散剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い塩酸トドララジン（日局）0.05 g に対応する量を取り，水 50 mL を加えて溶かす。この液 2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 5 mL を加えるとき，液は混濁し，黒色の沈殿を生じる。

(2) 本品の表示量に従い塩酸トドララジン（日局）0.01 g に対応する量を取り，0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて溶かす。この液 15 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 299 ~ 303 nm 及び 311 ~ 315 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の表示量に従い塩酸トドララジン ($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り，移動相約 40 mL を加えてよく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加えた後，移動相を加えて 50 mL とし，試料溶液とする。別に塩酸トドララジン標準品（別途塩酸トドララジン（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.02 g を精密に量り，移動相を加えて溶かし，正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するトドララジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸トドララジン ($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した塩酸トドララジン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.067$$

内標準溶液 フタル酸水素カリウムの移動相溶液 (1500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：260 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水/メタノール混液 (3 : 2) 1000 mL に溶かす。この液に水酢酸を加えて pH を 3.0 ~ 3.5 に調整する。

流量：トドララジンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，トドララジンの順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

塩酸トドラジン錠

Todralazine Hydrochloride Tablets

塩酸エカラジン錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸トドラジン ($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$: 286.71) を含む。
 製法 本品は塩酸トドラジン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

- (1) 本品の表示量に従い塩酸トドラジン(日局) 0.05 g に対応する量を取り、水 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL に硝酸銀・アンモニア試液 5 mL を加えるとき、液は混濁し、黒色の沈殿を生じる。
 (2) 本品の表示量に従い塩酸トドラジン(日局) 0.01 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 15 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 299 ~ 303 nm 及び 311 ~ 315 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸トドラジン ($C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、移動相約 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離した後、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トドラジン標準品(別途塩酸トドラジン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.02 g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトドラジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸トドラジン} (C_{11}H_{12}N_4O_2 \cdot HCl \cdot H_2O) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した塩酸トドラジン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1.067 \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸水素カリウムの移動相溶液(150)

操作条件

- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：260 nm)
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を水/メタノール混液(3:2) 1000 mL に溶かす。この液に氷酢酸を加えて pH を 3.0 ~ 3.5 に調整する。
 流量：トドラジンの保持時間が約 11 分になるように調整する。
 カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トドラジンの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ドブタミン注射液

Dobutamine Hydrochloride Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 98 ~ 102 % に対応する塩酸ドブタミン ($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$: 337.84) を含む。

製法 本品は塩酸ドブタミン(日局)をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液で、においはない。

確認試験

- (1) 本品の表示量に従い、塩酸ドブタミン(日局) 0.05 g に対応する容量を取り、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示す。
 (2) 本品の表示量に従い、塩酸ドブタミン(日局) 0.01 g に対応する容量を取り、メタノール 1 mL を加え、試料溶液とする。別に塩酸ドブタミン標準品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸混液(78:22:5)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青緑色を呈し、その R_f 値は等しい。

pH 2.7 ~ 3.3

定量法 本品の塩酸ドブタミン ($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl$) 約 0.04 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更に水/メタノール混液(1:1)を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ドブタミン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加えて溶かし、更に水/メタノール混液(1:1)を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するドブタミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ドブタミン} (C_{18}H_{23}NO_3 \cdot HCl) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸ドブタミン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 サリチルアミドの水/メタノール混液(1:1)溶液(1125)

操作条件

- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：pH 3.0 の酒石酸緩衝液/メタノール混液(7:3)
 流量：ドブタミンの保持時間が約 7 分になるように調整

する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ドブタミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

塩酸トリメタジジン錠

Trimetazidine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 94 ~ 106 % に対応する塩酸トリメタジジン ($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$: 339.26) を含む。

製法 本品は塩酸トリメタジジン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸トリメタジジン(日局) 0.01 g に対応する量を取り、エタノール/水混液(3:1) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液をとり、水浴上で溶媒を留去し、残留物に水 2 mL を加えて振り混ぜる。この液 1 mL に *p* ベンゾキノン試液 1 mL を加え、2 ~ 3 分間穏やかに煮沸し、冷却するとき、液は赤色を呈する。

(2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸トリメタジジン ($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$) 約 3 mg に対応する量を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 30 mL 及びクロロホルム 30 mL を正確に加えて 5 分間よく振り混ぜる。約 10 分間静置後、クロロホルム層 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 15 mL を正確に加えて 5 分間よく振り混ぜた後、遠心分離し、得られる上澄液を試料溶液とする。別に、塩酸トリメタジジン標準品(別途塩酸トリメタジジン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.030 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 300 mL とする。この液 30 mL を正確に量り、クロロホルム 30 mL を正確に加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。0.1 mol/L 塩酸試液を対照とし、試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸トリメタジジン ($C_{14}H_{22}N_2O_3 \cdot 2HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸トリメタジジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸トリメトキノール錠

Trimetoquinol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸トリメトキノール ($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$: 399.87) を含む。

製法 本品は塩酸トリメトキノール(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 3 mg に対応する量を取り、水 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に *p* ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1:2000) 2 mL を加えるとき、液は直ちに黄色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 5 mg に対応する量を取り、0.01 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 281 ~ 285 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 0.01 g に対応する量を取り、無水エタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品 0.01 g を無水エタノール 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/ギ酸混液(10:5:1)を分液漏斗に入れ、10 分間激しく振り混ぜた後、24 時間放置し、上澄液を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、暗所で薄層板を風乾し、60 $^{\circ}$ C で 30 分間乾燥する。冷後、炭酸ナトリウム溶液(1:5)を均等に噴霧し、風乾した後、薄めたフォルイン試液(1:4)を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸トリメトキノール ($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸試液 30 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 15 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品(別途 105 $^{\circ}$ C で 4 時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリメトキノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸トリメトキノール ($C_{19}H_{23}NO_5 \cdot HCl \cdot H_2O$) の量 (mg)

= 乾燥物に換算した塩酸トリメトキノール標準品の量 (mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5} \times 1.0472$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチル 0.02 g を移動相に溶かし、50 mL とする。この液 8 mL に移動相を加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル

化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g に pH 2.5 の 0.01 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 1000 mL に溶かし、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 500 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：トリメトキノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、トリメトキノール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸トリメトキノールシロップ

Trimetoquinol Hydrochloride Syrup

本品は水性のシロップ剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸トリメトキノール (C₁₉H₂₃NO₅ · HCl · H₂O : 399.87) を含む。

製法 本品は塩酸トリメトキノール(日局)をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 1 mg に対応する容量をとり、水 4 mL 及び塩化第二鉄試液 0.5 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈し、これに薄めたアンモニア試液(1 : 10) 1 mL を加えるとき、液は暗褐色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 1 mg に対応する容量をとり、*p* ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液(1 : 2000) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 4 滴を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品の表示量に従い塩酸トリメトキノール(日局) 0.01 g に対応する容量を分液漏斗にとり、炭酸水素ナトリウム試液 15 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回抽出する。クロロホルム層を合わせ、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離して水層を分取し、試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品 0.01 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調整した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/ギ酸混液(10 : 5 : 1) を分液漏斗に入れ、10 分間激しく振り混ぜた後、24 時間放置し、上澄液を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、暗所で薄層板を風乾し、60 ℃ で 30 分間乾燥する。冷後、炭酸ナトリウム溶液(1 : 5) を均等に噴霧し、風乾した後、薄めたフォリン試液(1 : 4) を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青色を呈し、それらの *R_f* 値は等しい。

pH 3.0 ~ 5.0

定量法 本品の塩酸トリメトキノール(C₁₉H₂₃NO₅ · HCl ·

H₂O) 約 0.01 g に対応する容量をメスフラスコを用いて正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、先のメスフラスコを水でよく洗い、洗液は 100 mL のメスフラスコに合わせ、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸トリメトキノール標準品(別途 105 ℃ で 4 時間減圧乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリメトキノールのピーク面積の比 *Q_T* 及び *Q_S* を測定する。

塩酸トリメトキノール(C₁₉H₂₃NO₅ · HCl · H₂O) の量(mg)
= 乾燥物に換算した塩酸トリメトキノール標準品の量(mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5} \times 1.0472$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチル 0.02 g を移動相に溶かし、50 mL とする。この液 8 mL に移動相を加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g に pH 2.5 の 0.01 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液 1000 mL に溶かし、孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 500 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：トリメトキノールの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、トリメトキノール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸トルペリゾン錠

Tolperisone Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸トルペリゾン(C₁₆H₂₃NO · HCl : 281.82) を含む。

製法 本品は塩酸トルペリゾン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い、塩酸トルペリゾン(日局) 1.0 g に対応する量を取り、クロロホルム 40 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液をろ過し、ろ液を蒸発乾燥する。残留物 0.2 g をエタノール 2 mL に溶かし、*m* ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウ

△試液 2 mL を加えて加熱するとき、液は赤色を呈する。
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸トルペリゾン ($C_{16}H_{23}NO \cdot HCl$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 30 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、内標準溶液を加えて正確に 50 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸トルペリゾン標準品をデシケーター（減圧、シリカゲル）で 3 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、内標準溶液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対するトルペリゾンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸トルペリゾン (C}_{16}\text{H}_{23}\text{NO} \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸トルペリゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ジメチル 2.4 mL にメタノールを加えて 500 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 2 mm、長さ約 50 cm のステンレス管に粒径 20 μ m の液体クロマトグラフ用多孔性スチレンジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：メタノール/アセトニトリル/0.1 mol/L 塩酸試液混液（94：5：1）

流量：トルペリゾンのピークが約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トルペリゾン、内標準物質の順に溶出し、それぞれの分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

塩酸ニカルジピン散

Nicardipine Hydrochloride Powder

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ ；515.99) を含む。

製法 本品は塩酸ニカルジピン（日局）をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 351 ~ 355 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ニカルジピン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 25 mL とし、標

準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 237 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸ニカルジピン (C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl) の量 (mg)} \\ & = \text{塩酸ニカルジピン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸ニカルジピン錠

Nicardipine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$ ；515.99) を含む。

製法 本品は塩酸ニカルジピン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 351 ~ 355 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の塩酸ニカルジピン ($C_{26}H_{29}N_3O_6 \cdot HCl$) 0.2 g に対応する個数をとり、水 5 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させる。次にメタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ニカルジピン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 237 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{塩酸ニカルジピン (C}_{26}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl) の量 (mg)}$$

$$= \text{塩酸ニカルジピン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 4$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸フラボキサート錠

Flavoxate Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸フラボキサート ($C_{24}H_{25}NO_4 \cdot HCl$ ；427.92) を含む。

製法 本品は塩酸フラボキサート（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸フラボキサート（日局）0.2 g に対応する量をとり、クロロホルム 30 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器（G 4）でろ過し、ろ液は水浴上でクロロホルムを蒸発する。残留物につき、次の試験を行う。

（1）残留物 0.01 g をメタノール 2 mL に溶かし、塩酸 0.5 mL 及びマグネシウム 0.05 g を加えて振り混ぜた後、

10 分間放置するとき、液は黄色を呈する。

(2) 残留物 0.05 g を水 7 mL に溶かした液にライネツケ塩試液 2 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

定量法 本品の塩酸フラボキサート ($C_{24}H_{28}NO_4 \cdot HCl$) 約 4 g に対応する量を精密に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (500 : 500 : 1) 200 mL を加え、超音波で完全に崩壊させた後、アセトニトリル/水/リン酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて正確に 250 mL とし、遠心分離する。この上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にアセトニトリル/水/リン酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて 50 mL とし、この液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸フラボキサート標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 2 時間乾燥し、その約 0.32 g を精密に量り、アセトニトリル/水/リン酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にアセトニトリル/水/リン酸混液 (500 : 500 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する塩酸フラボキサートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸フラボキサート ($C_{24}H_{28}NO_4 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸フラボキサート標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 12.5$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液 (1 : 250)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：242 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：55 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

移動相：0.0035 mol/L ラウリル硫酸ナトリウムを含むアセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 1000) 混液 (53 : 47)

流量：塩酸フラボキサートの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、塩酸フラボキサートの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

塩酸フルスルチアミン注射液

Fursultiamine Hydrochloride Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 115 % に対応する塩酸フルスルチアミン ($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$: 435.00) を含む。

製法 本品は塩酸フルスルチアミン (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従い塩酸フルスルチアミン (日局) 5 mg に対応する容量をとり、0.2 mol/L 塩酸試液 4 mL

を加えて混和し、亜鉛末 0.1 g を加え、数分間放置した後、ろ過する。ろ液 3 mL に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及びフェリシアン化カリウム試液 0.5 mL を加え、次にイソブタノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

pH 2.7 ~ 4.3

定量法 本品の塩酸フルスルチアミン ($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$) 約 0.055 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とする。この液 8 mL に水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸フルスルチアミン標準品 (別途塩酸フルスルチアミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.055 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 100 mL とする。この液 8 mL に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルスルチアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸フルスルチアミン ($C_{17}H_{26}N_4O_3S_2 \cdot HCl$) の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸フルスルチアミン標準品

$$\text{の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 *p* ヒドロキシ安息香酸エチルのエタノール溶液 (3 : 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50 $^{\circ}C$ 付近の一定温度

移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 1.01 g を薄めた氷酢酸 (1 : 100) 1000 mL に溶かす。この液 675 mL にメタノール/アセトニトリル混液 (3 : 2) 325 mL を加える。

流量：フルスルチアミンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、フルスルチアミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸プロプラノロール錠

Propranolol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸プロプラノロール ($C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$: 295.80) を含む。

製法 本品は塩酸プロプラノロール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 288 ~ 294 nm

及び 317 ~ 321 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸プロブラノロール ($C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、メタノール 60 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸プロブラノロール標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸プロブラノロール ($C_{16}H_{21}NO_2 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸プロブラノロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.4$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

塩酸プロムヘキシン錠

Bromhexine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸プロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$: 412.59) を含む。

製法 本品は塩酸プロムヘキシン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸プロムヘキシン (日局) 0.02 g に対応する量をとり、1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら加温する。冷後、遠心分離して得た上澄液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い塩酸プロムヘキシン (日局) 0.04 g に対応する量をとり、メタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に塩酸プロムヘキシン標準品 0.04 g にメタノール 10 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n*-ブタノール/水/氷酢酸混液 (66 : 17 : 17) を展開溶媒として、約 12 cm 展開した後、薄層板を約 70 °C の熱風で乾燥する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。表示量に従い塩酸プロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$) 約 6 mg に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノールを加えて正確に 100 mL とし、15 分間かき混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 30 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸プロムヘキシン標準品約 0.06 g を精密に量り、エタノール 60 mL を加えて水浴上で加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に

100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 318 nm 及び 360 nm における吸光度差 ΔA_T 及び ΔA_S を測定する。

塩酸プロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸プロムヘキシン標準品の量 (mg)} \times \frac{\Delta A_T}{\Delta A_S} \times \frac{1}{10}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸プロムヘキシンシロップ

Bromhexine Hydrochloride Syrup

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸プロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$: 412.59) を含む。

製法 本品は塩酸プロムヘキシン (日局) をとり、シロップ剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の粘性の液で、特異なにおいがあり、味は甘く、後わずかに苦い。

比重 d_{20}^{20} : 1.160 ~ 1.180

確認試験

(1) 本品の表示量に従い塩酸プロムヘキシン (日局) 4 mg に対応する容量をとり、1 mol/L 塩酸試液 2 mL を加えた液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い塩酸プロムヘキシン (日局) 4 mg に対応する容量をとり、ライネッケ塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

pH 2.0 ~ 3.3

純度試験 類縁物質 定量法で得た試料溶液のクロマトグラムにつき、内標準物質とプロムヘキシンの間に現れるピークの合計面積を A_1 、プロムヘキシンのピークを A_2 とするとき、 $A_1/(A_1 + A_2) \times 100$ は 3 以下である。

エタノール含量 エタノールを含有しないものについては適用しない。本品の表示量に従い塩酸プロムヘキシン ($C_{14}H_{20}Br_2N_2 \cdot HCl$) 約 4 mg に対応する量をとり、その質量を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に無水エタノール約 2.9 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 ~ 2 μ L の間の一定量につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める (エタノール含量は、2.4 ~ 3.3 g/dL である)。

エタノールの量 (mg)

$$= \text{無水エタノールの量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{20}$$

内標準溶液 アセトンの水溶液 (1 : 50)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm，長さ約 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 1500 を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 15 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：100 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

試料気化室及び検出器温度：150 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 1 ~ 2 μL について，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に溶出し，それらのピークが完全に分離するものを用いる。

定量法 本品の表示量に従い塩酸プロムヘキシン ($\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{Br}_2\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) 約 4 mg に対応する容量を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて正確に 50 mL とし，試料溶液とする。別に塩酸プロムヘキシン標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥し，その約 0.04 g を精密に量り，移動相を加えて溶かし，正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，内標準溶液 10 mL を正確に加え，移動相を加えて 50 mL とし，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するプロムヘキシンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

塩酸プロムヘキシン ($\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{Br}_2\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸プロムヘキシン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \times \frac{1}{10}$$

内標準溶液 ナフトールの移動相溶液 (1 : 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：246 nm)

カラム：内径約 5 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム 0.5 g に水 550 mL，メタノール 350 mL 及び *n* プロパノール 100 mL を加えて溶かし，薄めたリン酸 (1 : 10) を加えて pH 3.0 に調整する。

流量：内標準物質の保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：塩酸プロムヘキシン標準品 4 mg 及び安息香酸 5 mg に，内標準溶液 10 mL 及び移動相を加えて溶かし，100 mL とした液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，内標準物質，プロムヘキシンの順に溶出し，安息香酸と内標準物質が完全に分離し，かつ内標準物質とプロムヘキシンの分離度が 6.4 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸ホモクロルシクリジン錠

Homochlorcyclizine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 95 ~ 105 % に対応する

塩酸ホモクロルシクリジン ($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{ClN}_2 \cdot 2\text{HCl}$: 387.77) を含む。

製法 本品は塩酸ホモクロルシクリジン (日局) をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従い塩酸ホモクロルシクリジン (日局) 0.01 g に対応する量を取り，水 2 mL を加えて振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 1 mL にライネック塩試液 2 滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 定量法の試料溶液につき，イソオクタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 227 ~ 231 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする。塩酸ホモクロルシクリジン ($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{ClN}_2 \cdot 2\text{HCl}$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り，水 40 mL を正確に加え，5 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させる。その 1 mL を正確に共栓遠心沈殿管に量り，水酸化カリウムのエタノール溶液 (1 : 100) 2 mL を正確に加え，軽く振り混ぜる。更に水 15 mL を正確に加えて振り混ぜる。これにイソオクタン 20 mL を正確に加えて 10 分間振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする。別に塩酸ホモクロルシクリジン標準品を 110 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，水 40 mL を正確に加えて溶かし，その 5 mL を正確に量り，水を加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に共栓遠心沈殿管に量り，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき，イソオクタンを対照とし，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 229 nm における吸光度 A_r 及び A_s を測定する。

塩酸ホモクロルシクリジン ($\text{C}_{19}\text{H}_{23}\text{ClN}_2 \cdot 2\text{HCl}$) の量 (mg)

= 塩酸ホモクロルシクリジン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{1}{5}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸メクロフェノキサート錠

Meclofenoxate Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸メクロフェノキサート ($\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClNO}_3 \cdot \text{HCl}$: 294.17) を含む。

製法 本品は塩酸メクロフェノキサート (日局) をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示し，282 ~ 286 nm に吸収の肩を示す。

純度試験 有機酸 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする。塩酸メクロフェノキサート ($\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{ClNO}_3 \cdot \text{HCl}$) 2.0 g に対応する量を正確に量り，石油エーテル 50 mL を加え，10 分間振り混ぜた後，ガラス過器 (G3) を用いてろ過し，残留物は石油エーテル

25 mL ずつで 2 回同様に操作し、ろ液は先のろ液に合わせる。更に残留物にエーテル 50 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、先のろ過器を用いてろ過し、ろ液は先のろ液に合わせる。この液に中和エタノール 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき、その消費量は 3.6 mL 以下である。

水分 3.0 % 以下 (本品を粉末としたもの 0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸メクロフェノキサート ($C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、水 80 mL を加えてよく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メクロフェノキサート標準品 (別途塩酸メクロフェノキサート (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸メクロフェノキサート ($C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$) の量 (mg)
= 脱水物に換算した塩酸メクロフェノキサート標準品

$$\text{の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 4$$

貯法 容器 気密容器。

注射用塩酸メクロフェノキサート

Meclofenoxate Hydrochloride for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤で、定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸メクロフェノキサート ($C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$; 294.17) を含む。

製法 本品は塩酸メクロフェノキサート (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なおいがあり、味は苦い。

本品の水溶液 (1 : 20) の pH は 3.5 ~ 4.5 である。

確認試験 本品の水溶液 (1 : 10000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示し、282 ~ 286 nm に吸収の肩を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 有機酸 本品 2.0 g をとり、エーテル 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G 3) を用いてろ過し、残留物はエーテル 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液は先のろ液に合わせる。この液に中和エタノール 50 mL 及びフェノールフタレイン試液 5 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で中和するとき、その消費量は 0.54 mL 以下である。

水分 0.50 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: マラカイトグリーンの氷酢酸溶液 (1 : 100) 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の青緑色が黄緑色を経て微帯緑黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 29.417 mg $C_{12}H_{16}ClNO_3 \cdot HCl$
貯法 容器 密封容器。

塩酸メチキセン錠

Methixene Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸メチキセン ($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$; 345.93) を含む。

製法 本品は「塩酸メチキセン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法のろ液 5 mL に、メタノールを加えて 100 mL とし、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 269 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸メチキセン」5 mg に対応する量をとり、エタノール 1 mL を加え、加温して振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品 5 mg をエタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 錠以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸メチキセン ($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、ろ液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸メチキセン標準品 (別途「塩酸メチキセン」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.02 g を精密に量り、メタノールに溶かし正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 268 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

塩酸メチキセン ($C_{20}H_{23}NS \cdot HCl$) の量 (mg)

= 脱水物に換算した塩酸メチキセン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

塩酸 L メチルシステイン錠

L Methylcysteine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する

塩酸 L メチルシステイン ($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$: 171.65) を含む。

製法 本品は「塩酸 L メチルシステイン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品(剤皮は除去する)を粉末とし、「塩酸 L メチルシステイン」0.1 g に対応する量を取り、水 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL にピリジン 1 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品(剤皮は除去する)を粉末とし、「塩酸 L メチルシステイン」0.1 g に対応する量を取り、水 5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過した液は塩化物の定性反応(1)を呈する。

定量法 本品 20 個以上(剤皮は除去する)をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。塩酸 L メチルシステイン ($C_4H_9NO_2S \cdot HCl$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、水 50 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ紙及び残留物を水少量で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて正確に 100 mL とし、その 10 mL を正確に量り、これにスルホサリチル酸ナトリウム溶液(1 : 10) 2 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 g を加えて、1/600 mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定する(指示薬: デンプン試液 1 mL)。

$$\begin{aligned} & 1/600 \text{ mol/L ヨウ素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 1.7165 \text{ mg } C_4H_9NO_2S \cdot HCl \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

塩酸ラベタロール錠

Labetalol Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸ラベタロール ($C_{19}H_{26}N_2O_3 \cdot HCl$: 364.87) を含む。

製法 本品は「塩酸ラベタロール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸ラベタロール」0.3 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は持続する紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸ラベタロール」5 mg に対応する量を取り、0.05 mol/L 硫酸試液 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の表示量に従い、「塩酸ラベタロール」約 1 g に対応する錠数をとり、0.5 mol/L 硫酸試液 100 mL 及び水 600 mL を加え、30 分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正確に 1000 mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に塩酸ラベタロール標準品を 105 °C で 3 時

間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.05 mol/L 硫酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 302 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。塩酸ラベタロール ($C_{19}H_{26}N_2O_3 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸ラベタロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{25}{2}$$

貯法 容器 密閉容器。

塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル錠

Dimethylaminoethyl Reserpillinate Dihydrochloride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル ($C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2 HCl$: 542.50) を含む。

製法 本品は「塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル」0.025 g に対応する量を取り、メタノール 25 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL に水 4 mL、希水酸化ナトリウム試液 5 mL 及びエーテル 20 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、遠心分離する。エーテル層 10 mL をとり、水浴上でエーテルを蒸発し、残留物を 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及びメタノール 50 mL に溶かす。この液につき、メタノール/1 mol/L 塩酸試液混液(100 : 1)を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 296 ~ 300 nm 及び波長 300 ~ 304 nm に吸収の極大を、波長 306 ~ 310 nm に吸収の肩を、また波長 280 ~ 285 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル ($C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$) 約 0.15 g に対応する量を取り、共栓付三角フラスコに入れ、薄めた氷酢酸(1 : 10) 20 mL を加え、ゆるく栓をして時々振り混ぜながら 10 分間放置した後、密栓して 20 分間激しく振り混ぜる。更にメタノール 120 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器(G2)でろ過し、容器及び残留物を少量のメタノールで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、この一部をメンブランフィルター(孔径: 0.45 μm)でろ過し、試料溶液とする。別に塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル標準品をデシケーター(減圧, 五酸化リン, 105 °C)で 3 時間乾燥し、その約 0.037 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するレセルピリン酸ジメチルアミノエチルのピーク面積の比 Q_T 及び

Q_s を求める。

塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル
($C_{26}H_{35}N_3O_5 \cdot 2HCl$) の量 (mg)
= 塩酸レセルピリン酸ジメチルアミノエチル標準品
の量 (mg) $\times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4$

内標準溶液 無水カフェインのメタノール溶液 (1 2500)
操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：270 nm)
カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管
に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル
化シリカゲルを充てんする。
カラム温度：45 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
移動相：0.03 mol/L リン酸二水素カリウム試液/アセトニ
トリル混液 (10 : 1) にリン酸を加えて pH 3.0 に調整
する。
流量：レセルピリン酸ジメチルアミノエチルの保持時間が
約 13 分になるように調整する。
カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき，上記の条件で操
作するとき，内標準物質，レセルピリン酸ジメチルアミ
ノエチルの順に溶出し，その分離度が 8 以上のものを
用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。

塩酸ロペラミドカプセル

Loperamide Hydrochloride Capsules

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応する
塩酸ロペラミド ($C_{28}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$: 513.50) を含む。

