

第一部一般試験法の部 70. 標準品, 試薬・試液, 容量分析用標準液, 標準液, 色の比較液, 波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条 (1) 標準品の項中「ジギタリス」を削る。

第一部一般試験法の部 70. 標準品, 試薬・試液, 容量分析用標準液, 標準液, 色の比較液, 波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条 (1) 標準品の項に次のように加える。

70. 標準品, 試薬・試液, 容量分析用標準液, 標準液, 色の比較液, 波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器

(1) 標準品

アジスロマイシン, エトポシド, コハク酸メチルプレドニゾロン, シスプラチン, チアマラル, トラネキサム酸, トリクロルメチアジド, ニルバジピン, フロセミド

第一部一般試験法の部 70. 標準品, 試薬・試液, 容量分析用標準液, 標準液, 色の比較液, 波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条 (2) 試薬・試液の項シクロヘキシルアミン, 薄層クロマトグラフ用の目, ジシクロヘキシルウレア, 薄層クロマトグラフ用の目, 薄層クロマトグラフ用シクロヘキシルアミンの目及び薄層クロマトグラフ用シクロヘキシルウレアの目を削り, 塩酸ピペリジンの目, [6]-ギンゲロール, 薄層クロマトグラフ用の目, クルクマ紙の目, 水酸化カルシウム, pH 測定用の目, チオグリコール酸培地 I, 無菌試験用の目, チオグリコール酸培地 II, 無菌試験用の目, L-チロジンの目, 1-デカンスルホン酸ナトリウムの目, ブドウ糖・ペプトン培地, 無菌試験用の目, 無菌試験用チオグリコール酸培地 I の目, 無菌試験用チオグリコール酸培地 II の目及び無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地の目を次のように改める。

70. 標準品, 試薬・試液, 容量分析用標準液, 標準液, 色の比較液, 波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器

(2) 試薬・試液

塩酸ピペリジン $C_5H_{11}N \cdot HCl$ 白色の結晶性の粉末で, 水又はメタノールに溶ける。本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

融点 247 ~ 252°C

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かし, 薄めた硝酸 (1 → 3) 5 mL を加えた後, 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 12.16 mg $C_5H_{11}N \cdot HCl$

[6]-ギンゲロール, 薄層クロマトグラフ用 $C_{17}H_{26}O_2$ 黄白色 ~ 黄色の液体又は固体である。メタノール, エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり, メタノール 2 mL を正確に加えて溶かした液 10 μ L につき, 「ショウキョウ」の確認試験を準用し, 試験を行うとき, R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

クルクマ紙 *Curcuma longa* Linné の乾燥した根茎の粉末 20 g を冷水 100 mL ずつで 4 回浸出し, 毎回静置して上澄液を傾斜して除く。残留物を 100°C を超えない温度で乾燥する。これにエタノール (95) 100 mL を加えて数日間浸出した後, ろ過する。このエタノール (95) 浸出液にろ紙を浸し, 清浄な空气中で自然に乾燥させて製する。

鋭敏度 塩酸 1 mL 及び水 4 mL の混液にホウ酸 1 mg を溶かす。この液に長さ約 1.5 cm の本品を浸し, 1 分後取り出し, 風乾するとき, その黄色は褐色に変わり, これをアンモニア試液で潤すとき, 緑黒色に変わる。

水酸化カルシウム, pH 測定用 水酸化カルシウムを pH 測定用に調製したもの。

チオグリコール酸培地 I, 無菌試験用 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

チオグリコール酸培地 II, 無菌試験用 変法チオグリコール酸培地 を見よ。

L-チロジン $C_9H_{11}NO_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で, におい及び味はない。ギ酸に溶けやすく, 水に極めて溶けにくく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。希塩酸又は希硝酸に溶ける。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -10.5 ~ -12.5° (乾燥後, 2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

乾燥減量 0.30 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品を乾燥し, その約 0.3 g を精密に量り, ギ酸 6 mL に溶かし, 酢酸 (100) 50 mL を加え, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 18.12 mg $C_9H_{11}NO_2$

