

mL の共栓フラスコに入れ、水 25 mL に溶かし、ジエチルエーテル 75 mL 及びプロモフェノールブルー試液 10 滴を加え、0.5 mol/L 塩酸で滴定する。滴定は水層とエーテル層とをよく振り混ぜながら行い、終点は水層が持続する淡緑色を呈するときとする。

0.5 mol/L 塩酸 1 mL = 72.05 mg $C_7H_5NaO_2$

貯法 容器 密閉容器。

安息香酸ナトリウムカフェイン

Caffeine and Sodium Benzoate

アンナカ

本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン ($C_8H_{10}N_4O_2$: 194.19) 48.0 ~ 50.0 % 及び安息香酸ナトリウム ($C_7H_5NaO_2$: 144.10) 50.0 ~ 52.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、酢酸 (100) 又は無水酢酸にやや溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 1 g を分液漏斗に入れ、水 10 mL に溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、液がわずかに赤色を呈するまで、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液を注意しながら滴加し、クロロホルム 20 mL ずつで 3 回よく振り混ぜて抽出し、水層と分離する〔水層は (2) に用いる〕。クロロホルム抽出液を合わせてろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固する。この残留物につき、次の試験を行う。

(i) 残留物の水溶液 (1 → 500) 2 mL にタンニン酸試液を滴加するとき、白色の沈殿を生じ、この沈殿は更にタンニン酸試液を滴加するとき溶ける。

(ii) 残留物 0.01 g に過酸化水素試液 10 滴及び塩酸 1 滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき、残留物は黄赤色を呈する。また、これをアンモニア試液 2 ~ 3 滴を入れた容器の上にかざすとき、赤紫色に変わり、その色は水酸化ナトリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、消える。

(iii) 残留物 0.01 g を水に溶かし 50 mL とする。この液 5 mL に薄めた酢酸 (31) (3 → 100) 3 mL 及び薄めたビリジン (1 → 10) 5 mL を加えて混和した後、薄めた次亜塩素酸ナトリウム試液 (1 → 5) 2 mL を加え、1 分間放置する。これにチオ硫酸ナトリウム試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき、黄色を呈する。

(2) (1) の水層 5 mL に水 5 mL を加えた液は安息香酸塩の定性反応 (2) を呈する。

(3) 本品を加熱するとき、白煙を発生する。更に強熱し、この残留物に塩酸を加えるとき、泡立つ。また、この液はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 5 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アルカリ 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液にフェノールフタレイン試液 1 ~ 2 滴を加えるとき、赤色を呈しない。

(3) 塩化物 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かし、エタノール (95) 30 mL、希硝酸 6 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 0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL にエタノール (95) 30 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.050 % 以下)。

(4) 塩素化合物 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし、希硫酸 10 mL を加えた後、ジエチルエーテル 20 mL ずつで 2 回抽出し、ジエチルエーテル抽出液を合わせ、室温で蒸発乾固する。残留物及び炭酸カルシウム 0.7 g をるつぽにとり、少量の水を加えて混ぜた後、乾燥する。次に約 600 °C に強熱した後、希硝酸 20 mL を加えて溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水を加えて 50 mL とする。この液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁は、次の比較液に硝酸銀試液 0.5 mL を加えた液の混濁より濃くない。

比較液: 炭酸カルシウム 0.7 g を希硝酸 20 mL に溶かし、ろ過する。残留物を水 15 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、0.01 mol/L 塩酸 1.2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。

(5) 重金属 本品 2.0 g を水 47 mL に溶かし、よくかき混ぜながら希塩酸 3 mL を徐々に加えた後、ろ過し、最初のろ液 5 mL を除き、次のろ液 25 mL をとり、アンモニア試液で中和した後、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。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。

(7) フタル酸 本品 0.10 g に水 1 mL 及びレソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、120 ~ 125 °C の油浴中で加熱し、水を蒸発した後、更に 90 分間加熱する。冷後、水 5 mL を加えて溶かす。この液 1 mL に水酸化ナトリウム溶液 (43 → 500) 10 mL を加えて振り混ぜた後、470 ~ 490 nm の光を照射するとき、発する緑色の蛍光は次の比較液より濃くない。

比較液: フタル酸水素カリウム 0.061 g を水に溶かし、正確に 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、レソルシノール・硫酸試液 1 mL を加え、以下同様に操作する。

(8) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 3.0 % 以下 (2 g, 80 °C, 4 時間)。

定量法

(1) 安息香酸ナトリウム 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (6 : 1) 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定する (電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第一当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液 1 mL
= 14.411 mg $C_7H_5NaO_2$

(2) カフェイン (1) の操作に引き続き、第一当量点か

ら第二当量点まで 0.1 mol/L 過塩素酸・1,4-ジオキサン液で滴定する（電位差滴定法）。

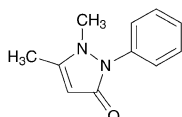
$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸} \cdot 1,4\text{-ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ = 19.419 \text{ mg } C_8H_{10}N_4O_2$$

貯法 容器 密閉容器。

アンチピリン

Antipyrine

フェナゾン



$C_{11}H_{12}N_2O$: 188.23

1,5-Dimethyl-2-phenyl-1,2-dihydropyrazol-3-one
[60-80-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、アンチピリン ($C_{11}H_{12}N_2O$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色若しくは白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。

本品の水溶液 (1 → 10) は中性である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL に亜硝酸ナトリウム試液 2 滴及び希硫酸 1 mL を加えるとき、液は濃緑色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 2 mL に希塩化鉄 (III) 試液 4 滴を加えるとき、液は黄赤色を呈し、次に希硫酸 10 滴を加えるとき、淡黄色に変わる。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL にタンニン酸試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(4) 本品 0.1 g にバニリン 0.1 g, 水 5 mL 及び硫酸 2 mL を加えて煮沸し、冷却するとき、黄赤色の沈殿を生じる。

融点 111 ~ 113 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。

(3) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は無色である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, シリカゲル, 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 0.2 g を精密に量り、酢酸ナトリウム試液 20 mL に溶かし、0.05 mol/L ヨウ素液 30 mL を正確に加え、時々振り混ぜ、20 分間放置した後、クロロホルム 10 mL を加えて沈殿を溶かし、過量のヨウ素

を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 3 mL）。同様の方法で空試験を行う。

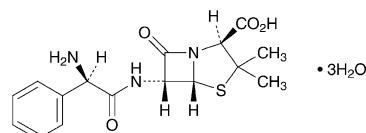
$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL} = 9.411 \text{ mg } C_{11}H_{12}N_2O$$

貯法 容器 密閉容器。

アンピシリン

Ampicillin

アミノベンジルペニシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S \cdot 3H_2O$: 403.45

(2S, 5R, 6R)-6-[(2R)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate [7177-48-2]

本品は日本抗生物質医薬品基準のアンピシリンの条に適合する。

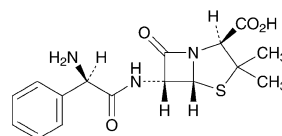
性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水にやや溶けにくく、メタノールに溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

無水アンピシリン

Anhydrous Ampicillin

無水アミノベンジルペニシリン



$C_{16}H_{19}N_3O_4S$: 349.40

(2S, 5R, 6R)-6-[(2R)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid [69-53-4]

本品は日本抗生物質医薬品基準の無水アンピシリンの条に適合する。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。