製法 本品は「塩酸ロペラミド」をとり，カプセル剤の製法
により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し，表示量に従い「塩酸ロペラ
ミド」0.02 g に対応する量を取り，メタノール 50 mL を
加えて 10 分間振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 10 mL をと
り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に薄めた塩酸 (1
1000) 3 mL を加え，加温して溶かし，冷後，ライネック塩
試液 0.5 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる。
(2) (1) のろ液 10 mL をとり，水浴上で蒸発乾固し，残
留物に 2 プロパノール 15 mL を加えて溶かし，必要なら
ばろ過し，更に 0.1 mol/L 塩酸試液 2.5 mL 及び 2 プロ
パノールを加えて 25 mL とする。この液につき，0.1 mol/L
塩酸試液の 2 プロパノール溶液 (1 10) を対照液とし，
紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，
波長 251 ~ 255 nm，257 ~ 261 nm，264 ~ 268 nm 及
び 272 ~ 276 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり，内容物と空カプセルを共
栓遠心沈殿管に入れ，これに内標準溶液 5 mL を正確に加
え，更にメタノール 35 mL を加えた後，30 分間超音波を
用いて粒子を小さく分散させ，更に 30 分間振り混ぜた後，
遠心分離し，上澄液を試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド
標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，その約 0.02 g を精密

に量り，メタノールに溶かし，正確に 100 mL とする。こ
の液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，
メタノール 30 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び
標準溶液 20 μ L につき，定量法の操作条件を準用し，液体
クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面
積に対するロペラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求
める。

塩酸ロペラミド ($C_{28}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸ロペラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{20}$$

内標準溶液 フェニルブタゾン (日局) のメタノール溶液
(1 12500)

定量法 本品 3 個をとり，内容物と空カプセルを 100 mL
の三角フラスコに入れ，内標準溶液 5 mL を正確に加え，
更にメタノール 50 mL を加えた後，30 分間超音波を用い
て粒子を小さく分散させ，更に 30 分間振り混ぜた後，遠心
分離し，上澄液を試料溶液とする。別に塩酸ロペラミド標準
品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し，その約 0.03 g を精密に量
り，メタノールに溶かし，正確に 50 mL とする。この液 5
mL を正確に量り，内標準溶液 5 mL を正確に加え，メタ
ノール 45 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準
溶液 15 μ L につき，次の条件で液体クロマトグラフ法によ
り試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するロペラミド
のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸ロペラミド ($C_{28}H_{33}ClN_2O_2 \cdot HCl$) の量 (mg)

$$= \text{塩酸ロペラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

内標準溶液 フェニルブタゾン (日局) のメタノール溶液
(1 4000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：229 nm)
カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管
に約 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリ
ル化シリカゲルを充てんする。
カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 6.0 g をアセトニトリ
ル/pH 3.5 のクエン酸ナトリウム緩衝液/メタノール混
液 (12 : 6 : 1) 1000 mL に溶かす。
流量：ロペラミドの保持時間が約 7 分になるように調整
する。
カラムの選定：標準溶液 15 μ L につき，上記の条件で操
作するとき，内標準物質，ロペラミドの順に溶出し，そ
の分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

オキサゾラム錠

Oxazolam Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応する
オキサゾラム ($C_{16}H_{17}ClN_2O_2$: 328.79) を含む。

製法 本品はオキサゾラム (日局) をとり，錠剤の製法によ
り製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし，表示量に従いオキサゾラム (日局)

0.01 g に対応する量を取り、エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL に塩酸 1 滴を加えるとき、液は淡黄色を呈し、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。また、この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液の色及び蛍光は直ちに消える。

(2) 定量法で得たる液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 248 nm に吸収の極大を示し、229 ~ 233 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、エタノール 30 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を 100 mL のメスフラスコに移す。残留物は更にエタノール 30 mL 及び 20 mL で前記と同様に操作し、上澄液を合わせ、エタノールを加えて 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にオキサゾラム標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノールを加え、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 246 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

オキサゾラム ($C_{18}H_{17}ClN_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{オキサゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

カルバミン酸クロルフェネシン錠

Chlorphenesin Carbamate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するカルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_2$; 245.66) を含む。

製法 本品はカルバミン酸クロルフェネシン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いカルバミン酸クロルフェネシン (日局) 0.5 g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いカルバミン酸クロルフェネシン (日局) 0.15 g に対応する量を取り、エタノール 60 mL を加えて振り混ぜた後、エタノールを加えて 100 mL とする。この液 10 mL を共栓遠心沈殿管に入れ、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液 1 mL にエタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm, 279 ~ 283 nm 及び 286 ~ 290 nm に吸収の極大を示し、246 ~ 250 nm に吸収の極小を示す。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従いカルバミン酸クロルフェネシン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、共栓遠心沈

殿管に入れ、クロロホルム 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液 3 mL をとり、水浴上でクロロホルムを留去し、残留物につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_2$) 約 0.12 g に対応する量を精密に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、クロロホルム 30 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、クロロホルムを加えて 50 mL とする。この液 30 mL を共栓遠心沈殿管に入れ、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離した後、上澄液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にカルバミン酸クロルフェネシン標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥し、その約 0.06 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対するカルバミン酸クロルフェネシンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

カルバミン酸クロルフェネシン ($C_{10}H_{12}ClNO_2$) の量 (mg)

$$= \text{カルバミン酸クロルフェネシン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 無水カフェインのクロロホルム溶液 (1 2000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: ジクロルメタン/水飽和ジクロルメタン/ヘキサン/メタノール/氷酢酸混液 (435 : 435 : 100 : 30 : 1)

流量: カルバミン酸クロルフェネシンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: カルバミン酸クロルフェネシン (日局) 0.1 g をメタノールに溶かし、50 mL とし、この液 25 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液 25 mL を加え、60 °C で 20 分間加温する。この液 20 mL をとり、1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加え、ジクロルメタン 10 mL を加えてよく振り混ぜ、静置し、ジクロルメタン層を分取する。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、クロルフェネシン、カルバミン酸クロルフェネシン、クロルフェネシン 2 カルバメートの順に溶出し、カルバミン酸クロルフェネシンの保持時間に対するクロルフェネシン及びクロルフェネシン 2 カルバメートの保持時間の比は、約 0.9 及び約 1.2 であり、クロルフェネシンとカルバミン酸クロルフェネシンの分離度が 2.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

L カルボシステイン錠

L Carbocisteine Tablets

本品を定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$; 179.19) を含む。

製法 本品は L カルボシステイン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い L カルボシステイン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム溶液 (43 5000) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に L カルボシステイン (日局) 0.01 g を水酸化ナトリウム溶液 (43 5000) 2 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール/水/氷酢酸/酢酸エチル/ピリジン混液 (5 : 2 : 2 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 50) を均等に噴霧し、80 $^{\circ}$ C で 5 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$) 約 2.5 g に対応する量を精密に量り、0.5 mol/L 塩酸試液 220 mL を加え、30 分間かき混ぜた後、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 250 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別に L カルボシステイン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、0.5 mol/L 塩酸試液 2 mL 及び内標準溶液 2 mL をそれぞれ正確に加え、水を加えて溶かし、50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対する L カルボシステインのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$) の量 (mg)

$$= \text{L カルボシステイン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 125$$
 内標準溶液 ニコチン酸溶液 (3 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：薄めたトリフルオロ酢酸 (1 1000)
 流量：L カルボシステインの保持時間が約 2 分になるように調整する。
 カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、L カルボシステイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

L カルボシステインシロップ

L Carbocisteine Syrup

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$; 179.19) を含む。

製法 本品は L カルボシステイン (日局) をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い L カルボシステイン (日局) 0.2 g に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 1 mL に水 4 mL 及びニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴中で 3 分間加熱するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い L カルボシステイン (日局) 0.15 g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム 0.3 g を加え、注意して液がほとんどなくなるまで加熱する。冷後、水 2 mL を加え、加熱して溶かした後、粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸 (1 2) 5 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

pH 5.5 ~ 7.5

純度試験 3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸 本品の表示量に従い L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$) 0.05 g に対応する容量をとり、内標準溶液 1 mL を正確に加えた後、水を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に 3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸 0.010 g をとり、内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、水を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 6 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対する 3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、 Q_T は Q_S より大きくない (2.0 % 以下)。

内標準溶液 チミジン溶液 (3 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めたトリフルオロ酢酸 (1 1000) / アセトントリル混液 (39 : 1)

流量：3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸の保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 6 μ L につき、上記の条件で操作するとき、3 チオモルフォリノン 5 カルボン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

定量法 本品の表示量に従い L カルボシステイン ($C_5H_9NO_2S$) 0.2 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL 及び 0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を正確に加えた後、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別に L カルボシステイン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加えた後、水を加えて 25 mL とし、

標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク高さに対する L カルボシステインのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$L \text{ カルボシステイン (C}_5\text{H}_9\text{NO}_5\text{S) の量 (mg)} \\ = L \text{ カルボシステイン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4$$

内標準溶液 ニコチン酸溶液 (3 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めたトリフルオロ酢酸 (1 1000)

流量：L カルボシステインの保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、L カルボシステイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

クエン酸タモキシフェン錠

Tamoxifen Citrate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するクエン酸タモキシフェン (C₂₆H₂₉NO · C₆H₈O₇ : 563.64) を含む。

製法 本品は「クエン酸タモキシフェン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 235 ~ 239 nm 及び 273 ~ 277 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。クエン酸タモキシフェン (C₂₆H₂₉NO · C₆H₈O₇) 約 0.0185 g に対応する量を精密に量り、メタノールを加えて振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にクエン酸タモキシフェン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 275 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

クエン酸タモキシフェン (C₂₆H₂₉NO · C₆H₈O₇) の量 (mg)

$$= \text{クエン酸タモキシフェン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{4}{1}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

クエン酸ペントキシベリン散

Pentoxifyverine Citrate Powder

クエン酸カルベタペンタン散、クエン酸カルベタペンテン散

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するクエン酸ペントキシベリン (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇ : 525.59) を含む。

製法 本品はクエン酸ペントキシベリン (日局) をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従いクエン酸ペントキシベリン (日局) 0.05 g に対応する量をとり、希水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜた後、酢酸エチル 20 mL を加えて振り混ぜ、遠心分離する。酢酸エチル層 10 mL をとり、減圧下、水浴上で溶媒を留去した後、残留物をメタノール 10 mL に溶かす。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm、256 ~ 260 nm 及び 263 ~ 267 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品のクエン酸ペントキシベリン (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) 180 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 250 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にクエン酸ペントキシベリン標準品をデシケーター (減圧、五酸化リン、60 $^{\circ}$ C) で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにメチルオレンジ・ホウ酸試液 15 mL を加え、それぞれにつきクロロホルム 40 mL ずつで 4 回抽出する。必要に応じて塩化ナトリウム 2 g を加える。各クロロホルム抽出液は毎回脱脂綿を用いてろ過する。全クロロホルム抽出液を合わせ、1 mol/L 塩酸試液 100 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、20 分間放置した後、1 mol/L 塩酸試液層をろ過する。試料溶液及び標準溶液から得たる液につき、1 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

クエン酸ペントキシベリン (C₂₀H₃₁NO₃ · C₆H₈O₇) の量 (mg)

$$= \text{クエン酸ペントキシベリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。

グリクラジド錠

Gliclazide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するグリクラジド (C₁₅H₂₁N₃O₅S : 323.41) を含む。

製法 本品は「グリクラジド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「グリクラジド」0.05 g に対応する量をとり、メタノール 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留

物に水酸化ナトリウム 0.1 g を加え、徐々に加熱して融解する。冷後、水 1 mL を加えてよく振り混ぜ、これに塩酸 1 mL を加え、直ちに水酸化ニッケル紙で覆い、水浴上で加温するとき、発生するガスは水酸化ニッケル紙を黒変する。
(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 226 ~ 230 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。グリクラジド ($C_{15}H_{21}N_3O_5S$) 約 0.04 g に対応する量を精密に量り、メタノール 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にグリクラジド標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 228 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

グリクラジド ($C_{15}H_{21}N_3O_5S$) の量 (mg)

$$= \text{グリクラジド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

クロチアゼパム錠

Clotiazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するクロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$; 318.82) を含む。

製法 本品はクロチアゼパム (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いクロチアゼパム (日局) 0.015 g に対応する量をとり、水 3 mL 及び酢酸エチル 3 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離し、酢酸エチル層を試料溶液とする。別にクロチアゼパム標準品 0.03 g を酢酸エチル 6 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (5 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希塩酸を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黄色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品のクロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) 約 0.1 g に対応する量の錠数をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 350 mL を加えて崩壊するまでかき混ぜた後、更に 10 分間かき混ぜ、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にクロチアゼパム標準品を 80 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05

g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 261 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

クロチアゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2OS$) の量 (mg)

$$= \text{クロチアゼパム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

クロフェナミド錠

Clofenamide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90.0 ~ 110.0 % に対応するクロフェナミド ($C_8H_7ClN_2O_4S_2$; 270.71) を含む。

製法 本品は「クロフェナミド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クロフェナミド」0.3 g に対応する量をとり、メタノール 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物 0.1 g を試験管にとり、水酸化ナトリウム 0.2 g を加え、小火焔を用いて徐々に加熱して融解する。冷後、水 1 mL を加えて溶かし、亜鉛末 0.3 g 及び薄めた塩酸 (1 : 2) 5 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を褐変する。
(2) (1) で得た残留物につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。クロフェナミド ($C_8H_7ClN_2O_4S_2$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、エタノール 70 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。

この液を遠心分離し、上澄液 4 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にクロフェナミド標準品を 110 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。

試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 276 nm におけるそれぞれの吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

クロフェナミド ($C_8H_7ClN_2O_4S_2$) の量 (mg)

$$= \text{クロフェナミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

ケトフェニルブタゾン錠

Ketophenylbutazone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するケトフェニルブタゾン ($C_{19}H_{16}N_2O_3$; 322.36) を含む。

製法 本品は「ケトフェニルブタゾン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ケトフェニルブタゾン」0.1 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にピリジン 1 mL 及び硫酸銅試液 2 滴を加えて振り混ぜた後、静置するとき、クロロホルム層は赤褐色を呈する。

(2) (1) のろ液 5 mL をとり、氷酢酸 1 mL を加え、以下「ケトフェニルブタゾン」の確認試験(2)を準用する。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い「ケトフェニルブタゾン」0.05 g に対応する量を取り、希水酸化ナトリウム試液 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ケトフェニルブタゾン ($C_{19}H_{18}N_2O_3$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、氷酢酸 30 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、塩酸 5 mL を加え、0.05 mol/L 臭素液で滴定する(電位差滴定法、白金電極)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.05 \text{ mol/L 臭素液 } 1 \text{ mL} = 16.118 \text{ mg } C_{19}H_{18}N_2O_3$$

貯法 容器 密閉容器。

ケトプロフェンカプセル

Ketoprofen Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するケトプロフェン ($C_{16}H_{14}O_3$; 254.28) を含む。

製法 本品はケトプロフェン(日局)をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、試料とする。表示量に従いケトプロフェン(日局)0.01 g に対応する量を取り、エーテル 10 mL を加え、よく振り混ぜてろ過する。ろ液からエーテルを 60 °C 以下の水浴上で減圧留去し、残留物をメタノール 1 mL に溶かし、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加えて 30 分間放置するとき、だいたい黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、試料とする。表示量に従いケトプロフェン(日局)0.01 g に対応する量を取り、エーテル 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、5 分間遠心分離し、その上澄液をろ過する。更に、遠心分離した沈殿物にエーテル 10 mL を加え、同様の操作を繰り返す。全ろ液を合わせ、エーテルを 60 °C 以下の水浴上で減圧留去する。残留物を 60 °C で 24 時間減圧乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 1696 cm^{-1} , 1656 cm^{-1} , 1599 cm^{-1} 及び 704 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、外被を切り開き、内容物を注意して取り出し、粉末とする。外被に付着した内容物を注意して除いた後、外被の質量を精密に量り、前後の秤量差を内容物の量とする。ケトプロフェン

($C_{16}H_{14}O_3$) 約 0.025 g に対応する量を精密に量り、メタノール/水混液(3:1)60 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にケトプロフェン標準品を 60 °C で 24 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノール/水混液(3:1)に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 258 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ケトプロフェン ($C_{16}H_{14}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{ケトプロフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

ゲファルナートカプセル

Gefarnate Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するゲファルナート ($C_{27}H_{44}O_2$; 400.64) を含む。

製法 本品は「ゲファルナート」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、必要あれば粉末とする。

本品の表示量に従い、「ゲファルナート」0.05 g に対応する量を取り、無水エタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜ、必要あればろ過する。この液 2 mL にサリチルアルデヒドの氷酢酸溶液(1:400)10 mL 及び硫酸 2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、カプセルを切り開いて内容物を取り出し、よく混和し、必要あれば粉末とする。カプセルは必要あれば少量のエーテルでよく洗い、室温に放置して付着したエーテルを揮散させた後、カプセルの質量を精密に量り、内容物の質量を計算する。本品の表示量に従い、ゲファルナート ($C_{27}H_{44}O_2$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 30 mL を正確に加えてよく振り混ぜ、必要あればろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にゲファルナート標準品約 0.1 g を精密に量り、内標準溶液 30 mL を正確に加えて溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するゲファルナートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ゲファルナート ($C_{27}H_{44}O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ゲファルナート標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 *n* テトラコサンのクロロホルム溶液(3:2500)

操作条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 0.5 m のガラス管に、ガ

スクロマトグラフ用メチルシリコンポリマーを 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 1 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：195 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ゲファルナートの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ゲファルナートの順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

注射用コカルボキシラーゼ

Cocarboxylase for Injection

本品は用時溶解液で溶解して用いる注射剤で、定量するとき、換算した乾燥物に対し、コカルボキシラーゼ ($\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{ClN}_4\text{O}_7\text{P}_2\text{S}$: 460.77) 94.5 % 以上を含み、表示量の 90 ~ 120 % に対応するコカルボキシラーゼ ($\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{ClN}_4\text{O}_7\text{P}_2\text{S}$) を含む。

製法 本品は「コカルボキシラーゼ」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはないか又はわずかに特異なにおいがあり、酸味がある。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 : 100) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 1 mL 及びニトロプルシドナトリウム試液 3 滴を加えると、液は黄色を呈し、放置するとき、黄緑色 ~ 緑色に変わる。

(2) 本品の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 248 nm に吸収の極大を示し、255 ~ 265 nm に吸収の肩を示す。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.2 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.011 % 以下)。

(3) 遊離リン酸 本品約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液、薄めたリン酸標準液 (1 : 5) 及び水 5 mL ずつを正確に量り、それぞれの液に、モリブデン酸アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1 アミノ 2 ナフトール 4 スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とする。それぞれの液を 20 ± 1 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間放置し、30 分以内に各々の液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 740 nm におけるそれぞれの吸光度 A_1 、 A_2 及び A_3 を測定し、次式により計算するとき、遊離リン酸の量は 1.5 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の含量 (\%)} \\ &= \frac{1}{W} \times \frac{A_1 - A_3}{A_2 - A_3} \times 51.56 \end{aligned}$$

W : 試料の採取量を乾燥物に換算した量 (mg)

(4) 重金属 本品 1.0 g を水 30 mL に溶かし、アンモ

ニア試液を加えて pH を 3.5 に調整し、更に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に pH 3.5 の塩酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 0.65 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウムのエタノール溶液 (1 : 5) を用い、灰化後の残留物は希塩酸 10 mL を用いて溶かす (3.1 ppm 以下)。

(6) 塩酸チアミン、塩化チアミン-リン酸及びその他の類縁物質 本品 0.060 g を移動相 100 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。保持時間約 2 分 (塩酸チアミン)、約 3 分 (塩化チアミン-リン酸)、約 5 分 (コカルボキシラーゼ) の各ピークの面積及びその他に溶出する類縁物質のピークの合計面積を自動積分法により測定し、それぞれ A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 とする。次の式によってそれらの量を求めるとき、塩酸チアミンは 0.5 % 以下、塩化チアミン-リン酸は 4.0 % 以下及びその他の類縁物質は 1.5 % 以下である。

塩酸チアミン ($\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{ClN}_4\text{OS} \cdot \text{HCl}$) の含量 (%)

$$= \frac{A_1}{A} \times 73$$

塩化チアミン-リン酸 ($\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{ClN}_4\text{O}_4\text{PS}$) の含量 (%)

$$= \frac{A_2}{A} \times 82$$

その他の類縁物質の含量 (%) = $\frac{A_4}{A} \times 100$

A : A_1 、 A_2 、 A_3 及び A_4 の合計面積

操作条件

次に示す条件の他は、定量法の操作条件を準用する。

面積測定範囲：コカルボキシラーゼの保持時間の約 5 倍の範囲

自動積分装置の計測条件：試料溶液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL を正確に注入するとき、コカルボキシラーゼのピーク面積をカウントするように設定する。また、塩酸チアミン及び塩化チアミン-リン酸のピークについては垂直に切り、その他の類縁物質のピークについてはスキムラインに従ってピーク面積をカウントするように設定する。

乾燥減量 2.0 % 以下 (0.5 g, 130 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間)。

定量法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。この内容物及びコカルボキシラーゼ標準品 (あらかじめ 130 $^{\circ}\text{C}$ で 4 時間乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.06 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するコカルボキシラーゼのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

コカルボキシラーゼ ($C_{12}H_{19}ClN_4O_7P_2S$) の量 (mg)

= 乾燥物に換算したコカルボキシラーゼ

$$\text{標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 カフェインの移動相溶液 (3 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：リン酸一アンモニウム 2.9 g 及び液体クロマトグラフ用テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 12 mL を量り，水を加えて 1000 mL とする。この液 900 mL にアセトニトリル 100 mL を加えて混和する。

流量：コカルボキシラーゼの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，コカルボキシラーゼ，カフェインの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

コバマミドカプセル

Cobamamide Capsules

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応するコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$ ；1579.58) を含む。

製法 本品は「コバマミド」をとり，カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品の内容物を取り出し，表示量に従い「コバマミド」2.5 mg に対応する量を取り，pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液 50 mL を加え，よく振り混ぜた後，ろ過する。ろ液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ~ 266 nm，283 ~ 287 nm，303 ~ 307 nm，376 ~ 381 nm 及び 457 ~ 462 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり，内容物を完全に取出し，その質量を正確に量り，粉末とする。コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) 約 5 mg に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に 100 mL とし，5 分間かき混ぜる。更にしばらく放置した後，上層液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き，次のろ液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，試料溶液とする。別にコバマミド標準品 (別に「コバマミド」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り，水を加えて溶かし正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り，水を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，内標準溶液 1 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき，次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するコバマミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

コバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) の量 (mg)

= 乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

内標準溶液 p ニトロアニリン 0.07 g を無水エタノール 100 mL に溶かし，この液 3 mL をとり無水エタノールを加えて 100 mL とする。

操作条件

検出器：可視吸光光度計 (測定波長：376 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：pH 6.5 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/無水エタノール混液 (17 : 3)

流量：コバマミドの保持時間が約 6 分となるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，コバマミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度が 10 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

コバマミド錠

Cobamamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応するコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$ ；1579.58) を含む。

製法 本品は「コバマミド」をとり，錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従い「コバマミド」5 mg に対応する個数をとり，水 40 mL を加え，振り混ぜて崩壊させた後，必要ならば遠心分離し，メンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過する。ろ液をクロマトグラフ柱 (410 ~ 480 μm のカラムクロマトグラフ用強塩基性イオン交換樹脂 (Cl 型) 5 mL を内径約 10 mm，高さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの) に入れ，毎分約 1 mL の速度で流出させる。次に水を毎分約 4 mL の速度で流出させ，全流出液を合わせて 50 mL とし，試料溶液とする。この液 10 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液 10 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 262 ~ 266 nm，283 ~ 287 nm，303 ~ 307 nm，376 ~ 381 nm 及び 457 ~ 462 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。

(1) の試料溶液 10 mL に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加えた液につき，紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，波長 259 ~ 263 nm 及び 523 ~ 527 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本操作は光を避け，遮光した容器を用いて行う。本品のコバマミド ($C_{72}H_{100}CoN_{18}O_{17}P$) 約 5 mg に対応する個

数をとり、移動相 50 mL 及び内標準溶液 5 mL を正確に加え、振り混ぜて崩壊させた後、移動相を加えて 100 mL とし、必要ならば遠心分離し、メンブランフィルター（孔径 0.45 μm）でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にコバマミド標準品〔別に「コバマミド」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく〕約 0.05 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するコバマミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{コバマミド (C}_{72}\text{H}_{100}\text{CoN}_{18}\text{O}_{17}\text{P}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

内標準溶液 *p* ニトロアニリン 0.07 g をエタノール 10 mL に溶かし、移動相を加えて 1000 mL とする。

操作条件

- 検出器：可視吸光度計（測定波長：376 nm）
- カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
- カラム温度：40 °C 付近の一定温度
- 移動相：pH 6.5 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/エタノール混液（17：3）
- 流量：コバマミドの保持時間が約 6 分になるように調整する。
- カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、コバマミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 15 以上のものを用いる。

貯法

- 保存条件 遮光して保存する。
- 容器 気密容器。

コバマミド注射液

Cobamamide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 120 % に対応するコバマミド (C₇₂H₁₀₀CoN₁₈O₁₇P；1579.58) を含む。

製法 本品は「コバマミド」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は紅色澄明の液である。

確認試験

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従い「コバマミド」5 mg に対応する容量をとり、クロマトグラフ柱（410 ~ 480 μm のカラムクロマトグラフ用強塩基性イオン交換樹脂（OH 型）10 mL を内径約 10 mm，高さ約 30 cm のクロマトグラフ管に注入して調製したもの）に入れ、毎分約 1 mL の速度で流出させる。次に水を毎分約 4 mL の速度で流出させ、全流出液を合わせて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 10 mL に pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液 10 mL を加えた液につき、紫

外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm，283 ~ 287 nm，303 ~ 307 nm，376 ~ 381 nm 及び 457 ~ 462 nm に吸収の極大を示す。(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。(1) の試料溶液 10 mL に pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 10 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm 及び 523 ~ 527 nm に吸収の極大を示す。

pH 5.0 ~ 8.0

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のコバマミド (C₇₂H₁₀₀CoN₁₈O₁₇P) 約 5 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にコバマミド標準品（別に「コバマミド」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するコバマミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{コバマミド (C}_{72}\text{H}_{100}\text{CoN}_{18}\text{O}_{17}\text{P}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算したコバマミド標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