1-デカンスルホン酸ナトリウム $C_{10}H_{21}NaO_4S$ 白色の粉末である。

溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である。

乾燥減量 3.0 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

含量 98.0 % 以上。定量法 本品約 0.45 g を精密に量り, 水 50 mL に溶かした液をクロマトグラフ柱 (0.3 ~ 1.0 mm のカラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 (H 型) 約 20 mL を内径約 1.2 cm, 高さ約 25 cm のクロマトグラフ管に注入して製したもの) に入れ, 1 分間約 4 mL の速度で流す。次にクロマトグラフ柱を水 150 mL を用いて 1 分間約 4 mL の速度で洗う。洗液は先の流出液に合わせ, 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い, 補正する。

0.1mol/L水酸化ナトリウム液1mL = 24.43mg $C_{10}H_{21}NaO_3S$

ブドウ糖・ペプトン培地、無菌試験用 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

無菌試験用チオグリコール酸培地I 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

無菌試験用チオグリコール酸培地II 変法チオグリコール酸培地 を見よ。

無菌試験用ブドウ糖・ペプトン培地 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

第一部一般試験法の部 70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条(2) 試薬・試液の項に次のように加える。

70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器

(2) 試薬・試液

アコニチン、純度試験用 $C_{34}H_{47}NO_{11}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約 185℃(分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} 、1718 cm^{-1} 、1278 cm^{-1} 、1111 cm^{-1} 、1097 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (230 nm) : 211 ~ 243 (5 mg, エタノール(99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター(減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン(V), 40℃)で12時間以上乾燥したものの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のアコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン (9:1)

流量：アコニチンの保持時間が約 26 分になるように調整する。

面積測定範囲：アコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たアコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒバコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒバコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター(減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン(V), 40℃)で12時間以上乾燥したもの。

4-アミノメチル安息香酸 $C_8H_9NO_2$ 白色の粉末である。

純度試験 本品 10 mg を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL につき、「トラネキサム酸」の純度試験(5)の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液の 4-アミノメチル安息香酸以外のピークの各々の面積は標準溶液の 4-アミノメチル安息香酸のピーク面積より大きくない。

アンミニトリクロロ白金酸アンモニウム、液体クロマトグラフ用 $Cl_3H_2N_2Pt$ シスプラチン 20 g に 6 mol/L 塩酸試液 600 mL を加え、還流冷却器をつけ、加熱還流で 4 ~ 6 時間かき混ぜながら加熱する。冷後、溶媒を留去し、だいたい色の残留物を室温で減圧乾燥する。このだいたい色の残留物にメタノール 300 mL を加え、約 50℃ に加温し、不溶性の黄色の残留物をろ過して除き、ろ液を得る。黄色の残留物をメタノール 10 mL で洗い、ろ液と洗液を合わせ、約 50℃ に加温し、酢酸エチル 100 mL をかき混ぜながらゆっくりと加える。この液を遮光し、室温まで冷却した後、約 -10℃ で 1 時間放置する。析出した結晶をろ過して除き、結晶をアセトン 100 mL で洗い、ろ液と洗液を合わせ、蒸発乾固し、だいたい色の結晶を得る。必要ならば、上記の精製の操作を繰り返し行い、不溶性の結晶を取り除く。だいたい色

の結晶にアセトン/メタノール混液 (5:1) 300 ~ 500 mL を加え、約 50°C で加熱してかき混ぜ、不溶性の結晶を熱ろ過して除く。この結晶をアセトン/メタノール混液 (5:1) で洗い、洗液を先のろ液に合わせる。この操作を何度か繰り返した後、溶媒を留去する。得られた結晶をアセトン 50 mL に分散懸濁させ、ろ過し、得られた結晶をアセトン 20 mL で洗い、室温で減圧乾燥する。本品は黄褐色の結晶性の粉末である。

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

類縁物質 シスプラチン 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品 10 mg をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にシスプラチン 10 mg をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 40 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のシスプラチンのピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない。

試験条件

「シスプラチン」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 40 μL につき、上記の条件で操作するとき、シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2500 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 40 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は 5.0 % 以下である。

イカリイン、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{33}\text{H}_{40}\text{O}_{15}$ 淡黄色の結晶で、メタノール又はエタノール (99.5) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約 234°C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき、「インヨウカク」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

L-イソロイシン $\text{C}_9\text{H}_{15}\text{NO}_2$ [医薬品各条]

