

($C_7H_6N_4O_3$: 158.12) 65.3 ~ 74.3 % 及びアルミニウム (Al: 26.98) 11.1 ~ 13.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、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。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

融点: 約 230 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加えて 5 分間煮沸し、これに塩酸フェニルヒドラジニウム溶液 (1 → 100) 10 mL を加え、冷後、ヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液 0.5 mL を加えてよく混和し、更に塩酸 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品 0.2 g に希塩酸 10 mL を加え、加温して溶かし、冷却した液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.10 g に希硝酸 6 mL を加え、振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.142 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.20 g に希塩酸 6 mL を加え、振り混ぜながら 5 分間煮沸して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.240 % 以下)。

(3) 硝酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL 及び硫酸 5 mL を注意して加え、振り混ぜて溶かし、冷後、硫酸鉄 (II) 試液 2 mL を層積するとき、その接界面に褐色の輪帯を生じない。

(4) 重金属 本品 1.0 g に塩酸 3 mL 及び水 3 mL を加え、振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱した後、水浴上で蒸発乾固する。残留物に水 30 mL を加え、加温して振り混ぜ、冷後、ろ過し、ろ液に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は塩酸 3 mL を蒸発乾固し、鉛標準液 2.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 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)。

乾燥減量 4.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法

(1) アラントイン 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、希硫酸 50 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、窒素定量法により試験を行う。

$$0.005 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 0.39529 \text{ mg } C_7H_6N_4O_3$$

(2) アルミニウム 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、希塩酸 50 mL を加え、注意しながら加熱して溶かし、冷後、希塩酸を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にアルミニウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にアルミニウム (Al: 26.98) 16.0 ~ 64.0 μg を含むように薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光度法により試験を行

い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液のアルミニウム含量を求める。

使用ガス:

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 亜酸化窒素

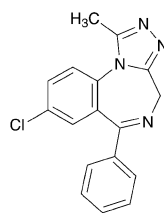
ランプ: アルミニウム中空陰極ランプ

波長: 309.2 nm

貯法 容器 密閉容器。

アルプラゾラム

Alprazolam



$C_{17}H_{13}ClN_4$: 308.76

8-Chloro-1-methyl-6-phenyl-4H-[1, 2, 4]triazolo[4, 3-a]-[1, 4]benzodiazepine [28981-97-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、アルプラゾラム ($C_{17}H_{13}ClN_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく、無水酢酸にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希硝酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 200000) 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 0.05 g を核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム 0.7 mL に溶かし、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (^1H) により測定するとき、 δ 2.6 ppm 付近に単一線のシグナル A を、 δ 4.0 ppm 及び δ 5.4 ppm 付近に二重線のシグナル B 及び C を、 δ 7.1 ~ 7.9 ppm に幅広いシグナル D を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D はほぼ 3 : 1 : 1 : 8 である。

(3) 本品につき、炎色反応試験法 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 228~232 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g を希硝酸 10 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 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 本品 0.050 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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 (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/ヘキサン/酢酸エチル/エタノール (95) 混液 (4 : 2 : 2 : 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、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 °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 0.25 g を精密に量り、無水酢酸 100 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。

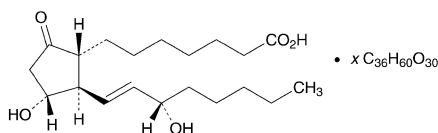
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.438 mg $C_{17}H_{19}ClN_4$

貯法 容器 密閉容器。

アルプロスタジルアルファデクス

Alprostadil Alfadex

プロスタグランジン E_1 α -シクロデキストリン包接化合物



$C_{20}H_{34}O_5 \cdot x C_{36}H_{60}O_{30}$

7-[(1R, 2R, 3R)-3-Hydroxy-2-[(1E, 3S)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]-5-oxocyclopentyl]heptanoic acid — α -cyclodextrin [93591-00-5]

本品はアルプロスタジルの α -シクロデキストリン包接化合物で、定量するとき、換算した脱水物に対し、アルプロスタジル ($C_{20}H_{34}O_5$; 354.48) 2.8 ~ 3.2 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95)、酢酸エチル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし、酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、試料溶液 (1) とする。別に本品 0.02 g に酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとり、試料溶液 (2) とする。これらの液につき、溶媒を減圧で留去し、残留物に硫酸 2 mL を加えて 5 分間振り混ぜるとき、試料溶液 (1) から得た液はだいたい黄色を呈するが、試料溶液

(2) から得た液は呈しない。

(2) 本品 0.02 g を水 5 mL に溶かし、酢酸エチル 5 mL を加えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、溶媒を減圧で留去する。残留物をエタノール (95) 2 mL に溶かし、1, 3-ジニトロベンゼン試液 5 mL を加え、水冷しながら水酸化カリウムのエタノール (95) 溶液 (17 → 100) 5 mL を加えた後、水冷して暗所に 20 分間放置するとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 0.05 g にヨウ素試液 1 mL を加え、水浴中で加熱して溶かし、放置するとき、暗青色の沈殿を生じる。

(4) 本品の希エタノール溶液 (3 → 10000) 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 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、この液 10 mL に水酸化カリウム・エタノール試液 1 mL を加えて 15 分間放置した液につき、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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +126 ~ +138 ° (脱水物に換算したもの 0.1 g, 希エタノール, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液は無色である。更にこの液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 450 nm における吸光度は 0.10 以下である。ただし、試験は溶液調製後、30 分間以内に行う。

(2) プロスタグランジン A_1 本品 0.10 g をとり、水 5 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加え、エタノール (95) を加えて 15 mL とし、試料溶液とする。別にプロスタグランジン A_1 1.5 mg をとり、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、エタノール (95) 2 mL 及び水を加えて 15 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、定量法の操作条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するプロスタグランジン A_1 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、 Q_T は Q_S より大きくない。

内標準溶液 パラオキサン安息香酸プロピルの希エタノール溶液 (1 → 15000)

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をとり、水 3 mL に溶かし、酢酸エチル 3 mL を正確に加えて振り混ぜた後、遠心分離して上層液をとり、試料溶液とする。別にプロスタグランジン A_1 1.0 mg をとり、酢酸エチルに溶かし、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 10 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/ヘキサン/酢酸 (100) 混液 (10 : 2 : 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。これにリンモリブデン酸 n 水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 4) を均等に噴霧し、100 °C で 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットで標準溶液から得たスポットに対応する位置のス