内標準溶液 *p* ニトロアニリン 0.07 g をエタノール 10 mL に溶かし、移動相を加えて 1000 mL とする。

操作条件

- 検出器：可視吸光度計（測定波長：376 nm）
- カラム：内径約 4 mm，長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
- カラム温度：40 °C 付近の一定温度
- 移動相：pH 6.5 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/エタノール混液（17：3）
- 流量：コバマミドの保持時間が約 6 分になるように調整する。
- カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、コバマミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 15 以上のものを用いる。

貯法

- 保存条件 遮光して保存する。
- 容器 密閉容器。

コンドロイチン硫酸ナトリウム注射液

Sodium Chondroitin Sulfate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するコンドロイチン硫酸ナトリウムを含む。

製法 本品は「コンドロイチン硫酸ナトリウム」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液で、わずかに粘性がある。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「コンドロイチン硫酸ナトリウ

μ) 0.09 g に対応する容量をとり、水を加えて 9 mL とする。この液 5 mL にアクリノール溶液(1/100) 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品の表示量に従い「コンドロイチン硫酸ナトリウム」0.09 g に対応する容量をとり、水を加えて 9 mL とする。この液 5 mL に塩酸 1 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱する。冷後、この液は硫酸塩の定性反応(1)を呈する。pH 6.0 ~ 7.0

抗原性試験 体重 250 ~ 300 g の栄養状態の良い健康なモルモット 4 匹を用い、第 1 日目及び第 3 日目、第 5 日目に本品 1.0 mL ずつを腹腔内に注射する。別に対照として、同数のモルモットに馬血清 0.10 mL を腹腔内に注射する。第 15 日目に 2 匹、第 22 日目に残りの 2 匹に、本品を注射したモルモットには本品 0.20 mL を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットに対しては馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する。注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難、虚脱又は致死を観察するとき、本品によって感作したモルモットは前記の症状を示さない。

ただし、馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し、3 匹以上が死亡する。

毒性試験 体重約 20 g の栄養状態の良い健康なシロハツカネズミ 5 匹を使用し、それぞれに本品 0.4 mL を静脈内に注射するとき、注射後 72 時間以内にいずれも死亡しない。注射後 72 時間以内に死亡したものは、更に体重 19.5 ~ 20.5 g のシロハツカネズミ 10 匹につき、試験を繰り返し、72 時間以内にそのいずれもが生存する。

発熱性物質試験 試験を行うとき、これに適合する。ただし、濃度が 1 g/dL を超えるときは、生理食塩液を用いて 1 g/dL に薄めて試験を行う。

無菌試験 本品 10 アンブル分の全量に洗浄液を加えて 100 mL とした液について、無菌試験法のメンブランフィルター法により試験を行うとき、これに適合する。

定量法 本品 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL (ただし、3% 製剤の場合 30 mL) とする。この液の「コンドロイチン硫酸ナトリウム」として約 0.025 g に対応する容量 (V mL) を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に D グルクロノラクトン標準品をデシケーター (減圧・0.67 kPa 以下、シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 2 mL を正確に量り、あらかじめ氷水中でじゅうぶんに冷却したホウ酸ナトリウム・硫酸試液 10 mL の上にそれぞれ注意して層積し、激しく振り混ぜ、次に水浴中で 10 分間加熱した後、直ちに氷水中で室温まで冷却する。それぞれにカルバゾール試液 0.4 mL を正確に加えてよく振り混ぜ、水浴中で 15 分間加熱した後、氷水中で室温まで冷却する。これらの液につき、水 2 mL を正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 530 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品 1 mL 中のコンドロイチン硫酸ナトリウムの量 (mg)
= D グルクロノラクトン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{V} \times 2.858$$

貯法 容器 密封容器。

酢酸クロルマジノン錠

Chlormadinone Acetate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107% に対応する酢酸クロルマジノン ($C_{23}H_{29}ClO_4$: 404.93) を含む。

製法 本品は酢酸クロルマジノン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い酢酸クロルマジノン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、エタノール 25 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、m ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1/5) 1 mL を加えるとき、液は直ちに赤紫色を呈する。(2)(1) で得られたろ液 1 mL をとり、エタノールを加えて 200 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 286 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。酢酸クロルマジノン ($C_{23}H_{29}ClO_4$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、クロロホルム 60 mL を加え、15 分間振り混ぜた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、この一部をメンブランフィルター (孔径: 0.45 μm) でろ過し、試料溶液とする。別に酢酸クロルマジノン標準品をデシケーター (減圧、五酸化リン) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、クロロホルム 60 mL を加えて溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する酢酸クロルマジノンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

酢酸クロルマジノン ($C_{23}H_{29}ClO_4$) の量 (mg)

$$= \text{酢酸クロルマジノン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フルオレンのクロロホルム溶液 (1/400)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 35 °C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (3:2)

流量: 酢酸クロルマジノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、酢酸クロルマジノン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

サリチル酸ナトリウム注射液

Sodium Salicylate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するサリチル酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_3$: 160.10) を含む。

製法 本品はサリチル酸ナトリウム(日局)をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品はサリチル酸塩及びナトリウム塩の定性反応を呈する。

浸透圧比 1.9 ~ 2.2

pH 5.0 ~ 6.5

定量法 本品のサリチル酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_3$) 約 0.5 g に対応する容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、水を加えて 25 mL とし、エーテル 75 mL 及びブロムフェノールブルー試液 10 滴を加え、振り混ぜながら 0.1 mol/L 塩酸で水層が淡緑色を呈するまで滴定する。水層を 200 mL の共栓フラスコにとり、エーテル液は水 5 mL で洗い、洗液はフラスコ中の水液に合わせ、エーテル 20 mL を加え、よく振り混ぜながら水層が淡緑色を呈するまで、更に 0.1 mol/L 塩酸で滴定する。

0.1 mol/L 塩酸 1 mL = 16.010 mg $C_7H_5NaO_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

ジアゼパム錠

Diazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するジアゼパム ($C_{16}H_{13}ClN_2O$: 284.74) を含む。

製法 本品はジアゼパム(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いジアゼパム(日局) 0.05 g に対応する量を取り、アセトン 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 10 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線(主波長 365 nm)を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) (1) のろ液 1 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物を硫酸の無水エタノール溶液(3 1000) 100 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm, 283 ~ 287 nm 及び 360 ~ 370 nm に吸収の極大を示す。

(3) (1) の残りのろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物につき、炎色反応試験(2)を行うとき、青色~青緑色を呈する。

定量法 本品のジアゼパム ($C_{16}H_{13}ClN_2O$) 0.05 g に対応する個数を取り、水 10 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させる。次にメタノール 60 mL を加えて更に 10 分間よく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶

液とする。別にジアゼパム標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水 10 mL 及びメタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ジアゼパム ($C_{16}H_{13}ClN_2O$) の量 (mg)

$$= \text{ジアゼパム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液 (1 5000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液 (13 : 7)

流量: ジアゼパムの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ジアゼパムの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ジソピラミドカプセル

Disopyramide Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するジソピラミド ($C_{21}H_{29}N_3O$: 339.47) を含む。

製法 本品はジソピラミド(日局)をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。表示量に従いジソピラミド(日局) 0.05 g に対応する量を取り、エタノール 2 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にピクリン酸試液 10 mL を加えて加温し、冷後、析出した結晶をろ取し、水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 172 ~ 176 °C である。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267 ~ 271 nm に吸収の極大を示し、262 ~ 266 nm に吸収の肩を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。ジソピラミド ($C_{21}H_{29}N_3O$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液 70 mL を加えてよく振り混ぜた後、0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にジソピラミド標準品を 80 °C で 2 時間減圧で乾燥し、その約 0.1 g を精

密に量り、0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 269 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ジソピラミド (C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ジソピラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

シチコリン注射液

Citicoline Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するシチコリン (C₁₄H₂₆N₄O₁₁P₂ : 488.32) を含む。

製法 本品は「シチコリン」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「シチコリン」0.1 g に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とし、この液 1 mL に希塩酸 3 mL 及び臭素試液 1 mL を加え、以下「シチコリン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 定量法の項で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

pH 6.0 ~ 8.0

定量法 本品のシチコリン (C₁₄H₂₆N₄O₁₁P₂) 約 0.5 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とする。別にシチコリン標準品 (別途「シチコリン」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。それぞれの液 3 mL ずつを正確に量り、以下「シチコリン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{シチコリン (C}_{14}\text{H}_{26}\text{N}_4\text{O}_{11}\text{P}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算したシチコリン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 10 \end{aligned}$$

貯法 容器 密封容器。

ジピリダモール錠

Dipyridamole Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するジピリダモール (C₂₄H₄₀N₈O₄ : 504.63) を含む。

製法 本品はジピリダモール (日局) をとり、錠剤の製法で製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い、ジピリダモール (日局) 0.01 g に対応する量を取り、硫酸 2 mL を加えてよく振り混ぜ、硝酸 2 滴を加えるとき、濃紫色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 231 ~ 235

nm 及び 282 ~ 286 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い、ジピリダモール (日局) 0.05 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、水浴上でよく振り混ぜながら、弱く加温する。この液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にジピリダモール標準品約 0.05 g にメタノール 10 mL を加え、水浴上でよく振り混ぜながら弱く加温して溶かし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に *n* ブタノール/水/氷酢酸混液 (77 : 25 : 12) を展開溶媒として、約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、黄色を呈し、それらの *R_f* 値は等しい。

定量法 本品 10 個をとり、1 mol/L 塩酸試液約 *V*/2 mL を加え、よく振り混ぜて崩壊させ、よくかき混ぜた後、必要ならば時々振り混ぜながら 40 分間加温し、冷後 1 mL 中にジピリダモール (C₂₄H₄₀N₈O₄) 約 0.50 mg を含む液となるように 1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に *V* mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にジピリダモール標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 284 nm 及び 350 nm における吸光度差 ΔA_T 及び ΔA_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ジピリダモール (C}_{24}\text{H}_{40}\text{N}_8\text{O}_4) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ジピリダモールの標準品量 (mg)} \times \frac{\Delta A_T}{\Delta A_S} \times \frac{V}{100} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

ジプロフィリン注射液

Diprophylline Injection

本品は水性の注射剤で定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するジプロフィリン (C₁₀H₁₄N₄O₈ : 254.24) を含む。

製法 本品は「ジプロフィリン」をとり、注射剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「ジプロフィリン」0.015 g に対応する容量をとり、塩酸 1 mL 及び塩素酸カリウム 0.1 g を加え、水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、色は消える。

(2) 本品の表示量に従い「ジプロフィリン」0.15 g に対応する容量をとり、水 2 mL を加えて混和する。この液にタンニン酸試液を滴加するとき、沈殿を生じ、この沈殿は過

量のタンニン酸試液を追加するとき、溶ける。

pH 5.5 ~ 7.5

定量法 本品のジプロフィリン ($C_{10}H_{16}N_4O_4$) 約 0.15 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にジプロフィリン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 274 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ジプロフィリン ($C_{10}H_{16}N_4O_4$) の量 (mg)

$$= \text{ジプロフィリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 密封容器。

シメチジン細粒

Cimetidine Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するシメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$; 252.34) を含む。

製法 本品はシメチジン (日局) をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従いシメチジン (日局) 0.02 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にシメチジン標準品 0.020 g をメタノール 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/強アンモニア水/メタノール混液 (10:1:1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 °C で 30 分間乾燥する。冷後、これを飽和したヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品を粉末とし、シメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加えて振り混ぜ、更にメタノール 40 mL 及び内標準溶液を正確に 10 mL 加えて溶かした後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にシメチジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノール 20 mL を加えて溶かし、水 5 mL 及び内標準溶液を正確に 5 mL 加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するシメチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

シメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$) の量 (mg)

$$= \text{シメチジン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 4 アセトアニシジドのメタノール溶液 (1 2500)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 過塩素酸ナトリウム 14.0 g をとり、水 1000 mL を加えて溶かした後、薄めた過塩素酸 (17 2000) を加えて pH 2.4 に調整する。この液 700 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量: シメチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シメチジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 11 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

シメチジン錠

Cimetidine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するシメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$; 252.34) を含む。

製法 本品はシメチジン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いシメチジン (日局) 0.1 g に対応する量を取り、エタノール 10 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 0.3 mL にクエン酸・無水酢酸試液 5 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱するとき、液は赤紫色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。シメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加えて振り混ぜ、メタノール 40 mL 及び内標準溶液を正確に 10 mL 加えて 30 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にシメチジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、メタノール 20 mL を加えて溶かし、水 5 mL 及び内標準溶液を正確に 5 mL 加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するシメチジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

シメチジン ($C_{10}H_{16}N_6S$) の量 (mg)

$$= \text{シメチジン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 4 アセトアニシジドのメタノール溶液 (1 2500)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0 g をとり、水 1000 mL を加えて溶かした後、薄めた過塩素酸（17 2000）を加えて pH 2.4 に調整する。この液 700 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：シメチジンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、シメチジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 11 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

シメチジン注射液

Cimetidine Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するシメチジン（C₁₀H₁₆N₆S：252.34）を含む。

製法 本品はシメチジン（日局）をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従いシメチジン（日局）0.1 g に対応する容量をとり、塩化アンモニウム溶液（1 50）を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にシメチジン標準品 0.1 g を水 7 mL 及び 1 mol/L 塩酸試液 4 mL に溶かし、アンモニア試液で pH 5 ~ 6 に調整し、水を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/強アンモニア水混液（10：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する。冷後、これを飽和したヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

浸透圧比 1.7 ~ 2.1

pH 5.0 ~ 6.0

純度試験 本品の表示量に従いシメチジン（日局）0.1 g に対応する容量をそれぞれ正確に量り、塩化アンモニウム溶液（1 50）を加えてそれぞれ正確に 20 mL 及び 100 mL とし、試料溶液（1）及び試料溶液（2）とする。別に 1 メチル 2-[2-[[（5-メチルイミダゾール 4-イル）メチル]チオ]エチル]グアニジン・二塩酸塩 1.3 mg をとり、塩化アンモニウム溶液（1 50）に溶かし、正確に 10 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液（1）、（2）及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/強アンモニア水混液（10：2：1）を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 ℃ で 30 分間乾燥する。冷後、これを飽和したヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、試料溶液（1）から得たグアニジン体のスポット（R_f 値約 0.05）は、標準溶液から得たグアニジン体のスポットより小さくなく、かつ濃くない（2 % 以下）。また、試料溶液（2）から得たクロマトグラムにはグアニジン体以外の不

純物スポットを認めない。

定量法 本品の表示量に従いシメチジン（C₁₀H₁₆N₆S）0.2 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にシメチジン標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、移動相に溶かし、次に内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するシメチジンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

シメチジン（C₁₀H₁₆N₆S）の量（mg）

$$= \text{シメチジン標準品の量（mg）} \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの移動相溶液（1 10000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4.6 mm、長さ約 7.5 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 0.86 g をメタノール/pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液混液（3：2）1000 mL に溶かす。

流量：シメチジンの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、シメチジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

臭化水素酸デキストロメトルファン錠

Dextromethorphan Hydrobromide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する臭化水素酸デキストロメトルファン（C₁₈H₂₅NO・HBr・H₂O：370.32）を含む。

製法 本品は臭化水素酸デキストロメトルファン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

（1）本品を粉末とし、表示量に従い臭化水素酸デキストロメトルファン（日局）0.1 g に対応する量を取り、水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、クロロホルム 15 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、脱脂綿でろ過した後、ろ液 0.25 mL をとり、水浴上で蒸発する。残留物に新たにモリブデン酸アンモニウム 5 mg を硫酸 1 mL に溶かした液を加えるとき、液は黄緑色を呈する。

（2）（1）のろ液 0.25 mL をとり、水浴上で蒸発する。残留物を 0.5 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 276 ~ 280 nm に吸収の極大を示し、243 ~ 247 nm に吸収の極小を示す。

(3)(1)の水層をろ過し、ろ液に希硫酸 1 mL を加えた液は臭化物の定性反応を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。臭化水素酸デキストロメトルファン ($C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、水 100 mL 及び炭酸水素ナトリウム試液 20 mL を加え、クロロホルム 50 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、あらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿でろ過する。脱脂綿をクロロホルム 2 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.05 mol/L 過塩素酸・ジオキサン液で滴定する(指示薬:メチルレッド試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の黄色がだいたい色を経て赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.05 \text{ mol/L 過塩素酸・ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 18.516 \text{ mg } C_{18}H_{25}NO \cdot HBr \cdot H_2O$$

貯法 容器 密閉容器。

臭化バレタメート錠

Valethamate Bromide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$: 386.37) を含む。

製法 本品は「臭化バレタメート」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「臭化バレタメート」0.05 g に対応する量をとり、水 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に希硫酸 2 滴及びライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2)(1)のろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm, 256 ~ 260 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い「臭化バレタメート」0.05 g に対応する量をとり、水 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に希硝酸 2 mL を加えた液は、臭化物の定性反応(1)を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を正確に加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に臭化バレタメート標準品をデシケーター(減圧, 60 °C, 五酸化リン)で 3 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15 mL ずつを正確に量り、それぞれにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 6 mL 及びクロロホルム 15 mL ずつを正確に加え、5 分間激しく振り混ぜる。約 10 °C に冷却した後、遠心分離し、クロロホルム層をとる。これらの液につき、クロロホルムを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 624 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$) の量 (mg)

$$= \text{臭化バレタメート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

臭化バレタメート注射液

Valethamate Bromide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$: 386.37) を含む。

製法 本品は「臭化バレタメート」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「臭化バレタメート」0.05 g に対応する容量をとり、水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL に希硫酸 2 滴及びライネック塩試液 5 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2)(1)の液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 254 nm, 256 ~ 260 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

pH 4.0 ~ 5.5

定量法 本品の臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$) 約 0.05 g に対応する量を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に臭化バレタメート標準品をデシケーター(減圧, 60 °C, 五酸化リン)で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト試液 8 mL 及びクロロホルム 20 mL ずつを正確に加え、5 分間激しく振り混ぜる。約 10 °C に冷却した後、遠心分離し、クロロホルム層をとる。これらの液につき、クロロホルムを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 624 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

臭化バレタメート ($C_{19}H_{32}BrNO_2$) の量 (mg)

$$= \text{臭化バレタメート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密封容器。

臭化ブチルスコポラミン錠

Scopolamine Butylbromide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する臭化ブチルスコポラミン ($C_{21}H_{30}BrNO_4$: 440.37) を含む。

製法 本品は臭化ブチルスコポラミン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い臭化ブチルスコポラミン(日局) 0.1 g に対応する量をとり、水 100 mL を加えて振り混ぜた後、必要ならば遠心分離し、ろ過する。ろ液 1 mL を水浴上で蒸発乾固した後、残留物に発煙硝酸 3 ~ 4 滴を加え、再び水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物にジメチ

ルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき、液は赤紫色～紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い臭化ブチルスコポラミン(日局) 0.1 g に対応する量を取り、0.2 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm 255 ~ 259 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個をとり、水 300 mL を加え、時々振り混ぜながら超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液をメンブランフィルター(孔径 0.5 μm 以下)でろ過する。初めのろ液約 3 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に臭化ブチルスコポラミン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する臭化ブチルスコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

臭化ブチルスコポラミン($C_{21}H_{30}BrNO_4$)の量(mg)

$$= \text{臭化ブチルスコポラミン標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 10$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(1 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に水 350 mL 及びメタノール 650 mL を加えて溶かし、リン酸で pH 3 に調整する。

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ブチルスコポラミンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

臭化ブチルスコポラミン注射液

Scopolamine Butylbromide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する臭化ブチルスコポラミン($C_{21}H_{30}BrNO_4$: 440.37)を含む。

製法 本品は臭化ブチルスコポラミン(日局)をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い臭化ブチルスコポラミン(日局)

1 mg に対応する容量をとり、水浴上で蒸発乾固した後、残留物に発煙硝酸 3 ~ 4 滴を加え、再び水浴上で蒸発乾固し、冷後、残留物にジメチルホルムアミド 1 mL を加えて溶かし、テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液 6 滴を加えるとき、液は赤紫色～紫色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い臭化ブチルスコポラミン(日局) 0.1 g に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 249 ~ 253 nm, 255 ~ 259 nm 及び 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

浸透圧比 0.9 ~ 1.0

pH 3.7 ~ 5.5

定量法 本品の表示量に従い臭化ブチルスコポラミン(日局)約 0.1 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に臭化ブチルスコポラミン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するブチルスコポラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

臭化ブチルスコポラミン($C_{21}H_{30}BrNO_4$)の量(mg)

$$= \text{臭化ブチルスコポラミン標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液(3 20000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に水 350 mL 及びメタノール 650 mL を加えて溶かし、リン酸で pH 3 に調整する。

流量：ブチルスコポラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ブチルスコポラミンの順に溶出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

臭化メペンゾラート錠

Mepenzolate Bromide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する臭化メペンゾラート($C_{21}H_{26}BrNO_3$: 420.34)を含む。

製法 本品は臭化メペンゾラート(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い臭化メペンゾラート(日局) 0.05 g に対応する量を取り、0.01 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えて、10 分間振り混ぜた後、0.45 μm のメン

プランフィルターを用いてろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 250 ~ 253 nm 及び 256 ~ 259 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。臭化メペンゾラート ($C_{21}H_{26}BrNO_3$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、水 100 mL を加えて 20 分間振り混ぜる。次いでアセトニトリル 40 mL 及び内標準溶液を正確に 20 mL 加え、20 分間振り混ぜた後、アセトニトリルを加えて正確に 200 mL とする。この液を毎分 3500 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に臭化メペンゾラート標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.040 g を精密に量り、水 25 mL、アセトニトリル 10 mL 及び内標準溶液 5 mL を正確に加えて溶かした後、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメペンゾラートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

臭化メペンゾラート ($C_{21}H_{26}BrNO_3$) の量 (mg)

$$= \text{臭化メペンゾラート標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 4$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピル (日局) のアセトニトリル溶液 (1 : 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 14.0 g を水 1000 mL に溶かした後、薄めた過塩素酸 (17 : 2000) 10 mL を加え、pH 3.0 に調整する。この液 550 mL にアセトニトリル 450 mL を加える。

流量：メペンゾラートの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メペンゾラート、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

酒石酸イフェンプロジル錠

Ifenprodil Tartrate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する酒石酸イフェンプロジル [($C_{21}H_{27}NO_2$)₂ · C₄H₆O₆ : 800.98] を含む。

製法 本品は酒石酸イフェンプロジル (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い酒石酸イフェンプロジル (日局) 0.1 g に対応する量をとり、メタノール 20 mL を加え、水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加温し、冷後、遠心分離して上澄液をとる。残留物にメタノール 20 mL を加えて同様に操作し、上澄液を先の上澄液と合わせ、メタノール

ールを水浴上で蒸発乾固する。冷後、残留物に水 10 mL を加えて 5 分間加温し、冷後、アンモニア試液 0.1 mL を徐々に加えた後、エーテル 10 mL を加えて激しく振り混ぜて放置し、エーテル層を分取する。エーテル液に無水硫酸ナトリウム 1 g を少量ずつ加え、穏やかに振り混ぜて放置した後、エーテル液を分取する。水浴上でエーテルを留去し、残留物にクロロホルム 20 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。試料溶液 1 mL に塩化鉄 (III) · メタノール試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) (1) の試料溶液 2 ~ 3 滴をろ紙上にスポットし、風乾した後、噴霧用ドラージェンドルフ試液を噴霧するとき、スポットはだいたい色を呈する。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い酒石酸イフェンプロジル (日局) 0.1 g に対応する量をとり、メタノール 30 mL を加え、水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加温し、冷後、遠心分離して上澄液をとる。残留物にメタノール 30 mL を加えて同様に操作し、上澄液を先の上澄液と合わせ、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり、メタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示し、波長 243 ~ 247 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。酒石酸イフェンプロジル [($C_{21}H_{27}NO_2$)₂ · C₄H₆O₆] 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、薄めたエタノール (3 : 4) 30 mL を加え、80 °C の水浴中で時々振り混ぜながら 5 分間加熱し、冷後、遠心分離して上澄液をとる。残留物につき、薄めたエタノール (3 : 4) 20 mL ずつで同様に 2 回操作し、全上澄液を先の上澄液と合わせた後、薄めたエタノール (3 : 4) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、薄めたエタノール (3 : 4) を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に酒石酸イフェンプロジル標準品 (別途酒石酸イフェンプロジル (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、薄めたエタノール (3 : 4) を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、薄めたエタノール (3 : 4) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酒石酸イフェンプロジル [($C_{21}H_{27}NO_2$)₂ · C₄H₆O₆] の量 (mg)

= 脱水物に換算した酒石酸イフェンプロジル標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

酒石酸メトプロロール錠

Metoprolol Tartrate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する酒石酸メトプロロール ($C_{15}H_{25}NO_3 \cdot 1/2C_4H_6O_6$: 342.41) を

含む。

製法 本品は「酒石酸メトプロロール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「酒石酸メトプロロール」0.01 g に対応する量を取り、エタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 274 ~ 278 nm 及び 281 ~ 285 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。酒石酸メトプロロール ($C_{15}H_{25}NO_3 \cdot 1/2C_4H_6O_6$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、水 5 mL を加えて振り混ぜた後、エタノール 60 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 30 mL をとり、遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に酒石酸メトプロロール標準品をデシケーター（減圧、60 ℃）で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水 5 mL を加えて溶かし、エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、エタノールを対照として、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酒石酸メトプロロール ($C_{15}H_{25}NO_3 \cdot 1/2C_4H_6O_6$) の量 (mg)

$$= \text{酒石酸メトプロロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 密閉容器。

硝酸イソソルビド徐放カプセル

Isosorbide Dinitrate Extended release Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する硝酸イソソルビド ($C_8H_8N_2O_6$; 236.14) を含む。

製法 本品は硝酸イソソルビド（日局）をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を粉末とし、表示量に従い、硝酸イソソルビド（日局）0.1 g に対応する量を取り、ジエチルエーテル 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。このろ液 5 mL をとり、減圧下注意してジエチルエーテルを留去した後、残留物に水 1 mL を加え、更に注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす。冷後、この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ~ 10 分間放置するとき、境界面に褐色の輪帯を生じる。