ウシ由来活性化血液凝固 X 因子 ウシの血漿から得たたん白質で、プロトロンビンを特異的に限定分解してトロンビンを生成する作用を有する。トロンビン及びプラスミンを含まない。たん白質 1 mg 当たり 500 単位以上を含む。ただし、25°C で 1 分間に 1 μmol の *N*-ベンゾイル-L-イソロイシル-L-グルタミル(γ -OR)-グリシル-L-アルギニル-p-ニトロアニリドを加水分解する量を 1 単位とする。

液状チオグリコール酸培地 一般試験法の無菌試験法 液状チオグリコール酸培地 を見よ。

液体クロマトグラフ用アンミントリクロロ白金酸アンモニウム アンミントリクロロ白金酸アンモニウム、液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用フェニルシリル化シリカゲル フェニル

シリル化シリカゲル、液体クロマトグラフ用 を見よ。

液体クロマトグラフ用メタノール メタノール、液体クロマトグラフ用 を見よ。

エチルベンゼン C_8H_{10} 無色の液体で、アセトン又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

比重 d_4^{20} : 0.862 ~ 0.872

沸点 約 135°C

エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液, 0.04 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 14.890 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩化亜鉛試液, 0.04 mol/L 塩化亜鉛 5.452 g を水に溶かし、1000 mL とする。

塩酸チアラミド、定量用 「塩酸チアラミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸チアラミド ($\text{C}_{15}\text{H}_{21}\text{ClN}_3\text{O}_5\text{S} \cdot \text{HCl}$) 99.0 % 以上を含むもの。

塩酸フェニルピペラジン $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$ 白色の粉末である。融点 約 247°C (分解)。

塩酸ベニジピン $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$ [医薬品各条]

塩酸ベニジピン、定量用 $\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$ [医薬品各条、「塩酸ベニジピン」] ただし、乾燥したものを定量するとき、塩酸ベニジピン ($\text{C}_{28}\text{H}_{31}\text{N}_3\text{O}_6 \cdot \text{HCl}$) 99.5 % 以上を含むもの]

塩酸ベンゾイルメサコニン、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{31}\text{H}_{33}\text{NO}_{10} \cdot \text{HCl} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。水又はエタノール (99.5) にやや溶けやすい。融点：約 250°C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をとり、エタノール (99.5) 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μL を、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

オキシトシン $\text{C}_{43}\text{H}_{65}\text{N}_{12}\text{O}_{12}\text{S}_2$ [医薬品各条]

オストール、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_3$ 白色の結晶性の粉末で、においはない。メタノール又は酢酸エチルに溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。融点：83 ~ 84°C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 1 mL に溶かした液 10 μL につき、「ジャシヨウシ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、 R_f 値約 0.3 の主スポット以外のスポットを認めない。

過酸化水素・水酸化ナトリウム試液 水/過酸化水素 (30) 混液 (9:1) にプロモフェノールブルー試液 3 滴を加え、液の色が紫青色を呈するまで 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加える。用時製する。

カプリル酸 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_6\text{COOH}$ 無色澄明の油状液体で、わずかに不快なおいがある。エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

屈折率 n_D^{20} : 1.426 ~ 1.430

比重 d_4^{20} : 0.908 ~ 0.912

蒸留試験 238 ~ 242°C, 95 vol% 以上。

85 % グリセリン $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ [医薬品各条、「グリセリン」]

クロロゲン酸、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{O}_9 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ 白色の粉末で、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、

水にやや溶けにくい。融点：約 205 °C (分解)。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/水/ギ酸混液 (6:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

クロロブタノール $C_4H_9Cl_2O$ [医薬品各条, 第二部]

校正球, 粒子密度測定用 粒子密度測定用に製した、体積既知の装置校正用の球。なお、校正球の体積は小数第 3 位 (0.001 cm^3) まで、正確に求められている必要がある。

酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液, 0.05 mol/L, pH 4.6 酢酸ナトリウム三水和物 6.6 g を水 900 mL に溶かし、酢酸 3 mL を加えた後、水を加えて 1000 mL とする。

酢酸試液, 0.25 mol/L 酢酸 (100) 3 g に水を加えて 200 mL とする。

ジェサコニチン, 純度試験用 $C_{35}H_{59}NO_{12}$ 白色の粉末である。アセトニトリル, エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} , 1715 cm^{-1} , 1607 cm^{-1} , 1281 cm^{-1} , 1259 cm^{-1} , 1099 cm^{-1} 及び 772 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{258}^{1\%}$ (258 nm) : 270 ~ 291 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したものの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のジェサコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のジェサコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相: ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン (9:1)

