

射したモルモットには試料溶液 0.20 mL を静脈内に注射し、同様に馬血清を注射したモルモットには馬血清 0.20 mL を静脈内に注射する。

注射後 30 分間及び 24 時間の呼吸困難、虚脱及び致死を観察するとき、試料溶液によって感作したモルモットは前記の症状を示さない。

ただし、馬血清によって感作したモルモットの 4 匹の全部が呼吸困難又は虚脱を示し、3 匹以上が死亡する。

毒性試験 体重 18 ~ 25 g の栄養状態のよい健康なマウス 5 匹を使用し、それぞれに本品 0.50 mL を尾静脈内に注射するとき、注射後 48 時間以内にいずれも死亡しない。注射後 48 時間以内に死亡したものがあるときは、更にまだ試験に使用していない体重 19 ~ 21 g のマウス 5 匹につき、試験を繰り返す。48 時間以内にそのいずれもが生存する。

定量法 本品の適量を正確にとり、表示量に従い、1 mL 中に約 150 単位を含むように 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて調製し、試料溶液とする。ウリナスタチン標準品に 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液を加え、その 1 mL 中にウリナスタチンとして正確に 300, 200, 100, 50 及び 0 単位を含むように調製し、それぞれ標準溶液とする。2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液及び *N*- α -ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液は、25 \pm 1 $^{\circ}$ C の恒温槽であらかじめ温めておく。試験管に各標準溶液及び試料溶液 0.1 mL ずつを正確にとり、それぞれに 2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液 1.6 mL を正確に加えて振り混ぜ、25 \pm 1 $^{\circ}$ C の恒温槽に入れる。2, 2', 2''-ニトリロトリエタノール緩衝液を加えて 1 分後に、氷冷してあるウリナスタチン試験用トリプシン試液 0.2 mL を正確に加えて振り混ぜ、再び恒温槽に戻す。更に 1 分後、*N*- α -ベンゾイル-L-アルギニン-4-ニトロアニリド試液 1 mL を正確に加えて振り混ぜ、恒温槽に入れ反応させる。2 分後に酢酸 (100) (1 \rightarrow 2) 0.1 mL を正確に加えて反応を停止させ、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により波長 405 nm における吸光度を測定する。各標準溶液から得た吸光度をもとに作成した検量線に試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のウリナスタチンの単位を求める。

貯法

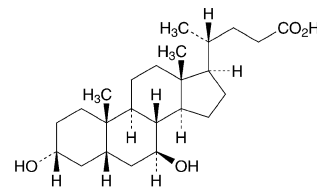
保存条件 -20 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

容器 気密容器。

ウルソデオキシコール酸

Ursodeoxycholic Acid

ウルソデオキシコール酸



$C_{24}H_{40}O_4$: 392.57

3 α , 7 β -Dihydroxy-5 β -cholan-24-oic acid [128-13-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、ウルソデオキシコール酸 ($C_{24}H_{40}O_4$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はエタノール (95)、エタノール (99.5) 又は酢酸 (100) に溶けやすく、クロロホルムに溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験 本品 0.01 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし、5 分間放置する。この液に水 5 mL を加えるとき、青緑色の浮遊物を生じる。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +59.0 ~ +62.0 $^{\circ}$ (乾燥後, 1.0 g, エタノール (99.5), 25 mL, 100 mm)。

融点 200 ~ 204 $^{\circ}$ C

純度試験

(1) におい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、2 分間煮沸するとき、においを発しない。

(2) 塩化物 本品 2.0 g に酢酸 (100) 20 mL を加え、振り混ぜて溶かし、水を加えて 200 mL とし、よく振り混ぜ、10 分間放置する。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液をとり、試料溶液とする。試料溶液 40 mL に希硝酸 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 0.25 mL に酢酸 (100) 4 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.022 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に酢酸 (100) 4 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(4) 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)。

(5) バリウム (1) の液に塩酸 2 mL を加えて 2 分間煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液が 100 mL になるまで水で洗う。この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき、液は混濁しない。

(6) 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).

(7) 類縁物質 本品 0.050 g をとり、クロロホルム/エタノール混液 (9 : 1) に溶かし、正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用ケノデオキシコール酸 0.075 g をとり、クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 1) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 1) を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液 (1) とする。更に薄層クロマトグラフ用リトコール酸 0.025 g をとり、クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 1) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 1) を加えて正確に 50 mL とする。次に、この液 1 mL を正確に量り、クロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 1) を加えて正確に 10 mL とし、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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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。次にクロロホルム/アセトン/酢酸 (100) 混液 (7 : 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。更に 120 °C で 30 分間乾燥後、直ちにリンモリブデン酸 *n* 水和物のエタノール (95) 溶液 (1 \rightarrow 5) を均等に噴霧し、120 °C で 2 ~ 3 分間加熱するとき、標準溶液 (1) 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 (1) のスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

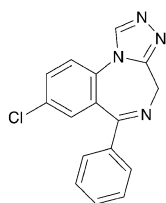
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加えて溶かす。次にフェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し、終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 39.257 mg C₁₆H₁₁ClN₄

貯法 容器 密閉容器。

エスタゾラム

Estazolam



C₁₆H₁₁ClN₄ : 294.74

8-Chloro-6-phenyl-4H-[1,2,4]triazolo[4,3-a][1,4]-benzodiazepine [29975-16-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、エスタゾラム

(C₁₆H₁₁ClN₄) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はメタノール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、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 \rightarrow 100000) 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。

(3) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融点 229 ~ 233 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をエタノール (95) 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g にエタノール (95) 10 mL を加え、加熱して溶かし、水 40 mL を加え、氷水中で振り混ぜながら冷却した後、常温になるまで放置し、ろ過する。ろ液 30 mL をとり、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。比較液には、0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL 及びエタノール (95) 6 mL を加える (0.015 % 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 本品 0.20 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 200 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 (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にヘキサン/クロロホルム/メタノール混液 (5 : 3 : 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 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 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)。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。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 mL = 14.737 mg C₁₆H₁₁ClN₄

貯法 容器 密閉容器。