

ル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40℃ 付近の一定温度

移動相：pH 4.7 の 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液/メタノール混液 (4:1)

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び塩酸 4-アミノフェノール 0.01 g ずつをメタノール 1 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。この液 1 mL をとり、移動相を加えて 10 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、4-アミノフェノール、アセトアミノフェンの順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からアセトアミノフェンの保持時間の約 6 倍の範囲

検出感度：標準溶液 10 μL から得たアセトアミノフェンのピーク高さがフルスケールの約 15 % になるように調整する。

乾燥減量 0.3 % 以下 (0.5 g, 105℃, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びアセトアミノフェン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、メタノール 2 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。これらの液 3 mL ずつを正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 244 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{アセトアミノフェン (C}_8\text{H}_9\text{NO}_2\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{アセトアミノフェン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

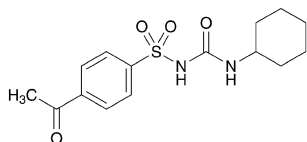
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## アセトヘキサミド

Acetohexamide



C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S : 324.40

4-Acetyl-N-(cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide  
[968-81-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、アセトヘキサミド (C<sub>15</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (95) 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

(1) 本品 0.10 g をメタノール 100 mL に溶かす。この液 5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液 20 mL 及びメタノール 75 mL を加え、試料溶液 (1) とする。この試料溶液 (1) につき、メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 1 を比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。また、試料溶液 (1) 10 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とし、試料溶液 (2) とする。この試料溶液 (2) につき、メタノールを対照として紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル 2 を比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.5 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.45 mL に希硝酸 6 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 2.0 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド 40 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及び *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて 50 mL とする (0.010 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質

(i) シクロヘキシルアミン 本品 0.20 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1:1) 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用シクロヘキシルアミン 0.020 g をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1:1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1:1) を加えて正確に 20 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 10 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し、30 分以上風乾する。次に酢酸エチル/メタノール/シクロヘキサン/アンモニア水 (28) 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 100℃ で 10 分間加熱する。これにニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧した後、120℃ で 10 分間加熱するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の

試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

(ii) ジシクロヘキシルウレア 本品 0.20 g を *N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用ジシクロヘキシルウレア 0.020 g をとり、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド/アセトン混液 (1 : 1) を加えて正確に 20 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 10  $\mu$ 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し、30 分以上風乾する。次に酢酸エチル/メタノール/シクロヘキサン/アンモニア水 (28) 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 120 °C で 10 分間加熱する。これにバニリン硫酸試液を均等に噴霧した後、120 °C で 10 分間加熱するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

(iii) その他の類縁物質 本品 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 mL とする。この液 1 mL ずつを正確に量り、アセトンを加えて正確に 10 mL 及び 25 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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 10  $\mu$ L 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。次に酢酸エチル/メタノール/シクロヘキサン/アンモニア水 (28) 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。これに紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、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 (1) から得たスポットより濃くなく、標準溶液 (2) から得たスポットより濃いスポットは 4 個以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、水 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。別に *N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に水 19 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

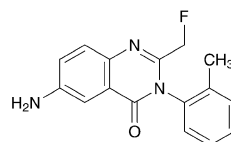
$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.440 \text{ mg C}_{16}\text{H}_{14}\text{FN}_3\text{O}_4\text{S}$$

貯法 容器 密閉容器。

## アフロクアロン

Afloqualone

アフロクアロン



$\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{FN}_3\text{O}$  : 283.30

6-Amino-2-fluoromethyl-3-(2-tolyl)-3H-quinazolin-4-one  
[56287-74-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、アフロクアロン ( $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{FN}_3\text{O}$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に着色する。

融点 : 約 197 °C (分解)。

### 確認試験

(1) 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品のエタノール (99.5) 溶液 (1  $\rightarrow$  150000) 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し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品を乾燥し、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試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

### 純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 1.0 g を遮光した容器にとり、新たに煮沸して冷却した水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 10 mL にプロモチモールブルー試液 2 滴を加えるとき、液は黄色を呈する。これに 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液の色は青色に変わる。

(2) 重金属 本品 2.0 g を白金るつぼにとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本操作は光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.010 g を移動相 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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、試料溶液のアフロクアロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアフロクアロンのピーク面積より大きくない。

### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に