流量: ジェサコニチンの保持時間が約 36 分になる

ように調整する。

面積測定範囲: ジェサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認: 標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μ L から得たジェサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μ L から得たジェサコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。
システムの性能: 純度試験用アコニチン, 純度試験用ヒバコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 5 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 1 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン, ヒバコニチン, アコニチン, ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ジェサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

シクロヘキシルアミン $C_6H_{11}NH_2$ 無色澄明の液体でアミンような特異なおいがある。水, *N,N*-ジメチルホルムアミド又はアセトンと混和する。

純度試験 類縁物質 本品を試料溶液とする。別に本品 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/メタノール/アンモニア水 (28)/シクロヘキサン混液 (6:2:1:1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

シクロヘキシルメタノール $C_7H_{14}O$ わずかに樟脳の匂いがある液で、エタノール (99.5) にやや溶けやすい。

屈折率 n_D^{20} : 約 1.464

沸点 約 185 °C

2,6-ジクロロフェノール $C_6H_3Cl_2O$ 白色~帯紫白色の結晶である。

融点 65 ~ 67 °C

1,2-ジクロロベンゼン $C_6H_4Cl_2$ 無色の液体である。

比重 d_4^{20} : 1.306

沸点 180 ~ 181 °C

ジゴキシン $C_{41}H_{66}O_{14}$ [医薬品各条]

ジシクロヘキシル $C_{12}H_{22}$

比重 d_4^{20} : 約 0.864

沸点 約 227 °C

融点 約 4 °C

ジシクロヘキシルウレア $C_8H_{16}NHCONHC_6H_{11}$ 白色の結晶性の粉末で、においはない。

純度試験 類縁物質 本品 50 mg をメタノールに溶かし、100 mL とする。この液 10 mL を量り、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 20 mL を量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて振り混ぜ、更に薄めた塩酸 (1 → 10) 5 mL を加えて振り混ぜ、試料溶液とする。この液 50 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、ジシクロヘキシルウレア以外のピークの合計量は 3.0 % 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「アセトヘキサミド」の純度試験 (5) (ii) の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジシクロヘキシルウレアの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は「アセトヘキサミド」の純度試験 (5) (ii) のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とした液 50 μ L から得たジシクロヘキシルウレアのピーク面積が、標準溶液のジシクロヘキシルウレアのピーク面積の 1.8 ~ 3.3 % であることを確認する。

シスプラチン $\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_2\text{Pt}$ (医薬品各条)

純度試験用アコニチン アコニチン、純度試験用 を見よ。

純度試験用ジェサコニチン ジェサコニチン、純度試験用 を見よ。

純度試験用ヒパコニチン ヒパコニチン、純度試験用 を見よ。

純度試験用ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液 ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液、純度試験用 を見よ。

純度試験用メサコニチン メサコニチン、純度試験用 を見よ。

[6]-ショール、薄層クロマトグラフ用 $\text{C}_{17}\text{H}_{34}\text{O}_2$ 、微黄色の油である。メタノール、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルと混和し、水にほとんど溶けない。

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液 10 μ L を薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用 4-ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧し、105 $^{\circ}\text{C}$ で 5 分間加熱した後、放冷するとき、 R_f 値約 0.5 の主スポット以外のスポットを認めない。

セラペブターゼ用トリクロロ酢酸試液 トリクロロ酢酸試液、セラペブターゼ用 を見よ。

ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 一般試験法の無菌試験法 ソイビーン・カゼイン・ダイジェスト培地 を見よ。

チオアセトアミド $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$ 白色の結晶性の粉末又は無色の結晶で、水及びエタノール (99.5) に溶けやすい。融点：112 ~ 115 $^{\circ}\text{C}$

チオアセトアミド試液 チオアセトアミド溶液 (1 → 25) 0.2 mL に水酸化ナトリウム試液 15 mL、水 5 mL 及び 85 %

グリセリン 20 mL の混液 1 mL を加え、水浴で 20 秒間加熱する。用時製する。

定量用塩酸チアラミド 塩酸チアラミド、定量用 を見よ。

定量用塩酸ベニジピン 塩酸ベニジピン、定量用 を見よ。

定量用フロプロピオン フロプロピオン、定量用 を見よ。

定量用メトクロプラミド メトクロプラミド、定量用 を見よ。

1-デカンスルホン酸ナトリウム試液、0.0375 mol/L 1-デカンスルホン酸ナトリウム 3.665 g を水 400 mL に溶かす。

トリクロロ酢酸試液、セラペブターゼ用 トリクロロ酢酸 1.80 g 及び無水酢酸ナトリウム 1.80 g に 6 mol/L 酢酸試液 5.5 mL 及び水を加えて溶かし、100 mL とする。

