

後、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（指示薬：チモールブルー・N, N-ジメチルホルムアミド試液 1 mL）。ただし、滴定の終点は液の黄色が黄緑色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 27.726 mg C₉H₇N₇O₂S

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

アザチオプリン錠

Azathioprine Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するアザチオプリン (C₉H₇N₇O₂S : 277.26) を含む。

製法 本品は「アザチオプリン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」0.01 g に対応する量を取り、水 50 mL を加え、加温してよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL につき、「アザチオプリン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) のろ液 1 mL につき、「アザチオプリン」の確認試験 (2) を準用する。

(3) 定量法の試料溶液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 278 ~ 282 nm に吸収の極大を示す。

(4) 本品を粉末とし、表示量に従い「アザチオプリン」0.1 g に対応する量を取り、アンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品 0.1 g をアンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) 10 mL に溶かし、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 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アンモニア水 (28) のメタノール溶液 (1 → 10) /ギ酸 n-ブチル/1,2-ジクロロエタン混液 (15 : 10 : 5 : 2) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。アザチオプリン (C₉H₇N₇O₂S) 約 0.1 g に対応する量を精密に量り、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 3 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にアザチオプリン標準品を 105 °C で 5 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、吸収スペクトル用ジメチルスルホキシド 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 500 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、0.1

mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 280 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{アザチオプリン (C}_9\text{H}_7\text{N}_7\text{O}_2\text{S) の量 (mg)} \\ & = \text{アザチオプリン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

亜酸化窒素

Nitrous Oxide

N₂O : 44.01

本品は定量するとき、亜酸化窒素 (N₂O) 97.0 vol% 以上を含む。

性状 本品は室温、大気圧下において無色のガスで、おいはない。

本品 1 mL は温度 20 °C、気圧 101.3 kPa で、水 1.5 mL 又はエタノール (95) 0.4 mL に溶け、ジエチルエーテル又は脂肪油にやや溶けやすい。

本品 1000 mL は温度 0 °C、気圧 101.3 kPa で約 1.96 g である。

確認試験

(1) 本品に木片の燃えさしを入れるとき、木片は直ちに燃える。

(2) 本品及び亜酸化窒素 1 mL ずつを、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、それぞれガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。これらのガスにつき、定量法の操作条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、本品から得た主ピークの保持時間は、亜酸化窒素の保持時間に一致する。

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間以上、18 ~ 22 °C に保った後、20 °C で、気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとす。

(1) 酸又はアルカリ 新たに煮沸して冷却した水 400 mL にメチルレッド試液 0.3 mL 及びブロモチモールブルー試液 0.3 mL を加え、5 分間煮沸する。その 50 mL ずつを 3 本のネスラー管 A、B 及び C に入れる。更に A 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.10 mL を、B 管には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加え、密栓して冷却する。次に口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し、15 分間で本品 1000 mL を A 管中に通じるとき、液の色は B 管中の液のだいたい赤色又は C 管中の液の黄緑色より濃くない。

(2) 二酸化炭素 水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液：水酸化バリウム試液 50 mL をネスラー管に入れ、炭酸水素ナトリウム 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液 1 mL を加える。