純度試験 硝酸塩 本品の内容物を粉末とし、表示量に従い、硝酸イソソルビド（日局）0.05 g に対応する量を精密に量り、分液漏斗に入れ、トルエン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、水 20 mL ずつで 3 回抽出する。水層を合わせ、トルエン 20 mL ずつで 2 回洗った後、水層をとり、水を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。硝酸標準液 5.0 mL 及び試料溶液 25 mL をそれぞれ別のネスラー管にとり、水を加えてそれぞれ 50 mL とし、グリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ、30 分間放置し、ネスラー管の側面から観察するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を完全に取出し、その質量を精密に量り、粉末とする。硝酸イソソルビド ($C_8H_8N_2O_6$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、メタノール 30 mL を加えて 15 分間超音波処理し、冷後メタノールを加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。最初のろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別に硝酸イソソルビド標準品（別に硝酸イソソルビド（日局）と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

硝酸イソソルビド ($C_8H_8N_2O_6$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算した硝酸イソソルビド標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液（11：9）

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルビドのピークのシンメトリー係数が 1.5 以下で、理論段数が 2000 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

硝酸イソソルビド徐放錠

Isosorbide Dinitrate Extended release Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する硝酸イソソルビド ($C_8H_8N_2O_6$; 236.14) を含む。

製法 本品は硝酸イソソルビド（日局）をとり、錠剤の製法により徐放錠を製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い硝酸イソソルビド（日局）0.05 g に対応する量を取り、アセトン 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。試料溶液 2 mL をとり、微温湯中減圧下でアセトンを留去する。残留物に水 1 mL を加え、注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす。冷後、この液に硫酸鉄（Ⅱ）試液 3 mL を層積して 5 ~ 10 分間放置するとき、接界面に褐色の輪帯を生じる。

(2) 硝酸イソソルビド標準品 0.05 g をとり、アセトン 10 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。(1) の試料溶液

及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にペンタン/酢酸エチル混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにジフェニルアミンのエタノール (99.5) 溶液 (1 : 100) を均等に噴霧し、風乾した後、紫外線 (主波長 254 nm) を約 5 分間照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは灰褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。硝酸イソソルビド ($C_8H_8N_2O_6$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、アセトニトリル 50 mL を加え、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、超音波で 10 分間処理する。次に、アセトニトリルを加えて 100 mL とし、遠心分離する。上澄液を孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に硝酸イソソルビド標準品 (別途硝酸イソソルビド (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.02 g を精密に量り、アセトニトリル 50 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、アセトニトリルを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する硝酸イソソルビドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{硝酸イソソルビド (C}_8\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_6\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した硝酸イソソルビド標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 4 クロロアセトアニリドのアセトニトリル溶液 (1 : 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液 (11 : 9)

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、硝酸イソソルビド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

シロシゴピン錠

Syrosingopine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するシロシゴピン ($C_{38}H_{42}N_2O_{11}$: 666.71) を含む。

製法 本品は「シロシゴピン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「シロシゴピン」1 mg に対応する量を取り、クロロホルム 5 mL を加えて振

り混ぜ、ろ過し、ろ液を蒸発乾固する。この残留物にモリブデン酸ナトリウムの硫酸溶液 (1 : 1000) 1 ~ 2 滴を加えるとき、液は黄色を呈し、放置すると液は徐々に青色に変わる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「シロシゴピン」1 mg に対応する量を取り、クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、ろ過し、ろ液を蒸発乾固する。この残留物にジメチルアミノベンズアルデヒド 0.01 g を加え、氷酢酸 0.5 mL 及び硫酸 0.5 mL を加えるとき、液は淡緑色を呈し、次に氷酢酸 2 mL を加えるとき、赤色に変わる。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。シロシゴピン ($C_{38}H_{42}N_2O_{11}$) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、分液漏斗に入れ、クロロホルム 20 mL を加え、激しく振り混ぜる。別に、シロシゴピン標準品を五酸化リンを乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、クロロホルムを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、この液 20 mL を正確に分液漏斗にとる。それぞれのクロロホルム液にクエン酸溶液 (1 : 50) 20 mL を加えてよく振り混ぜ、クロロホルム層を分取する。水層はクロロホルム 20 mL を加えてよく振り混ぜ、クロロホルム液を合わせ、炭酸水素ナトリウム溶液 (1 : 100) 20 mL で洗う。洗液をクロロホルム 20 mL で抽出し、先のクロロホルム抽出液に合わせ、クロロホルムで潤した少量の脱脂綿を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過し、クロロホルム少量で洗い、クロロホルムを加えて、正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 300 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{シロシゴピン (C}_{38}\text{H}_{42}\text{N}_2\text{O}_{11}\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{シロシゴピン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

シンフィブラートカプセル

Simfibrate Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するシンフィブラート ($C_{23}H_{26}Cl_2O_6$: 469.35) を含む。

製法 本品はシンフィブラート (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、表示量に従いシンフィブラート (日局) 0.5 g に対応する量を取り、エタノール 5 mL を加え、時々振り混ぜながら 2 分間加熱して抽出し、冷後、ろ過する。ろ液 0.5 mL をとり、塩酸ヒドロキシルアミンのエタノール飽和溶液 3 滴及び水酸化カリウム・エタノール試液 6 滴を加え、沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、1 mol/L 塩酸試液 1 mL 及びエタノール 2 mL を加え、更に塩化第二鉄溶液 (1 : 100) 0.1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282

nm に吸収の極大を示し、285 ~ 288 nm に吸収の肩を示す。

(3) (1) のろ液 2 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。シンフィブラート ($C_{23}H_{26}Cl_2O_6$) 約 1 g に対応する量を精密に量り、メタノール 150 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別にシンフィブラート標準品をデシケータ (減圧, 五酸化リン) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 279.5 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

シンフィブラート ($C_{23}H_{26}Cl_2O_6$) の量 (mg)

$$= \text{シンフィブラート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 20$$

貯法 容器 気密容器。

スピロラクトン錠

Spirolactone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するスピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$: 416.57) を含む。

製法 本品はスピロラクトン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いスピロラクトン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、クロロホルム 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で加熱して蒸発し、残留物に水 10 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、3 分間煮沸する。冷後、氷酢酸 1 mL 及び酢酸鉛試液 1 mL を加えるとき、褐色 ~ 黒色の沈殿を生じる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 236 ~ 240 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。スピロラクトン ($C_{24}H_{32}O_4S$) 約 0.025 g に対応する量を精密に量り、メタノール 100 mL を加え、水浴上で穏やかに振り混ぜながら 2 ~ 3 分間沸騰させる。冷後、メタノールを加えて正確に 250 mL とした後、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 238 nm における吸光度 A を測定する。

$$\text{スピロラクトン (} C_{24}H_{32}O_4S \text{) の量 (mg)} = \frac{A}{470} \times 25000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

スルピリドカプセル

Sulpiride Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するスルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_2S$: 341.43) を含む。

製法 本品はスルピリド (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。表示量に従いスルピリド (日局) 0.01 g に対応する量を取り、希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にドラージェンドルフ試液 1 mL を加えるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_2S$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_2S$) の量 (mg)

$$= \text{スルピリド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

スルピリド細粒

Sulpiride Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するスルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_2S$: 341.43) を含む。

製法 本品はスルピリド (日局) をとり、散剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いスルピリド (日局) 0.01 g に対応する量を取り、希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にドラージェンドルフ試液 1 mL を加えるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品を粉末とし、スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_2S$) 約 0.1

g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の量 (mg)

$$= \text{スルピリド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

スルピリド錠

Sulpiride Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するスルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$; 341.43) を含む。

製法 本品はスルピリド (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いスルピリド (日局) 0.01 g に対応する量を取り、希塩酸 5 mL 及び水 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にドラゲンドルフ試液 1 mL を加えるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 289 ~ 293 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にスルピリド標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.05 mol/L 硫酸試液を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 291 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

スルピリド ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) の量 (mg)

$$= \text{スルピリド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

ソイステロールカプセル

Soysterol Capsules

本品は定量するとき、大豆油不けん化物表示量の 37.5 ~

53.5 % に対応する植物ステロール及び 17.0 ~ 23.0 % に対応する天然トコフェロールを含む。

製法 本品は「大豆油不けん化物」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い「大豆油不けん化物」0.2 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜて抽出する。クロロホルム抽出液を 0.5 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 20 mL で洗い、更に水 20 mL ずつで 4 回洗う。次に、抽出液を共栓フラスコに移し、無水硫酸ナトリウム 1.5 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、クロロホルムを水浴上で減圧留去する。残留物約 0.02 g にクロロホルム 4 mL を加えて溶かし、この溶液 2 mL に無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

(2) (1) で得た残留物 0.05 g に無水エタノール 80 mL を加えて約 60 ℃ の水浴上で加熱して溶かし、冷後無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 mL を量り、無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液の吸収スペクトルを測定するとき、波長 293 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。これを以下の (1) 植物ステロール及び (2) 天然トコフェロールの定量法の試料とする。

(1) 植物ステロール「大豆油不けん化物」1.0 g に対応する量を精密に量り、希塩酸 30 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、エーテル 50 mL, 30 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜて抽出する。ただし、最初の 2 回までは注意して弱く振り混ぜて抽出し、3 回目は激しく振り混ぜ、しばらく放置した後、エタノール約 15 mL を加えて弱く振ってしばらく放置した後、エーテル層を分取する。4 回目は激しく振り混ぜた後、エーテル層を分取し、生じたエマルジョンは水層と共にろ紙で吸引ろ過し、ろ液をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗浄する。全エーテル抽出液及び洗液を合わせ、0.5 mol/L 水酸化カリウム試液 20 mL で洗った後、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 20 mL ずつで洗う。次に抽出液を共栓フラスコに移し、更にエーテル 20 mL で分液漏斗を洗い、抽出液に合わせる。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ 15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液は抽出液に合わせ、水浴上でエーテルを減圧留去する。残留物にエタノール 25 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 : 2) 1.5 mL を加えて、45 分間水浴上で還流冷却器を付けて加熱する。室温まで冷却し、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 50 mL, 30 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜて抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、これを水 20 mL で洗い、更に 0.5 mol/L 水酸化カリウム試液 20 mL で洗った後、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 20 mL ずつで洗う。次に抽出液を共栓フラスコに移し、更にエーテル 20 mL で分液漏斗を洗い、抽出液に合わせる。これに無水

硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液は抽出液に合わせ、水浴上でエーテルを減圧留去する。残留物にエタノール 50 mL を加え約 60 ℃ の水浴上で加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL をピーカーに正確に量り、エタノール 20 mL を加えて水浴上で加熱しながらジギトニン・エタノール試液 20 mL を加え、かき混ぜながら液量が半量以下になるまで加熱する。冷後、エーテル 5 mL を加えてかき混ぜ、あらかじめ 105 ℃ で恒温になるまで乾燥した質量既知のガラスフィルター (G 4) を用いて吸引ろ過する。エーテル 5 mL ずつで 3 回洗い、更に熱湯で注意して洗う。洗液を試験管にとり、振り混ぜるとき、泡立ちがすぐに消えるまで洗った後、105 ℃ で恒量になるまで乾燥し、沈殿物の質量を量る。

植物ステロールの量 (g) = 沈殿物の量 (g) × 10 × 0.25

0.25 : 生成した沈殿 (ジギトニド) の量からステロールの量に換算する係数

(2) 天然トコフェロール 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。「大豆油不けん化物」0.5 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、クロロホルム 40 mL, 40 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜ抽出する。4 回目のクロロホルム層を分取後、生じたエマルジョンは水層と共にろ紙で吸引ろ過し、ろ液をクロロホルム 10 mL で洗浄する。全クロロホルム抽出液及び洗液を合わせ、0.5 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 10 mL で洗浄する。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をクロロホルム 10 mL ずつで 3 回洗い、洗液を抽出液に合わせ、クロロホルムを加えて、全量を正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品約 0.05 g を精密に量り、クロロホルム 80 mL を加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに用時製の塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) 1 mL 及び α, α ジピリジルの無水エタノール溶液 (1 : 200) 1 mL を順次正確に加え、更に無水エタノールを加えて正確に 25 mL とする。それぞれの液につき、塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) を加えてから正確に 10 分間放置する。別にクロロホルム 2 mL を正確に量り、以下試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

天然トコフェロールの量 (mg)

$$= \text{トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ソイステロール顆粒

Soysterol Granules

本品は定量するとき、大豆油不けん化物表示量の 37.5 ~ 53.5 % に対応する植物ステロール及び 17.0 ~ 23.0 % に対応する天然トコフェロールを含む。

製法 本品は「大豆油不けん化物」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「大豆油不けん化物」0.2 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜ抽出する。クロロホルム抽出液を 0.5 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 20 mL で洗い、更に水 20 mL ずつで 4 回洗う。次に、抽出液を共栓フラスコに移し、無水硫酸ナトリウム 1.5 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、クロロホルムを水浴上で減圧留去する。残留物約 0.02 g にクロロホルム 4 mL を加えて溶かし、この溶液 2 mL に無水酢酸 1 mL 及び硫酸 1 滴を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、青色を経て緑色に変わる。

(2) (1) で得た残留物 0.05 g に無水エタノール 80 mL を加えて約 60 ℃ の水浴上で加温して溶かし、冷後無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液 10 mL を量り、無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 293 ~ 297 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品を粉末とし、これを以下の(1)植物ステロール及び(2)天然トコフェロールの定量法の試料とする。

(1) 植物ステロール 「大豆油不けん化物」1.0 g に対応する量を精密に量り、希塩酸 30 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、エーテル 50 mL, 30 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜて抽出する。ただし、最初の 2 回までは注意して弱く振り混ぜて抽出し、3 回目は激しく振り混ぜ、しばらく放置した後、エタノール約 15 mL を加えて弱く振ってしばらく放置した後、エーテル層を分取する。4 回目は激しく振り混ぜた後、エーテル層を分取し、生じたエマルジョンは水層と共にろ紙で吸引ろ過し、ろ液をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗浄する。全エーテル抽出液及び洗液を合わせ、0.5 mol/L 水酸化カリウム試液 20 mL で洗った後、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 20 mL ずつで洗う。次に抽出液を共栓フラスコに移し、更にエーテル 20 mL で分液漏斗を洗い、抽出液に合わせる。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ 15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液は抽出液に合わせ、水浴上でエーテルを減圧留去する。残留物にエタノール 25 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 : 2) 1.5 mL を加えて、45 分間水浴上で還流冷却器を付けて加熱する。室温まで冷却し、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、エーテル 50 mL, 30 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜて抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、これを水 20 mL で洗い、更に 0.5 mol/L 水酸化カリウム試液 20 mL で洗った後、洗液がフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 20 mL ず

つで洗う。次に抽出液を共栓フラスコに移し、更にエーテル 20 mL で分液漏斗を洗い、抽出液に合わせる。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をエーテル 10 mL ずつで 3 回洗う。洗液は抽出液に合わせ、水浴上でエーテルを減圧留去する。残留物にエタノール 50 mL を加え約 60 ℃ の水浴上で加温して溶かし、冷後、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 10 mL をピーカーに正確に量り、エタノール 20 mL を加えて水浴上で加熱しながらジギトニン・エタノール試液 20 mL を加え、かき混ぜながら液量が半量以下になるまで加熱する。冷後、エーテル 5 mL を加えてかき混ぜ、あらかじめ 105 ℃ で恒温になるまで乾燥した質量既知のガラスフィルター (G 4) を用いて吸引する。エーテル 5 mL ずつで 3 回洗い、更に熱湯で注意して洗う。洗液を試験管にとり、振り混ぜるとき、泡立ちがすぐに消えるまで洗った後、105 ℃ で恒量になるまで乾燥し、沈殿物の質量を量る。

植物ステロールの量 (g) = 沈殿物の量 (g) × 10 × 0.25

0.25: 生成した沈殿 (ジギトニド) の量からステロールの量に換算する係数

(2) 天然トコフェロール 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。「大豆油不けん化物」0.5 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 50 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、クロロホルム 40 mL, 40 mL, 30 mL 及び 30 mL ずつで 4 回振り混ぜ抽出する。4 回目のクロロホルム層を分取後、生じたエマルジョンは水層と共にろ紙で吸引し、ろ液をクロロホルム 10 mL で洗浄する。全クロロホルム抽出液及び洗液を合わせ、0.5 mol/L 炭酸水素ナトリウム試液 10 mL で洗浄する。これに無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、抽出液を傾斜してとり、更に残留物をクロロホルム 10 mL ずつで 3 回洗い、洗液を抽出液に合わせ、クロロホルムを加えて、全量を正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品約 0.05 g を精密に量り、クロロホルム 80 mL を加えて溶かし、更にクロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれに用時製した塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1/500) 1 mL 及び α, α ジピリジルの無水エタノール溶液 (1/200) 1 mL を順次正確に加え、更に無水エタノールを加えて正確に 25 mL とする。それぞれの液につき、塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1/500) を加えてから正確に 10 分間放置する。別にクロロホルム 2 mL を正確に量り、以下試料溶液と同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 520 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

天然トコフェロールの量 (mg)

$$= \text{トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ダナゾールカプセル

Danazol Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するダナゾール ($C_{22}H_{27}NO_2$: 337.46) を含む。

製 法 本品は「ダナゾール」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従い「ダナゾール」約 0.2 g に対応する量を取り、エタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液の溶媒を減圧で留去する。残留物 0.1 g にエタノール 5 mL を加えて溶かした液 1 mL にエタノールを加えて 20 mL とする。この液 2 mL をとり、エタノールで 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 287 nm に吸収の極大を示し、230 ~ 236 nm に吸収の極小を示す。

(2) (1) で得た残留物及びダナゾール標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン, 60 ℃) で 4 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとダナゾール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

定 量 法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。ダナゾール ($C_{22}H_{27}NO_2$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、エタノール 60 mL を加えて 3 分間振り混ぜた後、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にダナゾール標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン, 60 ℃) で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ダナゾール ($C_{22}H_{27}NO_2$) の量 (mg)

$$= \text{ダナゾール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

チアミンジスルフィド注射液

Thiamine Disulfide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 120 % に対応するチアミンジスルフィド ($C_{12}H_{17}N_4S_2$: 562.71) を含む。

製 法 本品は「チアミンジスルフィド」をとり、注射剤の製法により製する。

性 状 本品は無色 ~ 微黄色の澄明の液である。

pH: 3.0 ~ 5.0

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「チアミンジスルフィド」約 0.01 g に対応する容量をとり、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、希水酸化ナトリウム試液を加えて微アルカリ性とした後、L 塩酸システイン溶液 (1 : 1000) 5 mL を加え、37 °C で 30 分間加温する。冷後、水酸化ナトリウム試液 2.5 mL、フェリシアン化カリウム試液 0.5 mL 及びイソブタノール 5 mL を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、イソブタノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(2) 本品の表示量に従い「チアミンジスルフィド」約 0.01 g に対応する容量をとり、酢酸鉛試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 : 10) 2 mL を加え、加温するとき、液は暗赤色 ~ 黒褐色に変わる。

定量法 本品のチアミンジスルフィド ($C_{24}H_{34}N_8O_4S_2$) 約 0.03 g に対応する容量を正確に量り、リン酸一水素ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液 0.3 mL を加え、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にチアミンジスルフィド標準品 (別に「チアミンジスルフィド」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.03 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて溶かし、希水酸化ナトリウム試液 4 mL 及びリン酸一水素ナトリウム・リン酸二水素ナトリウム試液 0.3 mL を加え、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 8 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質に対するチアミンジスルフィドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{チアミンジスルフィド (} C_{24}H_{34}N_8O_4S_2 \text{) の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算したチアミンジスルフィド標準品} \\ & \quad \text{の量 (mg)} \\ & \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ジメチルのメタノール溶液 (9 : 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：240 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 °C 付近の一定温度

移動相：1 ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液 (19 : 8500) 1700 mL にメタノール 500 mL を加える。

流量：チアミンジスルフィドの保持時間が 10 ~ 14 分になるように調整する。

カラムの選定：ベンジルアルコール 0.05 g を正確に量り、標準溶液 10 mL を加えた液 8 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ベンジルアルコール、チアミンジスルフィド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

チオクト酸アミド顆粒

Thioctic Acid Amide Granules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するチオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$; 205.34) を含む。

製法 本品は「チオクト酸アミド」をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「チオクト酸アミド」0.05 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加え、時々振り混ぜながら 2 分間加温し、冷後、遠心分離し、この上澄液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 331 ~ 335 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 10 g 以上をとり、粉末とする。チオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$) 約 0.015 g に対応する量を精密に量り、エタノール 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 5 分間加温し、冷後、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を 10 分間遠心分離した後、上澄液を試料溶液とする。別にチオクト酸アミド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、エタノールに溶かして正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 332 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

チオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$) の量 (mg)

$$= \text{チオクト酸アミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

チオクト酸アミド散

Thioctic Acid Amide Powder

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するチオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$; 205.34) を含む。

製法 本品は「チオクト酸アミド」をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「チオクト酸アミド」0.05 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加え、時々振り混ぜながら 2 分間加温し、冷後、遠心分離し、この上澄液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 331 ~ 335 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の表示量に従いチオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$) 約 0.015 g に対応する量を精密に量り、エタノール 30 mL を加え、時々振り混ぜながら 5 分間加温し、冷後、エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を 10 分間遠心分離した後、上澄液を試料溶液とする。別にチオクト酸アミド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.015 g を精密に量り、エタノールに溶かして正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 332 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

チオクト酸アミド ($C_8H_{15}NOS_2$) の量 (mg)

$$= \text{チオクト酸アミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

テガフルカプセル

Tegafur Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するテガフル ($C_8H_9FN_2O_3$; 200.17) を含む。

製法 本品はテガフル (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とする。表示量に従いテガフル (日局) 約 0.2 g に対応する量を取り、クロロホルム 200 mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固する。残留物 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(2) (1) で得た残留物 0.1 g を無水炭酸ナトリウム 0.2 g と共に徐々に加熱し、強熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、あらかじめ 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を入れた分液漏斗に加えて振り混ぜた後、クロロホルム 60 mL で 3 回抽出する。各抽出液は漏斗上に無水硫酸ナトリウム約 8 g を層積した脱脂綿を通して 200 mL のメスフラスコに順次ろ過し、クロロホルムを加えて 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、更にこの液 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品 (別述「テガフル」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.2 g を精密に量り、あらかじめ 0.1 mol/L 塩酸試液 20 mL を加えた分液漏斗に加えて溶かし、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 270 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したテガフル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

テガフル細粒

Tegafur Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する

テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$; 200.17) を含む。

製法 本品はテガフル (日局) をとり、散剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従いテガフル (日局) 約 0.2 g に対応する量を取り、以下「テガフルカプセル」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 「テガフルカプセル」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 「テガフルカプセル」の確認試験 (3) を準用する。

定量法 本品 20 g をとり、粉末とし、テガフル

($C_8H_9FN_2O_3$) 約 0.2 g に対応する量を精密に量り、以下「テガフルカプセル」の定量法を準用する。

テガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したテガフル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

テガフル注射液

Tegafur Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~

105 % に対応するテガフル ($C_8H_9FN_2O_3$; 200.17) を含む。

製法 本品はテガフル (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従いテガフル (日局) 0.4 g に対応する容量をとり、1 mol/L 塩酸数滴を加えて酸性とした後、50 mL のクロロホルムで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、減圧下常温でクロロホルムを留去した後、残留物 0.2 g をとり、無水炭酸ナトリウム 1 g を加えてよく混合し、注意して加熱分解した後、残留物に熱湯 10 mL を加えてよく振り混ぜる。冷後、氷酢酸 2 mL を加えて酸性とし、必要ならばろ過する。この液 2 mL をとり、アリザリンレッド S・ジルコニル液 3 mL に加えるとき液の色は紅色より黄色に変わる。

(2) (1) で得た残留物 0.1 g を無水炭酸ナトリウム 0.2 g と共に徐々に加熱し、強熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

pH 9.5 ~ 10.5

定量法 本品のテガフル ($C_8H_9FN_2O_3$) 約 0.04 g に対応する容量を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別にテガフル標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、以下試料溶液の調製と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 270 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{テガフル (C}_8\text{H}_5\text{FN}_2\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{テガフル標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 冷暗所に保存する。

容器 密封容器。

デキサメタゾンエリキシル

Dexamethasone Elixir

デキサメサゾンエリキシル

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するデキサメタゾン (C₂₂H₂₉FO₅: 392.46) を含む。

製法 本品はデキサメタゾン (日局) をとり、エリキシル剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従いデキサメタゾン (日局) 1 mg に対応する容量をとり、分液漏斗に入れ、水 25 mL を加えた後、クロロホルム 25 mL ずつで 4 回抽出し、クロロホルム抽出液は、あらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する。ろ液を水浴上で加温してクロロホルムを留去し、残留物をアセトン 1 mL に溶かし、試料溶液とする。別にデキサメタゾン標準品 5 mg をアセトン 5 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルメタン/メタノール混液 (45:4) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

アルコール数 0.38 ~ 0.57 (第 1 法)。

定量法 本品の表示量に従いデキサメタゾン (C₂₂H₂₉FO₅) 約 0.5 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にデキサメタゾン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.020 g を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{デキサメタゾン (C}_{22}\text{H}_{29}\text{FO}_5\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{40} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノール混液 (1:1) 溶液 (1 8000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (2:1)

流量: デキサメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: パラオキシ安息香酸メチル 2 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg を水/メタノール混液 (1:1) 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

デキサメタゾン錠

Dexamethasone Tablets

デキサメサゾン錠

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するデキサメタゾン (C₂₂H₂₉FO₅: 392.46) を含む。

製法 本品はデキサメタゾン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いデキサメタゾン (日局) 0.01 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL を水浴上で加温してクロロホルムを留去し、残留物をアセトン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別にデキサメタゾン標準品 5 mg をアセトン 5 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルメタン/メタノール混液 (45:4) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水/メタノール混液 (1:1) 15 mL を加えて、30 分間よく振り混ぜる。次に内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 25 mL とし、遠心分離する。上澄液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm 以下) を用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にデキサメタゾン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.020 g を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、定量法の操作条件を準用して液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

デキサメタゾン (C₂₂H₂₉FO₅) の量 (mg)

$$= \text{デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{40}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノール混液 (1:1) 溶液 (1 20000)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉

末とする。デキサメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) 約 0.5 mg に対応する量を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) 15 mL を加え、30 分間振り混ぜる。次に内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 25 mL とし、遠心分離する。上澄液をメンブランフィルター (孔径 0.45 μ m 以下) を用いてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にデキサメタゾン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.020 g を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するデキサメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

デキサメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_5$) の量 (mg)

$$= \text{デキサメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{40}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノール混液 (1:1) 溶液 (1 20000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (2:1)

流量: デキサメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: パラオキシ安息香酸メチル 2 mg 及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg を水/メタノール混液 (1:1) 100 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸メチル、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

デキストラン硫酸ナトリウム腸溶錠

Dextran Sulfate Sodium Enteric coated Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するデキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 を含む。

製法 本品はデキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 (日局) をとり、錠剤の製法により腸溶錠を製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いデキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 (日局) 0.75 g に対応する量を取り、水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 0.05 mL をトルイジンプルー溶液 (1 100000) 10 mL に滴加するとき、液の色は青色から赤紫色に変わる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いデキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 (日局) 0.015 g に対応する量を取り、水 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL にアントロン試液 2 mL を加えるとき、液は青緑色を

呈し、徐々に暗青緑色に変わる。更に薄めた硫酸 (1 2) 1 mL 又は氷酢酸 1 mL を加えても液の色は変化しない。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 (日局) 約 0.3 g に対応する量を精密に量り、水 70 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた塩酸 (1 200) を加えて正確に 50 mL とし、ろ過する。ろ液 5 mL を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にデキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 標準品約 0.06 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、薄めた塩酸 (1 200) を加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び pH 6.0 のリン酸塩緩衝液 5 mL ずつをシリコン加工^(注)した試験管に正確に量り、これにトルイジンプルー溶液 (1 100000) 20 mL を正確に加えてよく振り混ぜた後、直ちにこれらの液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 635 nm における吸光度 A_T , A_S 及び A_B を測定する。

デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 の量 (mg)

$$= \text{デキストラン硫酸ナトリウム イオウ 18 標準品の量 (mg)}$$

$$\times \frac{A_B - A_T}{A_B - A_S} \times 5$$

(注) シリコン加工

試験管をジメチルポリシロキサン (内服用) (薬添規) のトルエン溶液 (1 10) に完全に浸した後、直ちに試験管を取り出し倒立させ一夜風乾する。これを 150 $^{\circ}$ C の乾燥器で約 2 時間加熱する。

貯法 容器 気密容器。

トラニラストカプセル

Tranilast Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するトラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$; 327.33) を含む。

製法 本品は「トラニラスト」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「トラニラスト」0.1 g に対応する量を取り、エーテル 180 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物 0.03 g を炭酸カリウム溶液 (1 150) 3 mL に溶かし、過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は直ちに消える。

(2) (1) で得た残留物のメタノール溶液 (1 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 334 ~ 336 nm に吸収の極大を示し、波長 264 ~ 266 nm に吸収の極小を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。トラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$) 約 0.4 g に対応する量を精密に

量り、ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。残留物をジメチルホルムアミド 10 mL ずつで 2 回洗い、ろ過する。ろ液を合わせ、水 40 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の淡赤色が 30 秒間持続するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.734 \text{ mg } C_{18}H_{17}NO_5$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。
容 器 気密容器。

トラニラスト細粒

Tranilast Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するトラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$; 327.33) を含む。

製 法 本品は「トラニラスト」をとり、散剤の製法により製する。

確認試験

(1) 表示量に従い「トラニラスト」0.1 g に対応する量を取り、エーテル 180 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物 0.03 g に炭酸カリウム溶液 (1 : 150) 3 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は直ちに消える。

(2) (1) で得た残留物のメタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 334 ~ 336 nm に吸収の極大を示し、波長 264 ~ 266 nm に吸収の極小を示す。

定 量 法 本品を粉末とし、トラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$) 約 0.4 g に対応する量を精密に量り、ジメチルホルムアミド 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。残留物をジメチルホルムアミド 10 mL ずつで 2 回洗い、ろ液を合わせ、水 40 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の淡赤色が 30 秒間持続するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.733 \text{ mg } C_{18}H_{17}NO_5$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。
容 器 気密容器。

トラニラストドライシロップ

Tranilast Dry Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するトラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$; 327.33) を含む。

製 法 本品は「トラニラスト」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「トラニラスト」0.1 g に対応する量を取り、エーテル 180 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物 0.03 g に炭酸カリウム溶液 (1 : 150) 3 mL を加えて溶かし、過マンガン酸カリウム試液 2 滴を加えるとき、試液の赤紫色は直ちに消える。

(2) (1) で得た残留物のメタノール溶液 (1 : 200000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 334 ~ 336 nm に吸収の極大を示し、波長 264 ~ 266 nm に吸収の極小を示す。

定 量 法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、トラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、ジメチルホルムアミド 170 mL を加えて 20 分間よく振り混ぜ、更にジメチルホルムアミドを加えて正確に 200 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にトラニラスト標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、ジメチルホルムアミドを加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 332 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

トラニラスト ($C_{18}H_{17}NO_5$) の量 (mg)

$$= \text{トラニラスト標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。
容 器 気密容器。

トリアゾラム錠

Triazolam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 92 ~ 108 % に対応するトリアゾラム ($C_{17}H_{12}Cl_2N_4$; 343.20) を含む。

製 法 本品は「トリアゾラム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「トリアゾラム」1 mg に対応する量を取り、アセトニトリル 5 mL を加えてよく混ぜた後、遠心分離する。上澄液 1 mL をとり、減圧下でアセトニトリルを留去し、残留物を無水エタノール 25 mL に溶かす。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 220 ~ 224 nm に吸収の極大を示す。

(2) (1) で得た上澄液を試料溶液とする。別にトリアゾラム標準品 5 mg をとり、アセトニトリル 25 mL を加えて溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 25 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/メタノール/酢酸エチル混液 (5 : 3 : 2) を展開溶媒として約

12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、移動相 2 mL を加え、内標準溶液 1 mL を正確に加えて崩壊させ、よく混ぜた後、遠心分離する。必要ならば上澄液をろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にトリアゾラム標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、1 mL 中にトリアゾラムを表示量の半分を含む液となるように移動相を加えて溶かし、正確に V mL とする。この液 2 mL を正確に量り、更に内標準溶液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、定量法の操作条件を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するトリアゾラムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

トリアゾラム ($C_{17}H_{12}Cl_2N_4$) の量 (mg)

$$= \text{トリアゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{2}{V}$$

内標準溶液 ジアゼパム (日局) の移動相溶液 (1/10000)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。トリアゾラム ($C_{17}H_{12}Cl_2N_4$) 約 1.25 mg に対応する量を精密に量り、移動相 20 mL を正確に加えてよく混ぜた後、遠心分離する。必要ならば上澄液をろ過する。この液 2 mL を正確に量り、更に内標準溶液 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。別にトリアゾラム標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、移動相を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、更に内標準溶液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリアゾラムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

トリアゾラム ($C_{17}H_{12}Cl_2N_4$) の量 (mg)

$$= \text{トリアゾラム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{20}$$

内標準溶液 ジアゼパム (日局) の移動相溶液 (1/10000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に約 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (7:3)

流量：トリアゾラムの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トリアゾラム、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

トリアムテレン錠

Triamteren Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するトリアムテレン ($C_{12}H_{17}N_7$; 253.26) を含む。

製法 本品はトリアムテレン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いトリアムテレン (日局) 0.03 g に対応する量を取り、水 30 mL を加えて加熱し、冷後、ろ過するとき、ろ液は紫色の蛍光を発する。この液 2 mL に塩酸 0.5 mL を加えるとき、液の蛍光は消える。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。トリアムテレン ($C_{12}H_{17}N_7$) 約 0.090 g に対応する量を精密に量り、ギ酸 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。ろ液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にトリアムテレン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.045 g を精密に量り、ギ酸 25 mL を加えて溶かし、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 357 nm におけるそれぞれの吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

トリアムテレン ($C_{12}H_{17}N_7$) の量 (mg)

$$= \text{トリアムテレン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

トリクロルメチアジド錠

Trichlormethiazide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するトリクロルメチアジド ($C_5H_6Cl_3N_3O_2S_2$; 380.66) を含む。

製法 本品はトリクロルメチアジド (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いトリクロルメチアジド (日局) 0.1 g に対応する量を取り、アセトン 25 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液につき、次の試験を行う。

(1) ろ液 5 mL をとり、水 5 mL 及び n ブチルアミン 1 mL を加え、硫酸銅試液 2 ~ 3 滴を加えてよく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) ろ液 5 mL をとり、水浴上でアセトンを蒸発し、残留物に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えて溶かし、直火で 2 分間加熱する。冷後、希硝酸 3 mL 及び硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) ろ液 3 mL をとり、水浴上でアセトンを蒸発し、残留物に水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 268 ~ 272 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めら製乳鉢を用いて粉末とする。トリクロルメチアジド

($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$) 約 2 mg に対応する量を精密に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) 45 mL 及び内標準溶液 5 mL を正確に加え、15 分間激しく振り混ぜる。この液を遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。なお、試料溶液は次のように調製してもよい。本品 20 個をとり、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) 500 mL を正確に加え、錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる。この液を遠心分離した後、トリクロルメチアジド ($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$) 約 2 mg に対応する容量の上澄液を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更にアセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にトリクロルメチアジド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) を加えて溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、アセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれ 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリクロルメチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

トリクロルメチアジド ($C_8H_8Cl_3N_3O_4S_2$) の量 (mg)

$$= \text{トリクロルメチアジド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{40}$$

内標準溶液 m ニトロフェノールのアセトニトリル/薄めたリン酸 (1 : 50) 混液 (4 : 1) 溶液 (1 : 2500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：268 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用フェニルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸 (1 : 1000) / アセトニトリル混液 (3 : 1)

流量：トリクロルメチアジドの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トリクロルメチアジドの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

トリベノシドカプセル

Tribenoside Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するトリベノシド ($C_{29}H_{34}O_6$: 478.58) を含む。

製法 本品は「トリベノシド」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により測定するとき、波数 3440 cm^{-1} 、1500 cm^{-1} 、1452 cm^{-1} 、1205 cm^{-1} 、735 cm^{-1} 及び 695 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

崩壊試験 試験を行うとき、これに適合する。ただし、試験時間は 30 分間とする。

定量法 本品 20 個をとり、カプセルを切り開いてメタノール 100 mL を加え、よく振り混ぜた後、上澄液を傾斜してとる。残留物につき、メタノール 40 mL ずつで同様に 2 回操作し、すべての上澄液を合わせ、メタノールを加えて正確に 200 mL とする。この液よりトリベノシド約 0.2 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にトリベノシド標準品約 0.2 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するトリベノシドのピーク面積 (体のピーク面積と α 体のピーク面積の和) の比 Q_T 及び標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するトリベノシドのピーク面積 (体のピーク面積と α 体のピーク面積の和) の比 Q_S を求める。

トリベノシド ($C_{29}H_{34}O_6$) の量 (mg)

$$= \text{トリベノシド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 酢酸デオキシコルチコステロン 0.03 g をメタノールに溶かし、100 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：258 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/pH 6.8 の 0.02 mol/L リン酸緩衝液混液 (3 : 2)

流量：トリベノシドの 2 つのピークのうち、保持時間の小さい方のピーク (体) の保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき上記の条件で操作するとき、内標準物質、トリベノシド (体及び α 体) の順に溶出し、内標準物質と 体の分離度が 4 以上及び 体と α 体の分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ナプロキセン錠

Naproxen Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するナプロキセン ($C_{14}H_{14}O_3$: 230.26) を含む。

製法 本品はナプロキセン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いナプロキセン (日局) 0.01 g に対応する量をとり、クロロホルム 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL を磁製のつばにとり、クロロホルムを蒸発させ、残留物に塩化チオニル 10 滴を加え、水浴上で蒸発乾固する。残留物に塩酸ヒドロキシルアミンの無水エタノール飽和溶液 10 滴を加えた後、水酸化ナトリウムの無水エタノール飽和溶液を加えてアルカリ性とし、

水浴上で蒸発乾固する。残留物に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、塩化第二鉄溶液（1 : 100）3 滴及び無水エタノール 10 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

（2）本品を粉末とし、表示量に従いナプロキセン（日局）0.01 g に対応する量を取り、無水エタノール 50 mL を加えて振り混ぜた後、無水エタノールを加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 10 mL に無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 264 nm, 270 ~ 273 nm, 316 ~ 319 nm 及び 330 ~ 333 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、表示量に従いナプロキセン（日局）0.10 g に対応する量を取り、無水エタノール/クロロホルム混液（1 : 1）10 mL を正確に加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にナプロキセン標準品 2.0 mg をとり、無水エタノール/クロロホルム混液（1 : 1）に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/ジクロロメタン/テトラヒドロフラン/氷酢酸混液（50 : 30 : 17 : 3）を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ナプロキセン（ $C_{14}H_{14}O_3$ ）約 0.5 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 40 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ紙及びろ紙上の残留物を無水エタノール 20 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、更に水 20 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：プロムチモールブルー試液 4 滴）。ただし、滴定の終点は液の黄色が緑色を経て青色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 23.026 mg $C_{14}H_{14}O_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ナリジクス酸カプセル

Nalidixic Acid Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するナリジクス酸（ $C_{12}H_{12}N_2O_3$: 232.24）を含む。

製法 本品はナリジクス酸（日局）をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

（1）定量法と同様に操作して得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm 及び 333 ~ 337 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.42 ~ 0.47 である。

（2）本品の内容物を取り出し、粉末とし、試料とする。表示量に従い「ナリジクス酸」0.25 g に対応する量を取り、水 50 mL 及びクロロホルム 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、クロロホルム層を分取し、水浴上で蒸発乾固する。

この残留物 0.02 g をとり、水 2.0 mL 及び硫酸 1.0 mL を加えて溶かした後、パニリン 0.02 g を加え、穏やかに 2 分間煮沸するとき、液の色は黄色からだいたい赤色に変わる。これを冷却しながら、激しく振り混ぜた後、30 分間放置するとき、だいたい黄色の沈殿を生じる。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。ナリジクス酸（ $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ）約 0.05 g に対応する量を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 60 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。この上澄液 1 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にナリジクス酸標準品を 105 $^{\circ}C$ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、335 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ナリジクス酸（ $C_{12}H_{12}N_2O_3$ ）の量（mg）

$$= \text{ナリジクス酸標準品の量（mg）} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

ナリジクス酸錠

Nalidixic Acid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するナリジクス酸（ $C_{12}H_{12}N_2O_3$: 232.24）を含む。

製法 本品はナリジクス酸（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

（1）本品を粉末とし、表示量に従いナリジクス酸（日局）0.02 g に対応する量を取り、クロロホルム 5 mL を加え振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、パニリン 0.02 g、水 2 mL 及び硫酸 1 mL を加えて溶かし、穏やかに 2 分間煮沸するとき、液の色は黄色からだいたい赤色に変わる。これを冷却しながら激しく振り混ぜた後 30 分間放置するとき、だいたい黄色の沈殿を生じる。

（2）本品を粉末とし、表示量に従いナリジクス酸（日局）0.1 g に対応する量を取り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 70 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 100 mL とし、ろ過する。この液 1 mL をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 200 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm 及び 333 ~ 337 nm に吸収の極大を示し、それぞれの極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.42 ~ 0.47 である。

定量法 本品 20 個をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ナリジクス酸 ($C_{12}H_{12}N_2O_3$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 70 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とし、試料溶液とする。別にナリジクス酸標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 500 mL とし、標準溶液とする。これらの液及び標準溶液につき、水酸化ナトリウム試液 5 mL に水を加えて 500 mL とした液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 334 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ナリジクス酸 (C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ナリジクス酸標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

ナリジクス酸シロップ

Nalidixic Acid Syrup

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するナリジクス酸 ($C_{12}H_{12}N_2O_3$; 232.24) を含む。

製法 本品はナリジクス酸 (日局) をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 定量法で得た試料溶液 10 mL をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 20 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 256 ~ 260 nm 及び 333 ~ 337 nm に吸収の極大を示す。また、それぞれの吸収極大の波長における吸光度を A_1 及び A_2 とするとき、 A_2/A_1 は 0.41 ~ 0.49 である。

定量法 本品をよく振り混ぜた後、その 5 mL をピペットを用いて正確に量り、250 mL のメスフラスコに入れ、ピペットは水酸化ナトリウム試液で数回洗い込み、更に水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にナリジクス酸標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 334 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ナリジクス酸 (C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ナリジクス酸標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 5 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ニコチン酸トコフェロール硬カプセル

Tocopherol Nicotinate Hard Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{35}H_{53}NO_3$; 535.80) を含む。

製法 本品はニコチン酸トコフェロール (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従いニコチン酸トコフェロール (日局) 0.2 g に対応する量を取り、無水エタノール 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL に硝酸 1 mL を加え、75 °C で 15 分間加熱するとき、液はだいたい色 ~ 赤色を呈する。

(2) 本品の内容物を取り出し、粉末とし、表示量に従いニコチン酸トコフェロール (日局) 0.1 g に対応する量を取り、無水エタノール 70 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液をろ過し、ろ液 2 mL に無水エタノールを加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を完全に取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。ニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{35}H_{53}NO_3$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 70 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 30 mL を正確に量り、アスコルビン酸カリウム試液 10 mL 及び水酸化カリウム 1 g を加え、空冷管を付け、15 分間煮沸する。冷後、水 30 mL を加え、石油エーテル 30 mL ずつで 3 回抽出し、全抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 3 回洗い、更にフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 10 mL ずつで洗う。石油エーテル層を分取し、これに無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて脱水した後、脱脂綿でろ過し、石油エーテル層をとり、硫酸ナトリウムは石油エーテルで洗い、石油エーテル層及び洗液を合わせ、石油エーテルを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、窒素気流中で石油エーテルを揮散し、残留物を無水エタノール 5 mL に溶かし、塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) 1 mL 及び α, α ジピリジルの無水エタノール溶液 (1 : 200) 1 mL を加え、2 分間放置した後、リン酸の無水エタノール溶液 (1 : 80) 1 mL を加え、更に無水エタノールを加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸トコフェロール標準品約 0.03 g を精密に量り、無水エタノール 30 mL に溶かし、試料溶液の調製「アスコルビン酸カリウム試液 10 mL 及び水酸化カリウム 1 g を加え、空冷管を付け、15 分間煮沸する。」以下と同様の操作を行い、標準溶液とする。また、別に無水エタノール 5 mL をとり、試料溶液の調製の「塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) 1 mL 及び…」以下と同様の操作を行い、空試験液を調製する。試料溶液、標準溶液及び空試験液につき、それぞれ無水エタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 520 nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_0 を測定する。

ニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{55}H_{83}NO_3$) の量 (mg)
= 酢酸トコフェロール標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times \frac{10}{3} \times 1.1334$$

貯法 容器 気密容器。

ニコチン酸トコフェロール軟カプセル

Tocopherol Nicotinate Soft Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{55}H_{83}NO_3$: 535.80) を含む。

製法 本品はニコチン酸トコフェロール (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、表示量に従いニコチン酸トコフェロール (日局) 0.2 g に対応する量を取り、無水エタノール 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 3 mL に硝酸 1 mL を加え、75 °C で 15 分間加熱するとき、液はだいたい色 ~ 赤色を呈する。

(2) 本品の内容物を取り出し、表示量に従いニコチン酸トコフェロール (日局) 0.1 g に対応する量を取り、無水エタノール 70 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液をろ過し、ろ液 2 mL に無水エタノールを加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、カプセルを切り開き、内容物を取り出す。カプセルは少量のヘキササンで洗い、室温に放置してヘキササンを除いた後、質量を精密に量り、前後の質量差から平均内容質量を求め、内容物を混和し、ニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{55}H_{83}NO_3$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、無水エタノールを加えて振り混ぜて溶かし、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、無水エタノール 20 mL、アスコルビン酸カリウム試液 10 mL 及び水酸化カリウム 1 g を加え、空冷管を付け、15 分間煮沸する。冷後、水 30 mL を加え、石油エーテル 30 mL ずつで 3 回抽出し、全抽出液を合わせ、水 10 mL ずつで 3 回洗い、更にフェノールフタレイン試液で呈色しなくなるまで水 10 mL ずつで洗う。石油エーテル層を分取し、これに無水硫酸ナトリウム 1 g を加えて脱水した後、脱脂綿でろ過し、石油エーテル層をとり、硫酸ナトリウムは石油エーテルで洗い、石油エーテル層及び洗液を合わせ、石油エーテルを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、窒素気流中で石油エーテルを揮散し、残留物を無水エタノール 5 mL に溶かし、塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) 1 mL 及び α, α ジピリジルの無水エタノール溶液 (1 : 200) 1 mL を加え、2 分間放置した後、リン酸の無水エタノール溶液 (1 : 80) 1 mL を加え、更に無水エタノールを加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸トコフェロール標準品約 0.03 g を精密に量り、無水エタノール 30 mL に溶かし、試料溶液の調製「アスコルビン酸カリウム試液 10 mL 及び水酸化カリウム 1 g を加え、

空冷管を付け、15 分間煮沸する。」以下と同様の操作を行い、標準溶液とする。また、別に無水エタノール 5 mL をとり、試料溶液の調製の「塩化第二鉄の無水エタノール溶液 (1 : 500) 1 mL 及び…」以下と同様の操作を行い、空試験液を調製する。試料溶液、標準溶液及び空試験液につき、それぞれ無水エタノールを対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 520 nm における吸光度 A_T 、 A_S 及び A_0 を測定する。

ニコチン酸 $d\ell$ α トコフェロール ($C_{55}H_{83}NO_3$) の量 (mg)
= 酢酸トコフェロール標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T - A_0}{A_S - A_0} \times 5 \times 1.1334$$

貯法 容器 気密容器。

ニフェジピンカプセル

Nifedipine Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$: 346.33) を含む。

製法 本品はニフェジピン (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従い、ニフェジピン (日局) 0.04 g に対応する量のカプセル数を取り、カプセルを切り開き、内容物を取り出し、酢酸エチル 20 mL に溶かす。この液を水 20 mL で洗った後、酢酸エチル層を試料溶液とする。別にニフェジピン標準品 0.05 g をとり、酢酸エチル 25 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に、シクロヘキササン/酢酸エチル混液 (3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) 約 0.1 g に対応する量のカプセル数を取り、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、カプセルに付着した内容物もメタノール少量で洗い込み、メタノールを加えて正確に 200 mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品 (別途 105 °C で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、ニフェジピンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) の量 (mg)

= 乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 230 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル

化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール・0.01 mol/L リン酸一水素ナトリウム試液（1：1）にリン酸を加えて pH 6.1 にする。

流量：ニフェジピンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：薄層クロマトグラフ用 2 β ジメチル 4（2 ニトロソフェニル）3 β ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル（1 2000）1 mL を量り、ニフェジピンのメタノール溶液（1 2000）1 mL を加え、メタノールを加えて 10 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、2 β ジメチル 4（2 ニトロソフェニル）3 β ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル、ニフェジピンの順に溶出し、その分離度が 1.4 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき試験を 10 回繰り返すとき、ニフェジピンのピーク面積の相対標準偏差は、0.5 % 以下である。

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ニフェジピン錠

Nifedipine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するニフェジピン（ $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ；346.33）を含む。

製 法 本品はニフェジピン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

（1）定量法で得た試料溶液 20 mL をとり、メタノールを加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 233 ~ 237 nm に吸収の極大を示し、335 ~ 356 nm に極大を有する幅広い吸収を示す。

（2）本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、表示量に従いニフェジピン（日局）0.05 g に対応する量を取り、エタノール 10 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品 0.05 g をエタノール 10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/四塩化炭素/強アンモニア水混液（80：60：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、黄赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

定 量 法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ニフェジピン（ $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ）約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜ、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加

えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にニフェジピン標準品（別途 105 ℃ で 2 時間乾燥し、その減量を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 350 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ニフェジピン（ $C_{17}H_{18}N_2O_6$ ）の量（mg）

$$= \text{乾燥物に換算したニフェジピン標準品の量（mg）} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

バルプロ酸ナトリウム錠

Sodium Valproate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するバルプロ酸ナトリウム（ $C_8H_{15}NaO_2$ ；166.19）を含む。

製 法 本品はバルプロ酸ナトリウム（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

（1）本品を粉末とし、表示量に従いバルプロ酸ナトリウム（日局）0.1 g に対応する量を取り、無水エタノール 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・無水エタノール試液 4 mL 及び *N,N*-ジシクロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸第二鉄・無水エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫色を呈する。

（2）本品を粉末とし、表示量に従いバルプロ酸ナトリウム（日局）0.5 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL に硝酸コバルト溶液（1 20）1 mL を加え、水浴上で加温するとき、紫色の沈殿を生じる。

定 量 法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。バルプロ酸ナトリウム（ $C_8H_{15}NaO_2$ ）約 0.1 g に対応する量を精密に量り、水約 80 mL を加えてよく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、試料溶液とする。別にバルプロ酸ナトリウム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、よく振り混ぜ、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するバルプロ酸ナトリウムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

バルプロ酸ナトリウム（ $C_8H_{15}NaO_2$ ）の量（mg）

$$= \text{バルプロ酸ナトリウム標準品の量（mg）} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（1 50000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）
 カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管
 に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル
 化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度
 移動相：pH 3.0 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニ
 トリル混液（3：2）
 流量：バルプロ酸ナトリウムの保持時間が約 7 分になる
 ように調整する。
 カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操
 作するとき，内標準物質，バルプロ酸ナトリウムの順に
 溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

バルプロ酸ナトリウムシロップ

Sodium Valproate Syrup

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応する
 バルプロ酸ナトリウム ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$: 166.19) を含む。

製法 本品はバルプロ酸ナトリウム（日局）をとり，シロ
 ップ剤の製法により製する。

確認試験

（1） 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム（日局）
 0.1 g に対応する容量をとり，無水エタノール 20 mL を加
 えてよく振り混ぜる。この液 1 mL に過塩素酸ヒドロキシ
 ルアミン・無水エタノール試液 4 mL 及び *N,N* ジシク
 ロヘキシルカルボジイミド・無水エタノール試液 1 mL を
 加え，以下「バルプロ酸ナトリウム錠」の確認試験（1）を
 準用する。

（2） 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム（日局）
 0.5 g に対応する容量をとり，水 10 mL を加えてよく振り
 混ぜる。この液 5 mL に硝酸コバルト溶液（1 : 20）1
 mL を加え，水浴上で加熱するとき，紫色の沈殿を生じる。