トリクロロフルオロメタン CCl_2F 無色の液体又は気体である。

比重 d_4^{25} : 1.494

沸点 23.7 $^{\circ}\text{C}$

1,3-ナフタレンジオール $\text{C}_{10}\text{H}_8\text{O}_2$ 赤褐色の結晶又は灰〜灰褐色の粉末である。水、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすい。融点：約 124 $^{\circ}\text{C}$

1,3-ナフタレンジオール試液 1,3-ナフタレンジオール 50 mg をエタノール (99.5) 25 mL に溶かし、リン酸 2.5 mL を加える。

二酢酸 N,N' -ジベンジルエチレンジアミン 白色〜わずかに微黄色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により吸収スペクトルを測定するとき、波数 1530 cm^{-1} 、1490 cm^{-1} 、1460 cm^{-1} 、1400 cm^{-1} 及び 1290 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

含量 99.0 % 以上。定量法 本品約 25 mg を精密に量り、メタノール 25 mL に溶かし、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 約 8 mg を精密に量り、メタノール 25 mL を加え、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とし、比較液とする。試料溶液及び比較液 20 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれのピーク面積を自動積分法により測定し、試料溶液のクロマトグラムについて、酢酸及びベースラインの変動に起因するピーク面積を補正し、面積百分率法により N,N' -ジベンジルエチレンジアミンの量を求める。

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：220 nm)

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

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/pH 3.5 の 0.25 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (11:7:2)

流量：*N,N'*-ジベンジルエチレンジアミンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

面積測定範囲：*N,N'*-ジベンジルエチレンジアミンの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：ベンジルペニシリンベンザチン約 85000 単位に対応する量を量り、メタノール 25 mL を加えて溶かした後、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、無水リン酸水素二ナトリウム 1.02 g 及びリン酸二水素カリウム 6.80 g を水に溶かして 1000 mL とした液 50 mL にメタノール 50 mL を加えた液を加えて正確に 20 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*N,N'*-ジベンジルエチレンジアミン、ベンジルペニシリンの順に溶出し、その分離度は 20 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、*N,N'*-ジベンジルエチレンジアミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

3-ニトロフェノール $C_6H_5NO_3$ 淡黄色の結晶性の粉末である。融点 96 ~ 99°C

薄層クロマトグラフ用イカリイン イカリイン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用塩酸ベンゾイルメサコニン 塩酸ベンゾイルメサコニン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用オストール オストール、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用クロロゲン酸 クロロゲン酸、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用[6]-ショーガオール [6]-ショーガオール、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

薄層クロマトグラフ用ロガニン ロガニン、薄層クロマトグラフ用 を見よ。

バソプレシン $C_{16}H_{18}N_5O_{12}S_2$ 白色の粉末である。

構成アミノ酸 「オキシトシン」の構成アミノ酸の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの構成するアミノ酸のグリシンに対するモル比を求めるとき、アスパラギン酸は 0.9 ~ 1.1、グルタミン酸は 0.9 ~ 1.1、プロリンは 0.9 ~ 1.1、チロジンは 0.8 ~ 1.1、フェニルアラニンは 0.9 ~ 1.1、アルギニンは 0.9 ~ 1.1 及びシスチンは 0.8 ~ 1.1 で、他のアミノ酸は、それぞれ 0.03 以下である。

4,4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン

$[(C_2H_5)_2NC_6H_4]_2CO$ 淡黄色の結晶である。

含量 98 % 以上。定量法 本品 0.25 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.22 mg $C_{21}H_{28}N_2O$

ヒト正常血漿乾燥粉末 健康なヒトから得た正常な血漿を凍結

乾燥したもの。

ヒト由来アンチトロンビンⅢ 健康なヒトの正常な血漿から得たセリンプロテアーゼ阻害因子で、トロンビン及び活性化血液凝固 X 因子の活性を阻害するたん白質である。たん白質 1 mg 当たり 300 単位以上を含む。ただし、ヘパリン存在下、25°C でトロンビン 1 単位を阻害する量を 1 単位とする。

