

$$F' = \frac{(-Y_1 + Y_2 + Y_3 - Y_4)^2}{4fs^2}$$

f : 各群の試験動物の数

$$s^2 = \frac{\sum y^2 - \frac{Y^2}{f}}{n}$$

$\sum y^2$: 各群の y_1, y_2, y_3 及び y_4 をそれぞれ 2 乗し合計した値

$$Y = Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

$$n = 4(f-1)$$

$$L = 2\sqrt{(C-1)(CM^2 + 0.09062)}$$

$$C = \frac{Y_b^2}{Y_b^2 - 4fs^2t^2}$$

$t^2: s^2$ を計算したときの n に対する次の表の値

n	$t^2=F$	n	$t^2=F$	n	$t^2=F$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件 8°C 以下で保存する。

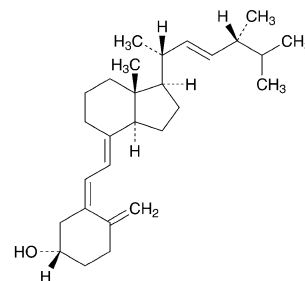
容器 気密容器。

エルゴカルシフェロール

Ergocalciferol

ビタミン D₂

カルシフェロール



C₂₈H₄₄O : 396.65

(3S, 5Z, 7E, 22E)-9, 10-Secoergosta-5, 7, 10(19), 22-tetraen-3-ol [50-14-6]

本品は定量するとき、エルゴカルシフェロール (C₂₈H₄₄O) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶で、においはないか、又はわずかに特異なおいがある。

本品はエタノール (95)、ジエチルエーテル又はクロロホルムに溶けやすく、イソオクタンにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は空気又は光によって変化する。

融点: 115 ~ 118°C 本品を毛細管に入れ、デシケター (減圧・2.67 kPa 以下) で 3 時間乾燥した後、毛細管を直ちに融封し、予想した融点の約 10°C 下の温度に加熱した浴中に入れ、1 分間に 3°C 上昇するように加熱し、測定する。

確認試験

(1) 本品 0.5 mg をクロロホルム 5 mL に溶かし、無水酢酸 0.3 mL 及び硫酸 0.1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる。

(2) 本品につき、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又はエルゴカルシフェロール標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (265 nm) : 455 ~ 485 (0.01 g, エタノール (95), 1000 mL).

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +102 ~ +107° (0.3 g, エタノール (95), 20 mL, 100 mm). この試験は開封後 30 分以内に溶かし、溶液調製後 30 分以内に測定する。

純度試験 エルゴステロール 本品 0.010 g をとり、薄めたエタノール (9 → 10) 2.0 mL に溶かし、ジギトニン 0.020 g を薄めたエタノール (9 → 10) 2.0 mL に溶かした液を加え、18 時間放置するとき、沈殿を生じない。

定量法 本品及びエルゴカルシフェロール標準品約 0.03 g ずつを精密に量り、それぞれをイソオクタンに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 3 mL ずつを正確に加えた後、移動相を

加えて 50 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 10 ~ 20 μ 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い、内標準物質のピーク面積に対するエルゴカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。ただし、操作はできるだけ空気又は他の酸化剤との接触を避け、遮光容器を用いて速やかに行う。

$$\text{エルゴカルシフェロール (C}_{28}\text{H}_{44}\text{O) の量 (mg)} \\ = \text{エルゴカルシフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液 (1 → 100)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 10 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：常温

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液 (997 : 3)

流量：エルゴカルシフェロールの保持時間が約 25 分になるように調整する。

カラムの選定：エルゴカルシフェロール標準品 0.015 g をイソオクタン 25 mL に溶かす。この液をフラスコに移し、還流冷却器を付け、油浴中で 2 時間加熱し、速やかに室温まで冷却する。この液を石英試験管に移し、短波長ランプ (主波長 254 nm) 及び長波長ランプ (主波長 365 nm) を用いて 3 時間照射する。この液 10 mL に移動相を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エルゴカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミン D₂、トランス-ビタミン D₂ 及びタチステロール₂ の保持時間の比は約 0.5、約 0.6 及び約 1.1 であり、また、プレビタミン D₂ とトランス-ビタミン D₂ 及びエルゴカルシフェロールとタチステロール₂ の分離度がそれぞれ 0.7 以上及び 1.0 以上のものを用いる。

貯法

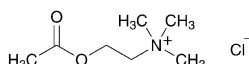
保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換して冷所に保存する。

容器 密封容器。

注射用塩化アセチルコリン

Acetylcholine Chloride for Injection

注射用アセチルコリン塩化物



C₇H₁₆ClNO₂ : 181.66

N-(2-Acetoxyethyl)-*N,N,N*-trimethylammonium chloride

[60-31-1]

本品は用時溶解して用いる注射剤で、定量するとき、換算した乾燥物に対し、塩化アセチルコリン (C₇H₁₆ClNO₂) 98.0

~ 102.0 % 及び塩素 (Cl : 35.45) 19.3 ~ 19.8 % を含み、表示量の 93 ~ 107 % に対応する塩化アセチルコリン (C₇H₁₆ClNO₂) を含む。

製法 本品は注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けやすい。

本品は極めて吸湿性である。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

融点 149 ~ 152 °C 本品及び融点測定用毛細管を 105 °C で 3 時間乾燥し、直ちに融封して測定する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 0.10 g に新たに煮沸して冷却した水 10 mL を加えて溶かし、プロモチモールブルー試液 1 滴を加え、試料溶液とする。試料溶液に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.30 mL を加えるとき、液の色は青色である。

(3) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法

(1) 塩化アセチルコリン 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。その約 0.5 g を精密に量り、水 15 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え、ゆるく栓をし、水浴上で 30 分間加熱し、速やかに冷却し、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL}$$

$$= 18.166 \text{ mg C}_7\text{H}_{16}\text{ClNO}_2$$

(2) 塩素 (1) の滴定終了後の液を更に 0.1 mol/L 硝酸銀液で滴定する (指示薬：フルオロセインナトリウム試液 3 滴)。

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀液 } 1 \text{ mL} = 3.5453 \text{ mg Cl}$$

貯法 容器 密封容器。