定量法 本品の表示量に従いバルプロ酸ナトリウム
 ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) 約 0.1 g に対応する容量を精密に量り，
 水約 80 mL を加えてよく振り混ぜた後，水を加えて正確に
 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液
 5 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，試料溶液とする。別に
 バルプロ酸ナトリウム標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し，
 その約 0.05 g を精密に量り，水を加えて溶かし，正確に
 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り，内標準溶液
 5 mL を正確に加え，よく振り混ぜ，標準溶液とする。試料
 溶液及び標準溶液 10 μL につき，次の条件で液体クロマト
 グラフ法により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対す
 るバルプロ酸ナトリウムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を
 求める。

バルプロ酸ナトリウム ($\text{C}_8\text{H}_{15}\text{NaO}_2$) の量 (mg)

$$= \text{バルプロ酸ナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液（1
 50000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：210 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管
 に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル
 化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.01 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニ
 トリル混液（3：2）

流量：バルプロ酸ナトリウムの保持時間が約 7 分になる
 ように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき，上記の条件で操
 作するとき，内標準物質，バルプロ酸ナトリウムの順に
 溶出し，その分離度が 7 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ハロペリドール錠

Haloperidol Tablets

本品は定量するとき，表示量の 90 ~ 110 % に対応する
 ハロペリドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ClFNO}_2$: 375.86) を含む。

製法 本品はハロペリドール（日局）をとり，錠剤の製法に
 より製する。

確認試験

（1） 本品を粉末とし，表示量に従い，ハロペリドール（日
 局）5 mg に対応する量を取り，薄めた塩酸（1 : 1000）
 10 mL を加えて水浴上で振り混ぜながら 5 分間加熱し，冷
 後，ろ過又は遠心分離し，ろ液又は上澄液にライネック塩試
 液 1 mL を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる。

（2） 本品を粉末とし，表示量に従い，ハロペリドール（日
 局）6 mg に対応する量を取り，イソプロパノール 70 mL
 を加え水浴上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱する。冷後，
 イソプロパノールを加えて 100 mL とした後，遠心分離し，
 上澄液 25 mL をとり，0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びイ
 ソプロパノールを加えて 100 mL とする。この液につき，
 紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき，
 波長 219 ~ 223 nm 及び 244 ~ 248 nm に吸収の極大を
 示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり，水 1 mL を加えて崩壊さ
 せた後，温メタノール 35 mL を加えて 15 分間振り混ぜ，
 1 mL 中にハロペリドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ClFNO}_2$) 約 15 μg を含
 む液となるようにメタノールを加えて正確に一定量とする。
 この液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，
 244 nm 付近の吸収の極大波長における吸光度を測定する
 とき，含量均一性試験に適合する。ただし，1 個中の主薬含量
 が 1 mg 以下の製剤について適用する。

定量法 本品 20 個以上をとり，その質量を精密に量り，粉
 末とする。ハロペリドール ($\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ClFNO}_2$) 約 0.02 g に対
 応する量を精密に量り，メタノール 130 mL を加え，水浴
 上で振り混ぜながら沸騰するまで加熱し，更に 2 ~ 3 分間
 加熱を続ける。冷後，メタノールを加えて正確に 200 mL
 とし，遠心分離する。上澄液 8 mL を正確に量り，塩酸 1
 滴及びメタノールを加えて正確に 50 mL とし，試料溶液と
 する。この液につき，塩酸滴加後，30 分以内に紫外可視吸
 光度測定法により試験を行い，244 nm 付近の吸収極大の波
 長における吸光度 A を測定する。

ハロペリドール ($C_{21}H_{23}ClFNO_2$) の量 (mg)

$$= \frac{A}{340} \times 12500$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

ハロペリドール注射液

Haloperidol Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するハロペリドール ($C_{21}H_{23}ClFNO_2$: 375.86) を含む。

製法 本品はハロペリドール (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色 ~ ごくうすい黄色澄明の液である。

確認試験 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 219 ~ 223 nm 及び 244 ~ 248 nm に吸収の極大を示す。

pH 3.8 ~ 4.2

定量法 本品のハロペリドール ($C_{21}H_{23}ClFNO_2$) 約 0.025 g に対応する容量を正確に量り、水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 4 回抽出する。全抽出液を合わせ、水 5 mL で洗い、洗液はクロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出し、先の抽出液に合わせ、クロロホルムを留去する。残留物をイソプロパノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びイソプロパノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にハロペリドール標準品をデシケーター (減圧、五酸化リン、60 °C) で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、イソプロパノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びイソプロパノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 245 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ハロペリドール ($C_{21}H_{23}ClFNO_2$) の量 (mg)

$$= \text{ハロペリドール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

ピペミド酸錠

Pipemidic Acid Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_3O_3$: 303.32) を含む。

製法 本品はピペミド酸三水和物 (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_3O_3$) 0.1 g に対応する量を取り、水酸化ナトリウム試液 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄

液をとり、還流冷却器を付けて水浴中で 1 時間加熱する。冷後、この液 2 mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希酢酸を用いて中和し、更に希酢酸 1 mL を加えた後、*p* ベンゾキノンメタノール溶液 (1 : 1000) 4 mL を加え、穏やかに煮沸するとき、液はだいたい赤色を呈する。(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 270 ~ 274 nm 及び 331 ~ 335 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_3O_3$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にピペミド酸三水和物標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.03 g を精密に量り、希水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_3O_3$) の量 (mg)

$$= \text{乾燥したピペミド酸三水和物標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times 5$$

貯法 容器 気密容器。

ピリジノールカルバメート錠

Pyridinol Carbamate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するピリジノールカルバメート ($C_{11}H_{15}N_3O_4$: 253.25) を含む。

製法 本品は「ピリジノールカルバメート」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「ピリジノールカルバメート」0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加え、5 分間よく振り混ぜてろ過する。残留物はクロロホルム 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で加温してクロロホルムを留去し、残留物を試料とし、以下の試験を行う。

(1) 試料 0.3 g にエタノール 10 mL を加えて溶かし、ピクリン酸飽和エタノール溶液 10 mL を加え、水浴上で 5 分間加温した後、冷却する。生じた沈殿をろ取し、エタノールから再結晶し、105 °C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 148 ~ 153 °C (分解) である。

(2) 試料の水溶液 (1 : 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 261 ~ 265 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ピリジノールカルバメート ($C_{11}H_{15}N_3O_4$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、メタノール 60 mL を加え、よく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶

液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にピリジノールカルバメート標準品を 105 ℃ で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するピリジノールカルバメートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ピリジノールカルバメート (C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ピリジノールカルバメート標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \end{aligned}$$

内標準溶液 カフェインのメタノール溶液 (1 2500)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：263 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μm の液体クロマトマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：pH 7.2 のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (17:3)

流量：ピリジノールカルバメートの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ピリジノールカルバメートの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

ピロキシカムカプセル

Piroxicam Capsules

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するピロキシカム (C₁₅H₁₃N₃O₅S : 331.35) を含む。

製法 本品は「ピロキシカム」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を取り出し、必要があれば粉末とする。本品の表示量に従い「ピロキシカム」5 mg に対応する量を取り、メタノール 5 mL を加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離する。この上澄液に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) (1) の上澄液を試験管にとり、水浴上で乾固した後、水酸化ナトリウム 0.5 g を加え、加熱して融解する。冷後、塩酸 1 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変する。

(3) 本品の内容物を取り出し、必要があれば粉末とする。本品の表示量に従い「ピロキシカム」0.01 g に対応する量を取り、塩酸メタノール試液 100 mL を加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離する。この上澄液 5 mL に塩酸メタノール試液を加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 241 ~ 245 nm 及び 332 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、カプセルを切り開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り、よく混和し、必要があれば粉末とする。本品の表示量に従い、ピロキシカム (C₁₅H₁₃N₃O₅S) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、塩酸メタノール試液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、塩酸メタノール試液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 25 mL を正確に量り、塩酸メタノール試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にピロキシカム標準品を 105 ℃ で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、塩酸メタノール試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、塩酸メタノール試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 25 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のピロキシカムのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する。

ピロキシカム (C₁₅H₁₃N₃O₅S) の量 (mg)

$$= \text{ピロキシカム標準品の量 (mg)} \times \frac{H_T}{H_S} \times \frac{1}{5}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 ℃ 付近の一定温度

移動相：クエン酸 8.44 g を水 400 mL に溶かし、リン酸一水素ナトリウム 14.30 g を水 200 mL に溶かした液を加えて pH を 3.0 に調整し、水を加えて 1000 mL とする。この液 550 mL にメタノール 450 mL を加える。

流量：ピロキシカムの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 25 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピロキシカムのピークについて理論段数 N が 1500 段以上、シンメトリー係数が 2 以下のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、ピロキシカムのピーク高さの相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ピンドロール錠

Pindolol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するピンドロール (C₁₄H₂₀N₂O₂ : 248.32) を含む。

製法 本品はピンドロール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いピンドロール (日局) 5 mg に対応する量を取り、メタノール 25 mL を加えて 5 分間よく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 1 mL に塩酸 1 (4 ピリジル) ピリジニウムクロリド溶液 (1 1000) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えた後、塩酸 1 mL を加えるとき、液は青色 ~ 青紫色を呈し、次に

赤紫色に変わる。

(2) (1) で得た上澄液 1 mL を量り、メタノールを加えて 10 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 263 ~ 266 nm 及び 286 ~ 289 nm に吸収の極大を示し、276 ~ 279 nm に吸収の肩を示し、283 ~ 286 nm に吸収の極小を示す。

含量均一性試験 本品 1 錠をとり、酒石酸溶液 (1 : 100) 40 mL を加え 30 分間よく振り混ぜた後、1 mL 中にピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 約 16.7 μ g を含む液となるように酒石酸溶液 (1 : 100) を加えて正確に V mL とし、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にピンドロール標準品約 8.3 mg を精密に量り、酒石酸溶液 (1 : 100) に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、酒石酸溶液 (1 : 100) を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、含量均一性試験に適合する。ただし、1 個中の主薬含量が 1 mg 以下の製剤について適用する。

本品 1 錠中のピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ピンドロール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{500}$$

定量法 本品 20 錠をとり、内標準溶液 100 mL を正確に加え、1 時間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を得る。この液の一定量 V mL を正確に量り、1 mL 中にピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) 約 0.2 mg を含む液となるように内標準溶液を加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別にピンドロール標準品約 0.02 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液の 20 μ L につき、次の条件で、液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するピンドロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ピンドロール ($C_{14}H_{20}N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ピンドロール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{V}{V}$$

内標準溶液 クロラムフェニコール (日局) の薄めたメタノール (11 : 20) 溶液 (3 : 20000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：265 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μ m のオクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：メタノール/水/トリエチルアミン混液 (110 : 90 : 1)

流量：ピンドロールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液の 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ピンドロールの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ビンポセチン錠

Vinpocetine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するビンポセチン ($C_{22}H_{26}N_2O_2$: 350.45) を含む。

製法 本品は「ビンポセチン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ビンポセチン」0.02 g に対応する量を取り、クロロホルム 10 mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に窒素を送風しながら蒸発乾固し、残留物を 0.1 mol/L 塩酸試液 2 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「ビンポセチン」5 mg に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えて激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL をとり、メタノール 40 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 231 nm、272 ~ 276 nm 及び 312 ~ 316 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ビンポセチン ($C_{22}H_{26}N_2O_2$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、水 20 mL を加え、よく振り混ぜる。次に内標準溶液 10 mL を正確に加え、更にメタノール 70 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にビンポセチン標準品を 105 μ g で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水 20 mL 及びメタノール 70 mL を加えて溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するビンポセチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ビンポセチン ($C_{22}H_{26}N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ビンポセチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 安息香酸プロピルのメタノール溶液 (1 : 75)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 60 mL に酢酸アンモニウム溶液 (1 : 650) 40 mL を加える。

流量：ビンポセチンの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定：「ビンポセチン」及びアポピンカミン約 2 mg ずつを量り、メタノール 5 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、アポピンカミン、ビンポセチンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

フェンブフェン錠

Fenbufen Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するフェンブフェン ($C_{16}H_{14}O_3$; 254.28) を含む。

製 法 本品はフェンブフェン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いフェンブフェン(日局) 0.20 g に対応する量を取り、エタノール 60 mL を加えてよく振り混ぜ、エタノールを加えて 100 mL とした後、ろ過する。ろ液 5 mL にエタノールを加えて 100 mL とする。この液 5 mL にエタノールを加えて 100 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いフェンブフェン(日局) 0.10 g に対応する量を取り、アセトン 10 mL を加え、ガラス棒を用いて混和した後、石油エーテル 100 mL 中にろ過する。生じた沈殿をろ取り、石油エーテル 25 mL で洗った後、風乾する。得られた結晶及びフェンブフェン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとフェンブフェン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

定 量 法 本品のフェンブフェン ($C_{16}H_{14}O_3$) 約 2 g に対応する個数を取り、ジメチルホルムアミド/水混液 (9 : 1) を加え、20 分間激しく振り混ぜた後、ジメチルホルムアミド/水混液 (9 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。この液の一部をとり、遠心分離した後、上澄液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にフェンブフェン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、ジメチルホルムアミド/水混液 (9 : 1) 1 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて溶かし、正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、メタノールを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフェンブフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フェンブフェン ($C_{16}H_{14}O_3$) の量 (mg)

$$= \text{フェンブフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 100$$

内標準溶液 インドメタシン(日局)のメタノール溶液 (1250)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 285 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 25 °C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール/氷酢酸混液 (500 : 500 : 1)

流量: フェンブフェンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フェンブフェン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 7.3 以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

フマル酸クレマスチン錠

Clemastine Fumarate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するフマル酸クレマスチン ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$; 459.96) を含む。

製 法 本品はフマル酸クレマスチン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いフマル酸クレマスチン(日局) 1 mg に対応する量を取り、水 50 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離する。上澄液 5 mL に *p* ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 5 mL を加え、水浴上で 10 分間加温するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いフマル酸クレマスチン(日局) 4 mg に対応する量を取り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 20 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、毎分 3000 回転で 5 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にフマル酸クレマスチン標準品 0.020 g をメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 100 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/エタノール/強アンモニア水混液 (84 : 15 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液及び 10 g/dL 過酸化水素水を噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは黄赤色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、定量法の内標準溶液 10 mL を正確に加え、超音波を用いて粒子を小さく分散させる。次に毎分 4000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にフマル酸クレマスチン標準品約 0.013 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、定量法と同様の操作条件で試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクレマスチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、含量均一性試験に適合する。

フマル酸クレマスチン ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= \text{フマル酸クレマスチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{13.4}$$

定 量 法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フマル酸クレマスチン ($C_{21}H_{26}ClNO \cdot C_4H_4O_4$) 約 0.013 g に対応する量を精密に量り、内標準溶液 100 mL を正確に加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、毎分 4000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にフ

マル酸クレマスチン標準品約 0.013 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクレマスチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{フマル酸クレマスチン (C}_{21}\text{H}_{28}\text{ClNO} \cdot \text{C}_4\text{H}_4\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ = \text{フマル酸クレマスチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フタル酸ジシクロヘキシル 0.045 g をとり、メタノール/水混液 (1:1) に溶かし、1000 mL とする。
操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 13 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：メタノール/薄めた pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 (1:3) 混液 (17:3)

流量：クレマスチンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、クレマスチンの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

フマル酸ケトチフェンカプセル

Ketotifen Fumarate Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するフマル酸ケトチフェン (C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄ : 425.50) を含む。

製法 本品は「フマル酸ケトチフェン」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「フマル酸ケトチフェン」7 mg に対応する量を取り、水 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜ、ブロムフェノールブルー試液 1 mL を加えて振り混ぜ、更にクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は赤紫色を呈する。

含量均一性試験 本品 1 個の内容物を注意して取り出し、水/メタノール混液 (1:1) 20 mL を正確に加えて 15 分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品約 0.07 g を精密に量り、水/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 298 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フマル酸ケトチフェン (C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄) の量 (mg)

$$= \text{フマル酸ケトチフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{50}$$

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を注意して集め、質

量を精密に量り、注意して均一に混和する。フマル酸ケトチフェン (C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄) 1.4 mg に対応する量を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にフマル酸ケトチフェン標準品約 0.07 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 4 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するケトチフェンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フマル酸ケトチフェン (C₁₉H₁₉NOS · C₄H₄O₄) の量 (mg)

$$= \text{フマル酸ケトチフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{50}$$

内標準溶液 塩酸ノスカピン (日局) の 2 % 酒石酸溶液/メタノール混液 (1:1) 溶液 (7 : 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：298 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水/トリエチルアミン混液 (2750 : 2250 : 1)

流量：ケトチフェンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 4 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ケトチフェンの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

プラノプロフェンカプセル

Pranoprofen Capsules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するプラノプロフェン (C₁₅H₁₃NO₃ : 255.27) を含む。

製法 本品はプラノプロフェン (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を注意して取り出し、粉末とし、表示量に従いプラノプロフェン (日局) 3 mg に対応する量を取り、メタノール 5 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液を減圧で留去した後、残留物に塩化チオニル 2 滴を加え、水浴中で加熱して蒸発乾固し、残留物に塩酸ヒドロキシルアミンの飽和エタノール溶液 2 滴及び希水酸化カリウム・エタノール試液 2 滴を加え、水浴中で 3 分間加熱する。冷後、0.5 mol/L 塩酸試液を加えて酸性とし、塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 247 nm, 270 ~ 273 nm, 278 ~ 281 nm 及び 306 ~ 309 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の内容物を注意して取り出し、粉末とし、試料とする。試

料のプラノプロフェン 0.100 g に対応する量を量り、メタノール 5 mL を正確に加え振り混ぜた後、遠心分離し試料溶液とする。別に、プラノプロフェン標準品 0.100 g を正確に量り、メタノール 5 mL を正確に加え標準原液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 200 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。薄層クロマトグラフ用シリカゲル（蛍光剤入り）を用いて調製した薄層板に試料溶液及び標準溶液各 5 μ L ずつをスポットし、風乾する。次にアセトン/クロロホルム/メタノール/1% 酒石酸溶液混液（42:40:3:2）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長 254 nm）を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、認めないかあるいは認めても標準溶液から得たスポットより濃くない（0.5% 以下）。

溶出試験 本品は、溶出試験法により試験を行うとき、これに適合する。本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の試験液の第 1 液（以下第 1 液という）900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により（ただし、シンカーを用いる）毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 10 分後、溶出液 20 mL をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし試料溶液とする。別にプラノプロフェン標準品を、105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、第 1 液に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 307 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品の 10 分間の溶出率が 90% 以上のとき適合とする。

プラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= \text{プラノプロフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 1.2$$

$$1.2: \frac{\text{試料希釈率 (3600)} \times 100}{\text{標準品希釈率 (4000)} \times C}$$

C: 1 カプセル中のプラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) の表示量 (mg)

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、カプセルを開き、内容物を注意して取り出し、その質量を精密に量り粉末とし、試料とする。プラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、100 mL の分液漏斗に入れ、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 50 mL を正確に加えて溶かし、*n* ヘキサン 15 mL で 3 回洗浄する。水層 30 mL を量り、50 mL の遠心沈殿管に入れ、遠心分離する。この上澄液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にプラノプロフェン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液に溶かし正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 307 nm を λ_2 ,

波長 358.4 nm を λ_1 とするとき、 $\lambda_1 \sim \lambda_2$ 間の差吸光度 ΔA_T 及び ΔA_S を測定する。

プラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) の量 (mg)

$$= \text{プラノプロフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{\Delta A_T}{\Delta A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

プラノプロフェン錠

Pranoprofen Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107% に対応するプラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$: 255.27) を含む。

製法 本品はプラノプロフェン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 244 ~ 247 nm, 270 ~ 273 nm, 278 ~ 281 nm 及び 306 ~ 309 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 α メチル 5 オキシ 5 H [1]ベンゾピラノ [2,3 b]ピリジン 7 酢酸 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。表示量に従いプラノプロフェン約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を正確に加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液につき、メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法により試験を行う。波長 336 nm における吸光度 *A* を測定し、次の式によって計算するとき、表示されたプラノプロフェンに対して、 α メチル 5 オキシ 5 H [1]ベンゾピラノ [2,3 b]ピリジン 7 酢酸の量は 1% 以下である。

α メチル 5 オキシ 5 H [1]ベンゾピラノ [2,3 b]

$$\text{ピリジン 7 酢酸の量 (\%)} = \frac{M}{W \times C} \times \frac{A}{249} \times 50$$

W: 試料量 (g)

C: 錠剤 1 個中の表示含量 (mg)

M: 錠剤 1 個の平均質量 (mg)

崩壊試験 試験を行うとき、適当なコーティング剤で剤皮を施した錠剤の試験に適合する。ただし、試験時間は 20 分間とし、補助盤を用いない。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) 約 0.075 g に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて振り混ぜ、メタノール 60 mL を加えて 20 分間激しく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にプラノプロフェン標準品をデシケーター（減圧、酸化リン (V)）で 4 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びメタノールを加えて溶かし、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験

を行い、波長 307 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} 並びに 359 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} を測定する。

プラノプロフェン ($C_{15}H_{13}NO_3$) の量 (mg)

$$= \text{プラノプロフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_{T2} - A_{T1}}{A_{S2} - A_{S1}}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フルオロウラシルドライシロップ

Fluorouracil Dry Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するフルオロウラシル ($C_4H_3FN_2O_2$: 130.08) を含む。

製法 本品はフルオロウラシル (日局) をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従いフルオロウラシル (日局) 0.01 g に対応する量を取り、水 5 mL を加えて溶かし、臭素試液 0.2 mL を加えるとき、試液の色は消える。更に水酸化バリウム試液 2 mL を加えるとき、紫色の沈殿を生じる。

(2) 本品の表示量に従いフルオロウラシル (日局) 0.01 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、1000 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 264 ~ 267 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品の表示量に従いフルオロウラシル ($C_4H_3FN_2O_2$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別にフルオロウラシル標準品を 80 °C で 4 時間、減圧で乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加え、水を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するフルオロウラシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

フルオロウラシル ($C_4H_3FN_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{フルオロウラシル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 6 メチルウラシル溶液 (1 : 2000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：265 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール混液 (49 : 1)

流量：フルオロウラシルの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、フルオロウラシル、内標準物質の順に溶出

し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

フルフェナム酸アルミニウム錠

Aluminium Flufenamate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するフルフェナム酸アルミニウム ($C_{42}H_{27}AlF_9N_3O_6$: 867.65) を含む。

製法 本品は「フルフェナム酸アルミニウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「フルフェナム酸アルミニウム」0.1 g に対応する量を取り、無水エタノール 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液は黄褐色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 287 ~ 291 nm に吸収の極大を示す。

(3) 本品を粉末とし、表示量に従い「フルフェナム酸アルミニウム」0.5 g に対応する量を取り、エーテル 30 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を減圧で留去し、残留物を無水エタノール 3 mL に溶かした後、薄めた希硫酸 (1 : 25) 25 mL を加え、ガラス棒でよくかき混ぜながら水浴上で 1 時間加熱し、冷後、ろ過する。ろ液はアルミニウム塩の定性反応 (4) を呈する。

(4) 本品を粉末とし、表示量に従い「フルフェナム酸アルミニウム」0.01 g に対応する量を取り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液をろ過し、ろ液はフッ化物の定性反応 (1) を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フルフェナム酸アルミニウム ($C_{42}H_{27}AlF_9N_3O_6$) 約 0.125 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 60 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL をとり、毎分 3500 回転で 7 分間遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にフルフェナム酸アルミニウム標準品を五酸化リンを乾燥剤として 80 °C で 2 時間減圧 (0.67 kPa 以下、五酸化リン) 乾燥し、その約 0.0625 g を精密に量り、無水エタノールに溶かし、正確に 100 mL とし、この液 10 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とする。更にこの液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 290 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フルフェナム酸アルミニウム ($C_{42}H_{27}AlF_9N_3O_6$) の量 (mg)

$$= \text{フルフェナム酸アルミニウム標準品の量 (mg)}$$

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。

プロスシラリジン錠

Proscillaridin Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するプロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$: 530.65) を含む。

製法 本品は「プロスシラリジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品(必要ならば剤皮は除去する)を粉末とする。表示量に従い、「プロスシラリジン」1.8 mg に対応する量を取り、メタノール 5 mL を加え、水浴上で 2 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物に氷酢酸 0.5 mL を加え、更に無水酢酸/硫酸混液(50:1) 3 mL を加えるとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品(必要ならば剤皮は除去する)を粉末とする。表示量に従い、「プロスシラリジン」1.8 mg に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、水浴上で 2 分間加熱する。冷後、メタノールを加えて 50 mL とし、ろ過する。この液 20 mL をとり、水酸化カリウム溶液(13:40) 5 mL を加えた液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 351 ~ 355 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり(必要ならば剤皮を除去し)、

水 1 mL を加えて崩壊させ、内標準溶液 1 mL を正確に加え、更に 1 mL 中にプロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$) 約 35 μ g を含む液となるようにメタノールを加える。10 分間超音波抽出し、更に 5 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプロスシラリジン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とし、この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水 1 mL 及び内標準溶液 1 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロスシラリジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$) の量 (mg)

$$= \text{プロスシラリジン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{100}$$

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(3:10000)

操作条件

定量法の操作条件を準用する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$) 約 2.5 mg に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加えて潤し、5 分間超音波抽出した後、メタノール 20 mL 及び内標準溶液 2 mL を正確に加え、10 分間超音波抽出する。更に 10 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にプロスシラリジン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とし、この液 25 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水 10 mL 及び内標準溶液 2 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 15 μ L につき、次の条件で

液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロスシラリジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

プロスシラリジン ($C_{30}H_{42}O_8$) の量 (mg)

$$= \text{プロスシラリジン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{10}$$

内標準溶液 キサントンのメタノール溶液(3:2000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 299 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に約 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液(13:7)

流量: プロスシラリジンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロスシラリジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

フロセミド錠

Furosemide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$: 330.74) を含む。

製法 本品はフロセミド(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いフロセミド(日局) 0.2 g に対応する量を取り、アセトン 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 0.5 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色~赤紫色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 231 nm 及び 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。また、定量法で得たる液 5 mL を量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 330 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH 5.8 のリン酸塩緩衝液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL をとり、メンブランフィルター(孔径 0.8 μ m 以下)でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) 約 10 μ g を含む液となるように pH 5.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 105 $^{\circ}$ C で 4 時間乾燥し、その約 0.02 g