N-(2-ヒドロキシエチル)イソニコチン酸アミド硝酸エステル $C_{14}H_{18}N_2O_4$ 白色の結晶性の粉末である。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行うとき、波数 3270 cm^{-1} 、1653 cm^{-1} 、1546 cm^{-1} 及び 1283 cm^{-1} 付近に吸収を認める。ヒバコニチン、純度試験用 $C_{10}H_{16}NO_{10}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。融点：約 175°C (分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3500 cm^{-1} 、1728 cm^{-1} 、1712 cm^{-1} 、1278 cm^{-1} 、1118 cm^{-1} 、1099 cm^{-1} 及び 714 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1cm}$ (230 nm) : 217 ~ 252 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下、酸化リン (V), 40°C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のヒバコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のヒバコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン (9:1)

流量：ヒバコニチンの保持時間が約 23 分になるように調整する。

面積測定範囲：ヒバコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この

液 10 μL から得たヒバコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たヒバコニチンのピーク面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒバコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒバコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ヒバコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40°C) で 12 時間以上乾燥したもの。

D-フェニルグリシン $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$ 白色の結晶又は結晶性の粉末で、水に溶けにくい。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

含量 98.5 % 以上。定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.12 mg $\text{C}_8\text{H}_9\text{NO}_2$

フェニルシリル化シリカゲル, 液体クロマトグラフ用 液体クロマトグラフ用に製造したもの。

ブシジエステルアルカロイド混合標準溶液, 純度試験用 本品はブシ用リン酸塩緩衝液/アセトニトリル混液 (1:1) 1000 mL 中ブシジエステルアルカロイドとして純度試験用アコニチン 10 mg, 純度試験用ジェサコニチン 10 mg, 純度試験用ヒバコニチン 30 mg 及び純度試験用メサコニチン 20 mg を含む。この液 20 μL につき、検出器の測定波長を 231 nm として、「ブシ」の純度試験の試験条件を準用し、試験を行うとき、アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め、各ピーク高さの比はほぼ 10:1:35:30 である。また、同様に検出器の測定波長を 254 nm として、試験を行うとき、アコニチン、ジェサコニチン、ヒバコニチン及びメサコニチンの各ピークを認め、各ピーク高さの比はほぼ 2:8:7:6 である。

ブシ用リン酸塩緩衝液 リン酸塩緩衝液, ブシ用 を見よ。

フロプロピオン [医薬品各条]

フロプロピオン, 定量用 [医薬品各条, 「フロプロピオン」ただし、定量するとき、換算した脱水物に対し、フロプロピオン ($\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_4$) 99.0 % 以上を含むもの]

N-ベンジル-L-イソロイシル-L-グルタミル(γ -OR)-グリシル-L-アルギニル-p-ニトロアニリド塩酸塩 R が H の成分と CH_3 の成分の等量混合物であり、白色の粉末で、水に溶けにくい。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (316 nm) : 166 ~ 184 (10 mg, 水, 300 mL)。

ベンズイン $\text{C}_8\text{H}_7\text{CH}(\text{OH})\text{COC}_2\text{H}_5$ 本品は白色~微黄色の結

晶又は粉末である。

融点 132 ~ 137°C

変法チオグリコール酸培地 一般試験法の無菌試験法 変法チオグリコール酸培地 を見よ。

ホウ酸塩・塩酸緩衝液, pH 9.0 ホウ酸ナトリウム 19.0 g を水 900 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を加えて pH を正確に 9.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。
無水リン酸二水素ナトリウム リン酸二水素ナトリウム, 無水を見よ。

メサコニチン, 純度試験用 $\text{C}_{33}\text{H}_{45}\text{NO}_{11}$ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。アセトニトリル又はエタノール (99.5) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にはほとんど溶けない。融点：約 190°C (分解)。

確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 3510 cm^{-1} , 1713 cm^{-1} , 1277 cm^{-1} , 1116 cm^{-1} , 1098 cm^{-1} 及び 717 cm^{-1} 付近に吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (230 nm) : 211 ~ 247 (5 mg, エタノール (99.5), 200 mL)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40°C) で 12 時間以上乾燥したもの。

純度試験 類縁物質

(1) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 2 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 20 μL ずつを、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。以下「ブシ」の確認試験を準用して試験を行うとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(2) 本品 5.0 mg をアセトニトリル 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、溶媒ピークの面積を除いた試料溶液のメサコニチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のメサコニチンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム及びカラム温度は「ブシ」の純度試験の試験条件を準用する。

移動相：ブシ用リン酸塩緩衝液/テトラヒドロフラン (9:1)

流量：メサコニチンの保持時間が約 19 分になるように調整する。

面積測定範囲：メサコニチンの保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 20 mL とする。この液 10 μL から得たメサコニチンのピーク面積が標準溶液 10 μL から得たメサコニチンのピーク

面積の 3.5 ~ 6.5 % になることを確認する。

システムの性能：純度試験用アコニチン、純度試験用ヒパコニチン及び純度試験用メサコニチンをそれぞれ 1 mg 並びに純度試験用ジェサコニチン 8 mg をアセトニトリル 200 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、メサコニチン、ヒパコニチン、アコニチン、ジェサコニチンの順に溶出し、それぞれの分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、メサコニチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.5 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (5 mg, 電量滴定法)。ただし、デシケーター (減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 40 °C) で 12 時間以上乾燥したもの。

メタノール、液体クロマトグラフ用 CH₃OH 無色澄明の液で、水と混和する。

純度試験 紫外吸収物質 本品につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 210 nm, 220 nm, 230 nm, 240 nm 及び 254 nm における吸光度はそれぞれ 0.70, 0.30, 0.15, 0.07 及び 0.02 以下である。

メトクロプラミド、定量用「メトクロプラミド」。ただし、乾燥したものを定量するとき、メトクロプラミド

(C₁₇H₂₂ClN₂O₂) 99.0 % 以上を含むもの。

粒子密度測定用校正球 校正球、粒子密度測定用 を見よ。

リン酸塩緩衝液, 0.05 mol/L, pH 3.5 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液 1000 mL に、薄めたリン酸(49 → 10000)を加えて pH を 3.5 に調整する。

リン酸塩緩衝液, ブシ用 リン酸水素二ナトリウム十二水和物 19.3 g を水 3660 mL に溶かし、リン酸 12.7 g を加える。リン酸二水素ナトリウム、無水 NaH₂PO₄、白色の粉末又は結晶性の粉末で、水に溶けやすく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい、吸湿性がある。

本品の水溶液は、酸性である。

ロガニン、薄層クロマトグラフ用 C₁₇H₂₃O₁₀ 白色の結晶又は結晶性の粉末である。水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくい。融点：221 ~ 227 °C

純度試験 類縁物質 本品 1.0 mg をメタノール 2 mL に溶かした液 10 μ L につき、「サンシュユ」の確認試験を準用し、試験を行うとき、R_f 値約 0.4 の主スポット以外のスポットを認めない。

第一部一般試験法の部 70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条 (3) 容量分析用標準液の項 0.05 mol/L ヨウ素液の目を次のように改める。

70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器

(3) 容量分析用標準液

0.05 mol/L ヨウ素液

1000 mL 中ヨウ素 (I : 126.90) 12.690 g を含む。

調製 ヨウ素 13 g をヨウ化カリウム溶液 (2 → 5) 100 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び水を加えて 1000 mL とし、次の標定を行う。

標定 調製したヨウ素液 15 mL を正確に量り、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定し、ファクターを計算する (指示薬法：デンプン試液、又は電位差滴定法：白金電極)。ただし、指示薬法の終点は、液が終点近くで淡黄色になったとき、デンプン試液 3 mL を加え、生じた青色が脱色するときとする。

注意：遮光して保存する。長く保存したものは、標定し直して用いる。

第一部一般試験法の部 70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器の条 (3) 容量分析用標準液の項に次のように加える。

70. 標準品、試薬・試液、容量分析用標準液、標準液、色の比較液、波長及び透過率校正用光学フィルター及び計量器・用器

(3) 容量分析用標準液

0.002 mol/L チオ硫酸ナトリウム液

1000 mL 中チオ硫酸ナトリウム五水和物 (Na₂S₂O₃ · 5H₂O : 248.19) 0.4964 g を含む。

調製 用時、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液に新たに煮沸して冷却した水を加えて正確に 50 倍容量とする。