を精密に量り、メタノール 5 mL を加えて溶かした後、pH 5.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 5.8 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 276 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品の 60 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

フロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{V} \times \frac{1}{C} \times 45$$

W_s : フロセミド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) の表示量 (mg)

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) 約 0.04 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液約 70 mL を加えてよく振り混ぜた後、更に 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液約 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) の量 (mg)

$$= \text{フロセミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フロセミド注射液

Furosemide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$: 330.74) を含む。

製法 本品はフロセミド (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い、フロセミド (日局) 0.0025 g に対応する容量をとり、2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は、芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし、液は赤色 ~ 赤紫色を呈する。

(2) 本品の表示量に従い、フロセミド (日局) 0.02 g に対応する容量をとり、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL を量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし、試料溶液 (1) とする。更に、この液 10 mL

を量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 50 mL とし、試料溶液 (2) とする。試料溶液 (1) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 330 ~ 336 nm に吸収の極大を示す。また、試料溶液 (2) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 227 ~ 231 nm 及び 269 ~ 273 nm に吸収の極大を示す。

浸透圧比 0.9 ~ 1.1

pH 8.6 ~ 9.6

定量法 本品のフロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) 約 0.02 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフロセミド標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 271 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

フロセミド ($C_{12}H_{11}ClN_2O_5S$) の量 (mg)

$$= \text{フロセミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

プロブコール細粒

Probucol Fine Granules

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するプロブコール ($C_{31}H_{48}O_2S_2$: 516.84) を含む。

製法 本品は「プロブコール」をとり、散剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」0.1 g に対応する量をととり、硫酸 3 滴を加えるとき、直ちに濃黄色を呈し、その後、徐々に暗褐色に変化する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」0.05 g に対応する量をととり、メタノール 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL を量り、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品約 5 g をとり、粉末とする。プロブコール ($C_{31}H_{48}O_2S_2$) 約 0.25 g に対応する量を精密に量り、メタノール約 70 mL を加え、よく振り混ぜた後、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液の一部をとり、遠心分離した後、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にプロブコール標準品を減圧、80 °C で 1 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、更にメタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5

mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロブコール (C}_{31}\text{H}_{46}\text{O}_2\text{S}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{プロブコール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ビス(シス 3,3,5 トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1 250)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：242 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液(93:7)

流量：プロブコールの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験をするとき、内標準物質、プロブコールの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

プロブコール錠

Probuco Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するプロブコール(C₃₁H₄₆O₂S₂; 516.84)を含む。

製法 本品は「プロブコール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」0.1 g に対応する量を取り、硫酸 3 滴を加えるとき、直ちに濃黄色を呈し、その後、徐々に暗褐色に変化する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロブコール」0.05 g に対応する量を取り、メタノール 100 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 2 mL を量り、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 240 ~ 244 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プロブコール(C₃₁H₄₆O₂S₂)約 0.25 g に対応する量を精密に量り、メタノール約 70 mL を加え、よく振り混ぜた後、更にメタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液の一部をとり、遠心分離した後、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にプロブコール標準品を減圧、80 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、更にメタノールを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法によ

り試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロブコールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロブコール (C}_{31}\text{H}_{46}\text{O}_2\text{S}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{プロブコール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ビス(シス 3,3,5 トリメチルシクロヘキシル)のメタノール溶液(1 250)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：242 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル/水混液(93:7)

流量：プロブコールの保持時間が約 13 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験をするとき、内標準物質、プロブコールの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

フロプロピオンカプセル

Flopropione Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するフロプロピオン(C₉H₁₀O₄; 182.17)を含む。

製法 本品はフロプロピオン(日局)をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を粉末とし、表示量に従いフロプロピオン(日局)0.06 g に対応する量を取り、水 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸第二鉄試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の内容物を粉末とし、表示量に従いフロプロピオン(日局)0.09 g に対応する量を取り、無水エタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液 5 mL をとり、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 288 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を完全にとり出し、その質量を精密に量り、粉末とする。フロプロピオン(C₉H₁₀O₄)約 0.08 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 80 mL を加えてよく振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフロプロピオン標準品(別途フロプロピオン(日局)と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.08 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、

標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 286 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{フロプロピオン (C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{脱水物に換算したフロプロピオン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

フロプロピオン錠

Flopropione Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するフロプロピオン (C₉H₁₀O₄: 182.17) を含む。

製法 本品はフロプロピオン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いフロプロピオン (日局) 0.06 g に対応する量を取り、水 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL に硝酸第二鉄試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いフロプロピオン (日局) 0.09 g に対応する量を取り、無水エタノール 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、無水エタノールを加えて 50 mL とする。この液 5 mL をとり、無水エタノールを加えて 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 288 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。フロプロピオン (C₉H₁₀O₄) 約 0.08 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 80 mL を加えてよく振り混ぜた後、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にフロプロピオン標準品 (別途フロプロピオン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.08 g を精密に量り、無水エタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 286 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{フロプロピオン (C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{脱水物に換算したフロプロピオン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

プロペリシアジアジン錠

Properycazine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する

プロペリシアジアジン (C₂₁H₂₃N₃O₅: 365.49) を含む。

製法 本品は「プロペリシアジアジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プロペリシアジアジン」0.2 g に対応する量を取り、エーテル 25 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で濃縮する。濃縮した液を室温に放置した後、析出した結晶をろ取する。この結晶 1 mg を 0.1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし、以下「プロペリシアジアジン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) の結晶 1 mg をメタノール 10 mL に溶かし、以下「プロペリシアジアジン」の確認試験 (3) を準用する。

(3) (1) の結晶及びプロペリシアジアジン標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン, 60 °C) で 2 時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルとプロペリシアジアジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めのう乳鉢を用いて粉末とする。プロペリシアジアジン (C₂₁H₂₃N₃O₅) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、メタノール 25 mL を正確に加え、15 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、水 10 mL 及びクロロホルム 20 mL を正確に加えて 15 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、クロロホルム層を試料溶液とする。別にプロペリシアジアジン標準品をデシケーター (減圧, 五酸化リン, 60 °C) で 2 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とし、この液 4 mL を正確に量り、以下、試料溶液と同様に操作して、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に共栓遠心沈殿管に量り、塩化パラジウム試液* 20 mL を正確に加え、5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの水層につき、塩化パラジウム試液* を対照とし波長 495 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

プロペリシアジアジン (C₂₁H₂₃N₃O₅) の量 (mg)

$$= \text{プロペリシアジアジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

ベタメタゾン錠

Betamethasone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するベタメタゾン (C₂₂H₂₉FO₅: 392.46) を含む。

製法 本品はベタメタゾン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いベタメタゾン (日局) 約 0.03 g に対応する量を取り、水 80 mL を加え、5 分間振り混ぜた後、酢酸エチル 100 mL ずつで 2 回抽出する。全酢酸エチル抽出液を合わせ、水 50 mL で洗う。酢酸エチ

ル抽出液に無水硫酸ナトリウム 10 g を加え、よくかき混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発し、残留物 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、直ちにフェーリング試液 1 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生ずる。(2)(1)で得た残留物及びベタメタゾン標準品 0.01 g ずつをとり、それぞれをクロロホルム/メタノール混液(9:1) 5 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/エーテル/メタノール/水混液(385:75:40:6)を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)約 1 mg に対応する量を精密に量り、水 5 mL を加え、振り混ぜながら、水浴上で加温する。冷後、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。始めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品をデシケータ(減圧、五酸化リン)で 4 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、無水エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水 5 mL を加え、無水エタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水 1 mL に、無水エタノールを加えて正確に 20 mL とした液を対照液とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_{T1} 及び A_{S1} 、並びに 330 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{S2} を測定する。

ベタメタゾン($C_{22}H_{29}FO_5$)の量(mg)

$$= \text{ベタメタゾン標準品の量(mg)} \times \frac{A_{T1} - A_{T2}}{A_{S1} - A_{S2}} \times \frac{1}{10}$$

貯法 容器 密閉容器。

マレイン酸シネバジド錠

Cinepazide Maleate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するマレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$; 533.57)を含む。

製法 本品は「マレイン酸シネバジド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「マレイン酸シネバジド」0.2 g に対応する量をとり、水 5 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液にライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈澱を生じる。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出開始 60 分後、溶出液 20 mL をとり、メンブランフィルター(孔径 0.8 μ m 以下)でろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にマレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$)約 20 μ g 含む液となるように水を加えて正確に V mL とし、試料溶液

とする。別にマレイン酸シネバジド標準品をデシケータ(減圧、五酸化リン、80 $^{\circ}$ C)で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 250 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 305 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のとき適合とする。

マレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$)
の表示量に対する溶出率(%)

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

W_S : マレイン酸シネバジド標準品の量(mg)

C : 1 錠中のマレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$)
の表示量(mg)

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。マレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$)約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.05 mol/L 塩酸試液 130 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 200 mL とする。この液 1 mL を量り、0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし、ろ過してろ液を試料溶液とする。別にマレイン酸シネバジド標準品をデシケータ(減圧、五酸化リン、80 $^{\circ}$ C)で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.05 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。この液 1 mL を量り、0.05 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するシネバジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

マレイン酸シネバジド($C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot C_4H_4O_4$)の量(mg)

$$= \text{マレイン酸シネバジド標準品の量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 安息香酸ナトリウム(日局)溶液(1 100)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 220 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: pH 2.4 のリン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液(5:1)

流量: シネバジドの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、シネバジド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

マレイン酸トリメブチン錠

Trimebutine Maleate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するマレイン酸トリメブチン ($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$; 503.54) を含む。

製法 本品は「マレイン酸トリメブチン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「マレイン酸トリメブチン」0.1 g に対応する量を取り、0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL を加え、水浴上で加温した後、15 分間振り混ぜ、冷後、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 1 mL に 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 266 ~ 270 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 定量法のろ液を試料溶液とする。別にマレイン酸トリメブチン標準品 0.10 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液 60 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリル 35 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のトリメブチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のトリメブチンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μ L から得たトリメブチンのピーク高さが 3 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：マレイン酸のピークの後からトリメブチンの保持時間の約 2 倍の範囲

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。マレイン酸トリメブチン ($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸試液 60 mL を加え、水浴上で 5 分間加温した後、15 分間振り混ぜ、冷後、アセトニトリル 35 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、アセトニトリル 5 mL 及び水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。別にマレイン酸トリメブチン標準品を 105 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸試液 60 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、アセトニトリル 35 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、アセトニトリル 5 mL 及び水を加えて 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するトリメブチンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

マレイン酸トリメブチン ($C_{22}H_{29}NO_5 \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

$$= \text{マレイン酸トリメブチン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 塩酸イミプラミンの水溶液 (19 20000)
操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：薄めた過塩素酸 (17 20000) に酢酸アンモニウム溶液 (1 1000) を加えて pH を 3.0 に調整した液 650 mL に 1 ペンタンスルホン酸ナトリウム 1 g を加えて溶かし、孔径 0.4 μ m のメンブランフィルターを用いてろ過する。ろ液 650 mL にアセトニトリル 350 mL を加える。

流量：トリメブチンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、トリメブチン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

マレイン酸レボメプロマジン錠

Levomopromazine Maleate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するマレイン酸レボメプロマジン ($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$; 444.54) を含む。

製法 本品はマレイン酸レボメプロマジン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いマレイン酸レボメプロマジン (日局) 0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 150 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱する。冷後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物をメタノールから再結晶し、少量のメタノールで洗い、105 $^{\circ}$ C で 1 時間乾燥する。この結晶 5 mg を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は赤紫色を呈し、徐々に濃赤紫色となる。

(2) (1) の結晶の残りに水 2.5 mL、水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びエーテル 20 mL を加え、激しく振り混ぜた後、静置する。エーテル層は水 5 mL ずつで 2 回洗い、無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて脱水した後、ろ過し、ろ液に空気を送りながら約 35 $^{\circ}$ C の水浴中でエーテルを蒸発し、残留物を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 124 ~ 128 $^{\circ}$ C である。

(3) (2) の水層に希硫酸 2 mL を加え、エーテル 25 mL ずつで 4 回抽出する。全エーテル抽出液を合わせ、無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えて脱水した後、ろ過し、ろ液に空気を送りながら約 35 $^{\circ}$ C の水浴中でエーテルを蒸発し、残留物を 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥するとき、その融点は 128 ~ 136 $^{\circ}$ C である。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めらう製乳鉢を用いて粉末とする。マレイン酸レボメプロマジン

ン ($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$) 約 0.035 g に対応する量を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、ジメチルホルムアミド 30 mL を正確に加え、15 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にマレイン酸レボメプロマジン標準品をデシケーター（減圧、シリカゲル）で 4 時間乾燥し、その約 0.11 g を精密に量り、ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に共栓遠心沈殿管に量り、pH 9.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL 及びシクロヘキサン 25 mL を正確に加え、5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。シクロヘキサン層 10 mL を正確に共栓遠心沈殿管に量り、塩化パラジウム試液* 25 mL を正確に加えた後、イソブタノール 0.1 mL を加え、密栓して 5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの水層につき、塩化パラジウム試液* を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 510 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

マレイン酸レボメプロマジン ($C_{19}H_{24}N_2OS \cdot C_4H_4O_4$) の量 (mg)

= マレイン酸レボメプロマジン標準品の量 (mg)

$$\times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{3}{10}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

メキタジン錠

Mequitazine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するメキタジン ($C_{20}H_{22}N_2S$; 322.47) を含む。

製 法 本品はメキタジン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメキタジン (日局) 0.01 g に対応する量を取り、メタノール 20 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。そのろ液を蒸発乾固する。その残留物に硫酸 5 mL を加えるとき、液は赤色を呈し、放置するとき徐々に濃赤色を呈する。

(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を粉末とし、表示量に従いメキタジン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、30 分かき混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメキタジン標準品 0.01 g にメタノール 2 mL を加えて溶かし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/ジエチルアミン混液 (7:2:2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定 量 法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本

品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メキタジン ($C_{20}H_{22}N_2S$) 約 4.4 mg に対応する量を精密に量り、メタノール/水混液 (4:3) 70 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をガラス繊維ろ紙でろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメキタジン標準品をデシケーター (減圧、五酸化リン, 60 °C) で 3 時間乾燥し、その約 0.044 g を精密に量り、メタノールを加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 254 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メキタジン ($C_{20}H_{22}N_2S$) の量 (mg)

$$= \text{メキタジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

メコバラミン注射液

Mecobalamin Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメコバラミン ($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$; 1344.38) を含む。

製 法 本品はメコバラミン (日局) をとり、注射剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従いメコバラミン (日局) 1 mg に対応する容量をとり、pH 2.0 の塩酸・塩化カリウム緩衝液 20 mL を加えた溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 262 ~ 266 nm, 276 ~ 280 nm, 285 ~ 289 nm, 303 ~ 307 nm, 372 ~ 379 nm 及び 460 ~ 464 nm に吸収の極大を示す。

(2) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品の表示量に従いメコバラミン (日局) 1 mg に対応する容量をとり、pH 7.0 のリン酸塩緩衝液を 20 mL を加えた溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 265 ~ 269 nm, 279 ~ 283 nm, 315 ~ 319 nm, 340 ~ 344 nm, 373 ~ 377 nm 及び 520 ~ 524 nm に吸収の極大を示す。

定 量 法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のメコバラミン ($C_{63}H_{91}CoN_{13}O_{14}P$) 約 1.5 mg に対応する容量を正確に量り、水 3 mL 及びメタノールを加えて正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて、試料溶液とする。別にメコバラミン標準品 (別途メコバラミン (日局) と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.05 g を精密に量り、水を加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 6 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて、標準溶

液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメコバラミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メコバラミン (C}_{63}\text{H}_{91}\text{CoN}_{13}\text{O}_{14}\text{P}) の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算したメコバラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{3}{100} \end{aligned}$$

内標準溶液 リボフラビン標準品 5 mg にメタノール 25 mL 及び水 25 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に pH 3.0 の酒石酸・リン酸一水素ナトリウム緩衝液を加えて 50 mL とする。

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：264 nm）
 カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：40 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：pH 3.0 の酒石酸・リン酸一水素ナトリウム緩衝液/メタノール混液（63：37）
 流量：メコバラミンの保持時間が約 8 分になるように調整する。
 カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、メコバラミンの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

貯 法

保存条件 遮光して保存する。
 容 器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

注射用メシル酸ガベキサート

Gabexate Mesilate for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するメシル酸ガベキサート (C₁₆H₂₃N₃O₄ · CH₄O₃S : 417.48) を含む。

製 法 本品はメシル酸ガベキサート（日局）をとり、注射剤の製法により製する。

性 状 本品は白色の塊又は粉末である。

確認試験 本品の水溶液（1 100000）につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 233 ~ 237 nm に吸収の極大を示す。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

定 量 法 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。メシル酸ガベキサート (C₁₆H₂₃N₃O₄ · CH₄O₃S) 約 0.05 g に対応する量を精密に量る。別にメシル酸ガベキサート標準品をデシケーター（減圧、シリカゲル）で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、それぞれを希エタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準

物質のピーク面積に対するガベキサートのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{メシル酸ガベキサート (C}_{16}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_4 \cdot \text{CH}_4\text{O}_3\text{S}) の量 (mg)} \\ & = \text{メシル酸ガベキサート標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの希エタノール溶液（1 5000）

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：245 nm）
 カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
 カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度
 移動相：メタノール/ラウリル硫酸ナトリウム溶液（1 1000）/1 ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液（1 200）/氷酢酸混液（540：200：20：1）
 流量：ガベキサートの保持時間が約 13 分になるように調整する。
 カラムの選定：標準溶液 3 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ガベキサートの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯 法

保存条件 遮光して保存する。
 容 器 密封容器。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン錠

Dihydroergotamine Mesilate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメシル酸ジヒドロエルゴタミン (C₃₃H₃₇N₃O₅ · CH₄O₃S : 679.78) を含む。

製 法 本品はメシル酸ジヒドロエルゴタミン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

- （1）本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸ジヒドロエルゴタミン（日局）1 mg に対応する量を取り、酒石酸溶液（1 100）5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に *p*-ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。
- （2）本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸ジヒドロエルゴタミン（日局）1 mg に対応する量を取り、メタノール 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 279 ~ 283 nm 及び 290 ~ 292 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本操作は遮光して行う。本品 1 錠をとり、酒石酸溶液（1 100）/エタノール混液（2：1）25 mL を正確に加え、崩壊するまで超音波処理し、次いで 30 分間激しく振り混ぜた後、毎分 3500 回転で 15 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品約 0.016 g を精密に量り、酒石酸溶液（1 100）/エタノール混液（2：1）に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 50 mL を正確に量り、酒石酸溶液（1 100）/エタノール混液（2：1）を加えて正確に 100 mL とし、

標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 245 nm と 310 nm とで引いた基線からの、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、含量均一性試験法に適合する。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン ($C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$) の量 (mg)

$$= \text{メシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times 0.0625$$

定量法 本操作は遮光して行う。本品 25 錠をとり、内標準溶液 100 mL を正確に加え、崩壊するまで超音波処理し、次いで 30 分間激しくかき混ぜた後、この液 50 mL を毎分 3500 回転で、15 分間遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品 (別途、100 °C で 6 時間減圧で乾燥減量を測定しておく) 約 0.025 g を精密に量り、内標準溶液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液の 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメシル酸ジヒドロエルゴタミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メシル酸ジヒドロエルゴタミン ($C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)

の量 (mg)

$$= \text{乾燥物に換算したメシル酸ジヒドロエルゴタミン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 インドール約 0.05 g を酒石酸溶液 (100) / エタノール混液 (2 : 1) に溶かし、1000 mL とする。
操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：280 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/トリエチルアミン混液 (650 : 350 : 6)

流量：メシル酸ジヒドロエルゴタミンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液の 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メシル酸ジヒドロエルゴタミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、削皮を施したものは気密容器。

メシル酸ジメトチアジン錠

Dimetotiazine Mesilate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するメシル酸ジメトチアジン ($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$: 487.66) を含む。

製法 本品は「メシル酸ジメトチアジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「メシル酸ジメトチアジン」20 mg に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL に加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固し、残留物を硫酸 5 mL に溶かすとき、液は淡赤色を呈する。この液を加熱するとき、だいたい褐色を経て濃褐色となる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「メシル酸ジメトチアジン」0.1 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL 及びエーテル 50 mL を加えて振り混ぜ、以下「メシル酸ジメトチアジン」の確認試験 (5) を準用する。

(3) 本操作は光を避けて行う。本品を粉末とし、表示量に従い、「メシル酸ジメトチアジン」約 20 mg に対応する量を取り、クロロホルム 40 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、試料溶液とする。別にメシル酸ジメトチアジン標準品約 20 mg をクロロホルム 40 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン/強アンモニア水混液 (90 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。次に噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、だいたい黄色を呈し、それらの R 値は等しい。

定量法 本操作は直射日光を避けて行う。本品のメシル酸ジメトチアジン ($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$) 約 0.13 g に対応する個数を取り、ガラス製乳鉢に入れ、荒く砕いた後、クロロホルム約 1 mL を加えてすりつぶし、クロロホルム 20 mL を加えて 200 mL のメスフラスコに洗い込み、更にクロロホルム 20 mL ずつで 3 回洗い込み、20 分間激しく振り混ぜ、更にクロロホルムを加えて正確に 200 mL とし、遠心分離する。上澄液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にメシル酸ジメトチアジン標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 265 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メシル酸ジメトチアジン ($C_{19}H_{25}N_3O_2S_2 \cdot CH_4O_3S$) の量 (mg)

$$= \text{メシル酸ジメトチアジン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、削皮を施したものは気密容器。

メシル酸プリジノール錠

Pridinol Mesilate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する

メシル酸ブリジノール ($C_{20}H_{25}NO \cdot CH_4O_3S$: 391.52) を含む。

製法 本品は「メシル酸ブリジノール」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「メシル酸ブリジノール」0.04 g に対応する量を取り、pH 4.0 リン酸一水素ナトリウム・クエン酸緩衝液 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、次の試験を行う。

(1) ろ液 10 mL にライネツケ塩試液 2 mL を加えるとき、淡紅色の沈殿を生じる。

(2) ろ液 10 mL に水酸化ナトリウム試液 2 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じる。これにエーテル 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、上層のエーテル層をとり、水 10 mL で洗い、無水硫酸ナトリウム 0.5 g を加えてかるく振り混ぜた後、ろ過する。エーテル液を水浴上で蒸発乾固し、残留物に硫酸 1 mL を加えて溶かすとき、液はだいたい赤色を呈し、更に水 10 mL を加えるとき、脱色する。

定量法 本品のメシル酸ブリジノール ($C_{20}H_{25}NO \cdot CH_4O_3S$) 約 0.04 g に対応する量を正確に量り、薄めたリン酸 (1 1000) 50 mL を加え、超音波洗浄器で完全に崩壊させた後、30 分間振り混ぜる。この液に内標準溶液 10 mL を正確に加え、更にメタノールを加え 100 mL とし、この一部をメンブランフィルター (孔径 0.45 μm) でろ過し、試料溶液とする。別にメシル酸ブリジノール標準品を 105 $^{\circ}\text{C}$ で 3 時間乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、メタノール/薄めたリン酸 (1 1000) 混液 (1:1) を加えて溶かし、50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 3 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメシル酸ブリジノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メシル酸ブリジノール ($C_{20}H_{25}NO \cdot CH_4O_3S$) の量 (mg)

$$= \text{メシル酸ブリジノール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (13 5000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 55 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相: 0.005 mol/L 1 オクタンスルホン酸ナトリウムを含むメタノール/薄めたリン酸 (1 1000) 混液 (3:2)。

流量: メシル酸ブリジノールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 3 μL につき、上記の条件で操作するとき、メシル酸ブリジノール、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

メシル酸プロモクリプチン錠

Bromocriptine Mesilate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメシル酸プロモクリプチン ($C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4SO_3$: 750.70) を含む。

製法 本品はメシル酸プロモクリプチン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸プロモクリプチン (日局) 6 mg に対応する量を取り、メタノール 3 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL に *p* ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化第二鉄試液 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は紫青色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸プロモクリプチン (日局) 0.023 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、20 分間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にメシル酸プロモクリプチン標準品 0.023 g をとり、メタノール 10 mL に溶かし標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロルメタン/ジオキサン/エタノール/強アンモニア水混液 (1800:150:50:1) を展開溶媒として、約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドラージェンドルフ試液を均等に噴霧し、更に過酸化水素水試液を均等に噴霧した後、薄層板をガラス板で覆い観察するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 1 個をとり、酒石酸溶液 (1 500)/メタノール混液 (1:1) 15 mL を加えて、30 分間振り混ぜた後、酒石酸溶液 (1 500)/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 25 mL とする。この液をろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、酒石酸溶液 (1 500)/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 50 mL とし試料溶液とする。別にメシル酸プロモクリプチン標準品 (別途、減圧, 0.67 kPa, 80 $^{\circ}\text{C}$ で 5 時間乾燥し、その減量を測定しておく) 約 0.023 g を精密に量り、酒石酸溶液 (1 500)/メタノール混液 (1:1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、酒石酸溶液 (1 500)/メタノール混液 (1:1) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 306 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メシル酸プロモクリプチン ($C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4SO_3$)

の量 (mg)

= 乾燥物に換算したメシル酸プロモクリプチン標準品

$$\text{の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{8}$$

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メシル酸プロモクリプチン ($C_{32}H_{40}BrN_5O_5 \cdot CH_4SO_3$) 約 0.023 g に対応する量を精密に量り、pH 2.0 のクエン酸・

塩酸緩衝液/メタノール混液(1:1) 30 mL を加えて、20 分間振り混ぜた後、ガラスろ過器(G 4)に入れ、よくかき混ぜながらろ過する。更に、pH 2.0 のクエン酸・塩酸緩衝液/メタノール混液(1:1) 10 mL を加え、よくかき混ぜながらろ過する。全ろ液を合わせ、pH 2.0 のクエン酸・塩酸緩衝液/メタノール混液(1:1)を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメシル酸プロモクリプチン標準品(別途、減圧、0.67 kPa、80 °C で 5 時間乾燥し、その減量を測定しておく)約 0.023 g を精密に量り、pH 2.0 のクエン酸・塩酸緩衝液/メタノール混液(1:1)を加えて溶かし、正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、プロモクリプチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