第一部一般試験法の部に次の一条を加える。

74. 粉体の粒子密度測定法

粉体の粒子密度測定法は、粉末状医薬品又は医薬品原料の粒子密度を測定する方法であり、通例、気体置換型ピクノメータを用いて測定する。この方法による粉体の密度は、密閉された系の中で、粉体によって置換される気体の体積が、粉体の体積に等しいとみなすことにより求められる。疎充てん時のかさ密度又はタップ充てん時のタップ密度は、粒子間の空隙体積を含めて粉体の体積とみなすことから、粉体のみかけの密度を表すのに対し、ピクノメータ法による粒子密度は、気体の浸入が可能な開孔部のある空隙体積を除いて粉体の体積を評価するため、結晶密度にほぼ等しい粉体の粒子密度を表す。

粉体の粒子密度は、単位体積当たりの質量 (kg/m^3) で表されるが、通例、 g/cm^3 で表す。

装置

ピクノメータ法による粒子密度測定装置の模式図を図 74-1 に示す。装置は、試料が入れられる試験用セル、対照セル及び圧力計から構成される。

通例、測定用気体としてヘリウムが用いられるが、圧力計を介して所定の圧力まで試験用セルを加圧できるシステムを備えておく必要がある。

装置の校正 試験用セル及び対照セルの容積 V_c 、 V_r は、小数第 3 位 (0.001 cm^3) まで正確に求められている必要があり、体積測定に求められる正確さを保証するために、通例、体積既知の粒子密度測定用校正球を用いて、装置の校正を次のように行う。最初に空の試験用セルについて、次に粒子密度測定用校正球が置かれた試験用セルについて、操作法に基づく最終圧力 P_f の測定を行い、試験用セルの容積 V_c 及び対照セルの容積 V_r を操作法の項に示した式より求める。なお、最初の操作においては、試料体積 $V_s = 0$ とみなして計算することができる。

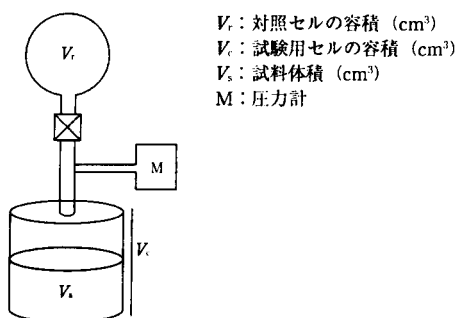


図74-1 気体置換型ピクノメータ(粒子密度測定装置)の模式図

操作法

粒子密度の測定は、 $15 \sim 30^\circ\text{C}$ において行うこととし、測定中、 2°C 以上の温度変化があってはならない。

はじめに試験用セルの質量を量り、記録しておく。医薬品各条中で規定される量の試料を量り、試験用セルに入れた後、セルを密閉する。次に、試験用セルに測定用気体(ヘリウム)を通気し、粉体中の揮発性不純物を除去する。必要ならば、あらかじめ試料粉体を減圧下に置き、揮発性不純物を除いた後、測定用試料とする。

試験用セルと対照セルを接続しているバルブを開き、系の圧力が一定であることを圧力計により確認した後、対照圧力 P_r を読み取る。次に、2つのセルを接続するバルブを閉じた後、測定用気体を試験用セルに導入して加圧状態とし、圧力計の指示が一定であることを確認した後、初期圧力 P_i を読み取る。次に、バルブを開いて対照セルを試験用セルと接続し、圧力計の指示が一定であることを確認した後、最終圧力 P_f を読み取り、次式により試料体積 V_s を求める。

$$V_s = V_c - \frac{V_r}{\frac{P_i - P_r}{P_f - P_r} - 1}$$

V_r : 対照セルの容積 (cm^3)

V_c : 試験用セルの容積 (cm^3)

V_s : 試料体積 (cm^3)

P_i : 初期圧力 (kPa)

P_f : 最終圧力 (kPa)

P_r : 対照圧力 (kPa)

同一試料について上記の測定を繰り返し、連続して測定した試料体積が 0.5 % 以内で互いに一致することを確認し、その平均値を試料体積 V_s とする。最後に、試験用セルを外して秤量し、空のセル質量との差より、最終試料質量 m を求め、次式により粉体の粒子密度 ρ を計算する。

$$\rho = \frac{m}{V_s}$$

ρ : 粉体の粒子密度 (g/cm^3)

m : 最終試料質量 (g)

V_s : 試料体積 (cm^3)