メシル酸プロモクリプチン ($C_{32}H_{40}BrN_5O_3 \cdot CH_3SO_3$)
の量 (mg)
= 乾燥物に換算したメシル酸プロモクリプチン標準品

$$\text{の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：300 nm)
カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。
カラム温度：25 °C 付近の一定温度
移動相：アセトニトリル/炭酸アンモニウム溶液(1000)混液(13:7)
流量：プロモクリプチンの保持時間が約 4 分になるように調整する。
カラムの選定：メシル酸プロモクリプチン(日局)0.023 g を 1 プロモナフタレンのメタノール溶液(10000)に溶かし 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、プロモクリプチン、1 プロモナフタレンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。
試験の再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、プロモクリプチンのピーク面積の相対標準偏差は、1.5 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。
容器 気密容器。ただし剤皮を施したものは気密容器。

メシル酸ベタヒスチン錠

Betahistine Mesilate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するメシル酸ベタヒスチン ($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_3O_3S$: 328.41) を含む。
製法 本品はメシル酸ベタヒスチン(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸ベタヒスチン(日局)0.06 g に対応する量を取り、水 20 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液に水酸化ナトリウム試液 15 mL 及びクロロホルム 20 mL を加えて、振り混ぜた後、ク

ロロホルム層をとり、加温しながらクロロホルムを減圧で除去する。残留物に水 1 mL、アセトアルデヒド 3 滴及びニトロプルシドナトリウム試液 3 滴を加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いメシル酸ベタヒスチン(日局)0.02 g に対応する量を取り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 259 ~ 263 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メシル酸ベタヒスチン ($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_3O_3S$) 約 0.02 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、15 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメシル酸ベタヒスチン標準品を、70 °C で 24 時間減圧(五酸化リン)乾燥し、その約 0.02 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 261 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メシル酸ベタヒスチン ($C_8H_{12}N_2 \cdot 2CH_3O_3S$) の量 (mg)

$$= \text{メシル酸ベタヒスチン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

メダゼパム錠

Medazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するメダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$: 270.76) を含む。

製法 本品はメダゼパム(日局)をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメダゼパム(日局)0.01 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物にクエン酸・酢酸試液 3 mL を加えて溶かすとき、液は濃だいたい色を呈し、更に水浴中で 3 分間加熱するとき、暗赤色に変わる。

(2) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 252 ~ 254 nm 及び 452 ~ 455 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、めこの製法錠を用いて粉末とする。メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 200 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし試料溶液とする。別にメダゼパム標準品を 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約

0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 253 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メダゼパム ($C_{16}H_{15}ClN_2$) の量 (mg)

$$= \text{メダゼパム標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。ただし、剤皮を施したものは気密容器。

メチクラン錠

Meticrane Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するメチクラン ($C_{10}H_{13}NO_2S_2$; 275.34) を含む。

製法 本品はメチクラン (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従いメチクラン (日局) 0.1 g に対応する量を取り、アセトン 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物をつぼに入れ、炭酸ナトリウム 0.5 g を加えてよく混和し、注意して融解するとき、発生するガスは水で潤した赤色リトマス試験紙を青変する。更に 10 分間強熱し、冷後、残留物を砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液に強過酸化水素水 2 滴、薄めた塩酸 (1 : 5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

定量法 本品のメチクラン ($C_{10}H_{13}NO_2S_2$) 約 3 g に対応する量を精密に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、ジメチルホルムアミド 50 mL を加え、30 分間振り混ぜて完全に崩壊させた後、ジメチルホルムアミドを加えて 100 mL とする。この液の一部を遠心分離した後、上澄液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にメチクラン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ジメチルホルムアミドを加えて溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメチクランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メチクラン ($C_{10}H_{13}NO_2S_2$) の量 (mg)

$$= \text{メチクラン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 20$$

内標準溶液 無水カフェインのジメチルホルムアミド溶液 (1 : 250)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管

に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：45 °C 付近の一定温度

移動相：水/アセトニトリル混液 (9 : 1)

流量：メチクランの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、メチクランの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

メトクロプラミド錠

Metoclopramide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$; 299.80) を含む。

製法 本品はメトクロプラミド (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメトクロプラミド (日局) 0.05 g に対応する量を取り、0.5 mol/L 塩酸試液 15 mL を加えて、70 °C の水浴中でしばしば振り混ぜながら 15 分間加温する。冷後、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離し、上澄液 5 mL にメトクロプラミド錠用 4 ジメチルアミノベンズアルデヒド試液 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

(2) 定量法で得た試料溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液を対照として、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 271 ~ 275 nm 及び 307 ~ 311 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品のメトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$) 約 0.0768 g に対応する錠をとり、0.1 mol/L 塩酸試液 300 mL を加えて 1 時間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、毎分 3000 回転で 10 分間遠心分離する。上澄液 4 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメトクロプラミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて溶かし、正確に 500 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液を対照として、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 308 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2$) の量 (mg)

$$= \text{メトクロプラミド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯法 容器 気密容器。

メトクロプラミドシロップ

Metoclopramide Syrup

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$; 390.73) を含む。

製法 本品は「塩酸メトクロプラミド」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「塩酸メトクロプラミド」2 mg に対応する容量をとり、ドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、赤だいたい色の沈殿を生じる。

定量法 本品の表示量に従い塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 約 5 mg に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 30 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にメトクロプラミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 30 mL を正確に加えた後、水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトクロプラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2 HCl \cdot H_2O$)
の量 (mg)
= メトクロプラミド標準品の量 (mg)

$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.05 \times 1.3033$

1.3033 : メトクロプラミドを塩酸メトクロプラミドに換算する係数

内標準溶液 ナフチルメチルエーテルのメタノール溶液 (1 2500)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 280 nm)

カラム : 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 °C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 0.79 g を水 550 mL 及びアセトニトリル 450 mL に溶かし、氷酢酸 0.3 mL を加える。

流量 : メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

メトクロプラミド注射液

Metoclopramide Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2 HCl \cdot H_2O : 390.73$) を含む。

製法 本品は「塩酸メトクロプラミド」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色 ~ わずかに黄色を帯びた澄明の液である。

浸透圧比 : 0.7 ~ 1.1

確認試験 本品の表示量に従い「塩酸メトクロプラミド」0.025 g に対応する容量をとり、4 ジメチルアミノベンズア

ルデヒド試液 1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

pH 2.5 ~ 4.5

定量法 本品の表示量に従い塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$) 約 0.025 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にメトクロプラミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 5 mL 及び水を加えて溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 20 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するメトクロプラミドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

塩酸メトクロプラミド ($C_{14}H_{22}ClN_3O_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$)
の量 (mg)

= メトクロプラミド標準品の量 (mg)

$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.2 \times 1.3033$

1.3033 : メトクロプラミドを塩酸メトクロプラミドに換算する係数

内標準溶液 ナフチルメチルエーテルのメタノール溶液 (3 1000)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 280 nm)

カラム : 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 25 °C 付近の一定温度

移動相 : ラウリル硫酸ナトリウム 0.79 g を水 550 mL 及びアセトニトリル 450 mL に溶かし、氷酢酸 0.3 mL を加える。

流量 : メトクロプラミドの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メトクロプラミド、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

メトロニダゾール錠

Metronidazole Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するメトロニダゾール ($C_6H_9N_3O_3 : 171.15$) を含む。

製法 本品はメトロニダゾール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いメトロニダゾール (日局) 0.01 g に対応する量を取り、水 1 mL、亜鉛 0.5 g 及び塩酸 0.5 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いメトロニダゾール (日局) 0.25 g に対応する量を取り、0.5 mol/L 硫酸試液 4 mL を加えて振り混ぜ、ガラスろ過器を用いてろ過する。ろ

液にピクリン酸試液 10 mL を加えて 8 ℃ 以下に放置する。析出した結晶をろ取りし、少量の水で洗い、105 ℃ で 1 時間乾燥するとき、その融点は 148 ~ 152 ℃ である。

(3) 定量法で得た試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 275 ~ 279 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。メトロニダゾール ($C_6H_9N_3O_3$) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 80 mL を加え、時々振り混ぜながら 30 分間放置する。更に 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、激しく振り混ぜた後、この液の一部をとり、遠心分離する。上澄液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にメトロニダゾール標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、0.1 mol/L 塩酸試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 277 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

メトロニダゾール ($C_6H_9N_3O_3$) の量 (mg)

$$= \text{メトロニダゾール標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 2$$

貯法 容器 気密容器。ただし、剤皮を施していないものは遮光した気密容器。

ユビデカレノンカプセル

Ubidecarenone Capsules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$; 863.34) を含む。

製法 本品はユビデカレノン (日局) をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の内容物を粉末とし、表示量に従いユビデカレノン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、エーテル 1 mL 及び無水エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL に水素化ホウ素ナトリウム 0.05 g 及び水 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液の黄色は消える。

(2) (1) の上澄液 2 mL に無水エタノール 3 mL を加えた後、マロン酸ジメチル 2 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を 1 滴ずつ振り混ぜながら加えるとき、液は青色を呈する。

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて速やかに行う。本品 20 個以上をとり、内容物を完全にとりだし、その質量を精密に量り、粉末とする。ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させる。室温に冷却した後、遠心分離

する。この上澄液を試料溶液とする。別にユビデカレノン標準品約 0.05 g を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて溶かす。室温に冷却した後、この液 4 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) の量 (mg)

$$= \text{ユビデカレノン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5}$$

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 275 nm)

カラム: 内径約 5 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 35 ℃ 付近の一定温度

移動相: メタノール/無水エタノール混液 (13 : 7)

流量: ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: ユビデカレノン (日局) 及びユビキノン 9 0.01 g ずつを無水エタノール 20 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ユビキノン 9, ユビデカレノンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

試験の再現性: 標準溶液につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ユビデカレノン顆粒

Ubidecarenone Granules

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$; 863.34) を含む。

製法 本品はユビデカレノン (日局) をとり、顆粒剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いユビデカレノン (日局) 0.05 g に対応する量を取り、エーテル 1 mL 及び無水エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL に水素化ホウ素ナトリウム 0.05 g 及び水 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液の黄色は消える。

(2) (1) の上澄液 2 mL に無水エタノール 3 mL を加えた後、マロン酸ジメチル 2 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を 1 滴ずつ振り混ぜながら加えるとき、液は青色を呈する。

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて速やかに行う。本品 10 g 以上をとり、粉末とする。ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させる。室温に冷却した後、遠心

分離する。この上澄液を試料溶液とする。別にユビデカレノン標準品約 0.05 g を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて溶かす。室温に冷却した後、この液 4 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) の量 (mg)

$$= \text{ユビデカレノン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/無水エタノール混液（13：7）

流量：ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：ユビデカレノン（日局）及びユビキノン 9.001 g ずつを無水エタノール 20 mL に溶かす。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、ユビキノン 9、ユビデカレノンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ユビデカレノン錠

Ubidecarenone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$: 863.34) を含む。

製法 本品はユビデカレノン（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いユビデカレノン（日局）0.05 g に対応する量を取り、エーテル 1 mL 及び無水エタノール 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 5 mL に水素化ホウ素ナトリウム 0.05 g 及び水 0.5 mL を加えて振り混ぜるとき、液の黄色は消える。

(2) (1) の上澄液 2 mL に無水エタノール 3 mL を加えた後、マロン酸ジメチル 2 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 : 5) 1 mL を 1 滴ずつ振り混ぜながら加えるとき、液は青色を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させる。室温に冷却した後、遠心分離する。この上澄液を試料溶液と

する。別にユビデカレノン標準品約 0.05 g を精密に量り、無水エタノール 20 mL を正確に加え、50 ℃ で 10 分間超音波を用いて溶かす。室温に冷却した後、この液 4 mL を正確に量り、無水エタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のユビデカレノンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ユビデカレノン ($C_{59}H_{90}O_4$) の量 (mg)

$$= \text{ユビデカレノン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：275 nm）

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：35 ℃ 付近の一定温度

移動相：メタノール/無水エタノール混液（13：7）

流量：ユビデカレノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：ユビデカレノン（日局）及びユビキノン 9.001 g ずつを無水エタノール 20 mL に溶かす。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、ユビキノン 9、ユビデカレノンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ユビデカレノンのピーク面積の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ヨウ化オキサピウム錠

Oxapium Iodide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するヨウ化オキサピウム ($C_{22}H_{34}INO_2$: 471.42) を含む。

製法 本品はヨウ化オキサピウム（日局）をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いヨウ化オキサピウム（日局）0.1 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 5 mL をとり、塩酸試液 10 mL を加え、冷却器を付け、水浴上で 1 時間加熱し、冷後、この液 1 mL をとり、2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従いヨウ化オキサピウム（日局）0.1 g に対応する量を取り、メタノール 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 5 mL をとり、希硝酸 2 mL 及び硝酸銀試液 2 mL を加えるとき、帯緑黄色の沈殿を生じる。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ヨウ化オキサピウム ($C_{22}H_{34}INO_2$) 0.05 g に対応

する量を精密に量り、水 40 mL を加え、15 分間超音波を用いて粒子を小さく分散させる。次にアセトニトリル 40 mL を加え、更に内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 100 mL とする。この液を 30 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にヨウ化オキサピウム標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に水/アセトニトリル混液 (1:1) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するオキサピウムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ヨウ化オキサピウム ($C_{22}H_{34}INO_2$) の量 (mg)

$$= \text{ヨウ化オキサピウム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 ベンゾフェノンの水/アセトニトリル混液 (1:1) 溶液 (3 100000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：氷酢酸 57 mL 及びトリエチルアミン 139 mL をとり、水を加えて 1000 mL とする。この液 50 mL に、アセトニトリル 500 mL 及び希酢酸 10 mL を加え、更に水 440 mL を加えて混和する。

流量：オキサピウムの保持時間が約 4 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、オキサピウム、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

硫酸サルブタモール錠

Salbutamol Sulfate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する硫酸サルブタモール [($C_{13}H_{21}NO_3$) $_2$ · H $_2$ SO $_4$: 576.70] を含む。

製法 本品は硫酸サルブタモール (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い硫酸サルブタモール (日局) 0.01 g に対応する量を取り、ホウ酸ナトリウム溶液 (1 50) 50 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL に 4 アミノアンチピリン溶液 (3 100) 1 mL、フェリシアン化カリウム試液 2 mL 及びクロロホルム 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層は赤色 ~ だいたい色を呈する。

(2) 定量法で得たるろ液 25 mL をとり、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 274 ~

278 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。硫酸サルブタモール [($C_{13}H_{21}NO_3$) $_2$ · H $_2$ SO $_4$] 約 0.0144 g に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液約 70 mL を加えて 20 分間振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 30 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にサルブタモール標準品約 0.06 g を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液 10 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、サルブタモールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

硫酸サルブタモール [($C_{13}H_{21}NO_3$) $_2$ · H $_2$ SO $_4$] の量 (mg)

$$= \text{サルブタモール標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S} \times 1.205 \times \frac{1}{5}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：276 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 20 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シアノアルキル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/酢酸アンモニウム溶液 (1 250)/イソプロパノール混液 (13:6:1) に氷酢酸を加えて pH 4.5 に調整する。

流量：サルブタモールの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定：標準原液 20 mL を量り、*p* クロロフェノール溶液 (3 1250) 3 mL を加えて 0.1 mol/L 塩酸試液で 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、サルブタモール、*p* クロロフェノールの順に溶出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、サルブタモールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

硫酸サルブタモールシロップ

Salbutamol Sulfate Syrup

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する硫酸サルブタモール [($C_{13}H_{21}NO_3$) $_2$ · H $_2$ SO $_4$: 576.70] を含む。

製法 本品は硫酸サルブタモール (日局) をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験

(1) (2) で得た試料溶液 0.5 mL をとり、メタノールを減圧留去し、残留物にホウ酸ナトリウム溶液 (1 50) を加えて溶かし、25 mL とする。この液に 4 アミノアンチピリン溶液 (3 100) 1 mL、フェリシアン化カリウム試液

2 mL 及びクロロホルム 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、放置するとき、クロロホルム層はだいたい色～赤色を呈する。(2)(i)クロマトグラフ柱 スルホプロピル基修飾型架橋デキストラン 4 g をとり、2 mol/L 塩化アンモニウム溶液 30 mL を加え、かき混ぜ、室温に一夜放置し、膨潤させる。これを下部に少量のガラス繊維を入れた内径約 15 mm、長さ約 30 cm のクロマトグラフ管に気泡が生じないように注意して充てんする。これに 2 mol/L 塩化アンモニウム溶液を流し、更に、水 150 mL 以上を流し、流出液に硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで洗う。

(ii) 操作法 本品の表示量に従い硫酸サルブタモール(日局)7.2 mg に対応する容量をとり、別に調製したスルホプロピル基修飾型架橋デキストランカラムに静かに加え、液の上面がカラムのイオン交換体上約 3 mm のところまで流下した後、水 150 mL を流し、流出液は捨てる。次に 1 mol/L アンモニア水を流し、流出液 60 mL を褐色のナス型フラスコにとり、30 ℃ 以下の水浴中で減圧留去する。残留物にメタノール 1 mL を加えて溶かし、試料溶液とする。別にサルブタモール標準品 6 mg をメタノール 1 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 2 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にメチルイソブチルケトン/イソプロパノール/酢酸エチル/水/強アンモニア水混液(50:45:35:18:3)を展開溶媒として約 17 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 3 メチル 2 ベンゾチアゾリノンヒドラゾン塩酸塩試液を均等に噴霧し、約 10 分間風乾した後、ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、赤褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

pH 3.0 ~ 4.0

定量法 本品の硫酸サルブタモール [(C₁₃H₂₁NO₃)₂ · H₂SO₄] 約 4.8 mg に対応する容量をとり、その質量を精密に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にサルブタモール標準品約 0.08 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のサルブタモールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{硫酸サルブタモール [(C}_{13}\text{H}_{21}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4] \text{の量 (mg)} \\ & = \text{サルブタモール標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1.205 \times \frac{1}{20} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：276 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 10 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 ℃ 付近の一定温度

移動相：0.2 mol/L 酢酸アンモニウム溶液/アセトニトリ

ル混液(20:1)に氷酢酸を加えて pH 6.0 に調整する。流量：サルブタモールの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：硫酸サルブタモール(日局)及びサッカリンナトリウム 0.02 g ずつをとり、移動相に溶かし、100 mL とする。この液 2 mL をとり、移動相を加えて 50 mL とする。この液 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、サッカリン、サルブタモールの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

試験の再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、サルブタモールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム注射液

Hydrocortisone Sodium Phosphate Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するヒドロコルチゾン (C₂₁H₃₀O₅: 362.46) を含む。

製法 本品はリン酸ヒドロコルチゾンナトリウム(日局)をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の液である。

確認試験 本品の表示量に従いヒドロコルチゾン(日局)0.05 g に対応する容量をとり、水を加えて 500 mL とする。この液 10 mL にジクロルメタン 25 mL を加えて振り混ぜて水層を洗う。更にこの操作を 1 回繰り返す。次に、水層 5 mL を共栓試験管にとり、アルカリ性リン酸加水分解酵素試液 3 mL 及びジクロルメタン 25 mL を加え、時々穏やかに振り混ぜながら 2 時間放置する。このジクロルメタン層を脱脂綿を用いてろ過し、ろ液 15 mL を水浴上で空気を送りながら蒸発乾固し、残留物をクロロホルム/メタノール混液(9:1)1 mL に溶かし、試料溶液とする。別にヒドロコルチゾン標準品 3 mg をクロロホルム/メタノール混液(9:1)10 mL に溶かし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール混液(17:3)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

pH 7.5 ~ 8.5

定量法 本品のヒドロコルチゾン (C₂₁H₃₀O₅) 約 0.10 g に対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にリン酸ヒドロコルチゾンナトリウム標準品(別途リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム(日局)と同様の方法で乾燥減量を測定しておく)約 0.027 g を精密に量り、移動相 50 mL に溶かし、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。試

料溶液及び標準溶液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリン酸ヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ヒドロコルチゾン ($C_{21}H_{30}O_5$) の量 (mg)
= 乾燥物に換算したリン酸ヒドロコルチゾン

$$\text{ナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2.5 \times 0.7451$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液 (1 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 7 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (1 : 1)

流量：リン酸ヒドロコルチゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リン酸ヒドロコルチゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

リン酸ピリドキサル錠

Pyridoxal Phosphate Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応する

リン酸ピリドキサル ($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$: 265.16) を含む。

製法 本品は「リン酸ピリドキサル」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「リン酸ピリドキサル」0.01 g に対応する量を取り、水 20 mL を加え、振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液 1 mL に塩化第二鉄試液 1 滴を加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(2) (1) の上澄液 1 mL に pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 386 ~ 390 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 10 個をとり、pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液 150 mL 及びアセトニトリル 45 mL を加え、更に内標準溶液をリン酸ピリドキサル 0.1 g に対して 2 mL となる量を正確に加え、振り混ぜて崩壊させた後、遠心分離する。上澄液適当量を取り、1 mL 中にリン酸ピリドキサル約 0.15 mg を含む液となるように pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液を加え、試料溶液とする。別にリン酸ピリドキサル標準品を五酸化リンを乾燥剤として 60 $^{\circ}$ C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液 50 mL に溶かし、内標準溶液 2 mL を正確に加え、pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とする。この液 3 mL を量り、pH 6.8

の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するリン酸ピリドキサールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

リン酸ピリドキサル ($C_8H_{10}NO_6P \cdot H_2O$) の量 (mg)
= リン酸ピリドキサル標準品の量 (mg)

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{\text{本品の表示量 (mg)}}{10}$$

内標準溶液 ニコチン酸アミドの pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (3 100)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 6.8 の 0.08 mol/L リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (99 : 1)

流量：リン酸ピリドキサールの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、リン酸ピリドキサル、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

レシナミン錠

Rescinamine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するレシナミン ($C_{35}H_{42}N_2O_9$: 634.72) を含む。

製法 本品は「レシナミン」をとり、錠剤の製法で製する。

確認試験

(1) 定量法の項で得た試料溶液 3 mL につき、溶媒を減圧留去した後、エタノール/クロロホルム混液 (100 : 1) 2 ~ 4 滴を加えて溶かし、氷酢酸 2 mL を加えて振り混ぜた後、パニリンの塩酸溶液 (1 50) 4 mL を加え加温するとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 定量法の項で得られた試液 6 mL をとり、溶媒を減圧留去した後、エタノール/クロロホルム混液 (100 : 1) を加えて溶かし、10 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 300 ~ 304 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個をとり (必要ならば剤皮を注意して除き)、水 1 mL を加えて崩壊させ、クロロホルム/メタノール混液 (3 : 2) 15 mL を加えて強く振り混ぜ、クロロホルム/メタノール混液 (3 : 2) を加えて正確に 20 mL とする。この液を No.5 のろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にレシナミン標準品を 60 $^{\circ}$ C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、水 5 mL を加えた後、クロロホルム/メタノール混液 (3 : 2) を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水 2.25 mL を加えた後、クロロホルム/メタノール混液 (3 : 2) を加えて正確に 50 mL とし、

標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、350 nm 及び 330 nm における差吸光度 ΔA_T 及び ΔA_S を測定する。

レシナミン ($C_{35}H_{42}N_2O_9$) の量 (mg)

$$= \text{レシナミン標準品の量 (mg)} \times \frac{1}{50} \times \frac{\Delta A_T}{\Delta A_S}$$

定量法 本品 20 個以上をとり (必要ならば剤皮を注意して除き)、その質量を精密に量り、粉末とする。レシナミン ($C_{35}H_{42}N_2O_9$) 約 2.5 mg に対応する量を精密に量り、クロロホルム/メタノール混液 (3:2) 70 mL を加え、強く振り混ぜた後、クロロホルム/メタノール混液 (3:2) を加えて正確に 100 mL とする。この液を No.5 のろ紙を用いてろ過し、初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にレシナミン標準品を 60 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、クロロホルム/メタノール混液 (3:2) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (3:2) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、350 nm 及び 330 nm における差吸光度 ΔA_T 及び ΔA_S を測定する。

レシナミン ($C_{35}H_{42}N_2O_9$) の量 (mg)

$$= \text{レシナミン標準品の量 (mg)} \times \frac{\Delta A_T}{\Delta A_S} \times \frac{1}{10}$$

貯法 容器 密閉容器。

ロラゼパム錠

Lorazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するロラゼパム ($C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$: 321.16) を含む。

製法 本品はロラゼパム (日局) をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従いロラゼパム (日局) 0.01 g に対応する量を取り、エタノール 40 mL を加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液 10 mL をとり、水浴上で蒸発乾固する。残留物に希塩酸 4 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(2) (1) で得た上澄液 15 mL をとり、エタノールを加えて正確に 30 mL とした後、ろ過する。初めのろ液 10 mL を捨て、次のろ液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 314 ~ 320 nm に吸収の極大を示す。また、このろ液 2 mL をとり、エタノールを加えて正確に 50 mL とした液について同様に測定するとき、波長 227 ~ 231 nm に吸収の極大を示す。

含量均一性試験 本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり、表示量に対し、0.125 mg/mL となるよう内標準溶液を正確に加え、密栓して 5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を必要ならばろ過し、試料溶液とする。以下、定量法を準用して液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液から得られたロラゼパム及び内標準物質のピーク面積を自動積分法により測定し、内標準物質のピーク面積に対するロラ

ゼパムのピーク面積の比を求める。ただし、内標準溶液は、*p* オキシ安息香酸 *n* アミルの水/エタノール混液 (1:1) 溶液 (3 10000) とする。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ロラゼパム ($C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、共栓遠心沈殿管に入れ、エタノール 30 mL を加えて、5 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を 100 mL のメスフラスコに入れる。残留物は更にエタノール 25 mL を加えて、同様の操作を 2 回繰り返し、得られた上澄液を最初の上澄液に合わせる。この液に内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、エタノールを加えて正確に 100 mL とし、必要ならばろ過し、試料溶液とする。別にロラゼパム標準品を 105 °C で 3 時間、減圧乾燥した後、その約 0.020 g を精密に量り、エタノールに溶かして正確に 20 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、エタノールを加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するロラゼパムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ロラゼパム ($C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$) の量 (mg)

$$= \text{ロラゼパム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{2}$$

内標準溶液 *p* オキシ安息香酸 *n* アミルのエタノール溶液 (3 10000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に約 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 30 °C 付近の一定温度

移動相: メタノール/酢酸アンモニウム溶液 (11 10000) 混液 (13:7)

流量: ロラゼパムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき上記の条件で操作するとき、ロラゼパム、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。