

展開した後、薄層板を 100 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、80 °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, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、ギ酸 2 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸 15 mL を正確に加え、水浴上で 30 分間加熱する。冷後、酢酸 (100) 45 mL を加え、過量の過塩素酸を 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行う。

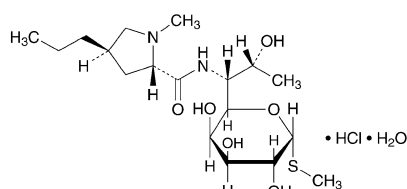
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.132 mg C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub> · HCl

貯法 容器 気密容器。

## 塩酸リンコマイシン

Lincomycin Hydrochloride

リンコマイシン塩酸塩



C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>S · HCl · H<sub>2</sub>O : 461.01

Methyl 6, 8-dideoxy-6-[(2*S*, 4*R*)-1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-D-erythro- $\alpha$ -D-galacto-octopyranoside monohydrochloride monohydrate [7179-49-9]

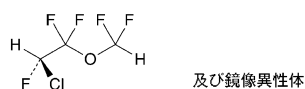
本品は日本抗生物質医薬品基準の塩酸リンコマイシンの条に適合する。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、味は苦い。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) に溶けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

## エンフルラン

Enflurane



C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>ClF<sub>6</sub>O : 184.49

(*RS*)-2-Chloro-1, 1, 2-trifluoroethyl difluoromethyl ether [13838-16-9]

性状 本品は無色透明の液である。

本品は水に溶けにくい。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルと混和す

る。

本品は揮発性で引火性はない。

本品は旋光性を示さない。

沸点 : 54 ~ 57 °C

### 確認試験

(1) 本品 0.05 mL をとり、水 40 mL を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液は塩化物及びフッ化物の定性反応を呈する。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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数のところに同様の強度の吸収を認める。

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.302 ~ 1.304

比重  $d_4^{20}$  : 1.520 ~ 1.540

### 純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 60 mL に新たに煮沸して冷却した水 60 mL を加え、3 分間振り混ぜた後、水層を分取し、試料溶液とする。試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の色は紫色である。また、試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.06 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 塩化物 本品 20 g をとり、水 20 mL を加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。この液 10 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 0.30 mL を加える (0.001 % 以下)。

(3) 蒸発残留物 本品 65 mL を正確に量り、水浴上で蒸発乾固した後、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。

(4) 類縁物質 本品 5  $\mu$ L につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。試料注入直後の空気のピーク以外の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、エンフルラン以外の物質の量は 0.10 % 以下である。

### 操作条件

検出器 : 熱伝導度型検出器

カラム : 内径約 3 mm, 長さ約 3 m の管にガスクロマトグラフ用ジエチレングリコールコハク酸エステルを 180 ~ 250  $\mu$ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度 : 80 °C 付近の一定温度

キャリアーガス : ヘリウム

流量 : エンフルランの保持時間が約 3 分になるように調整する。

カラムの選定 : 本品 5 mL と 1, 2-ジクロロエタン 5 mL を混和する。この液 1  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、エンフルラン、1, 2-ジクロロエタンの順に流出し、その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度 : 本品 5  $\mu$ L から得たエンフルランのピーク高さがフルスケールの 50 % 以上になるように調整する。

面積測定範囲：エンフルランの保持時間の約 3 倍の範囲

水分 0.10 % 以下 (10 g, 容量滴定法, 直接滴定).

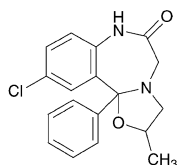
貯法

保存条件 30 °C 以下で保存する.

容器 気密容器.

## オキサゾラム

Oxazolam



$C_{18}H_{17}ClN_2O_2$  : 328.79

10-Chloro-2,3,7,11b-tetrahydro-2-methyl-11b-phenyloxazolo[3,2-d][1,4]benzodiazepin-6(5H)-one [24143-17-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、オキサゾラム ( $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、1,4-ジオキサン又はジクロロメタンにやや溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 187 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.01 g にエタノール (95) 10 mL を加え、加熱して溶かした後、塩酸 1 滴を加えるとき、液は淡黄色を呈し、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。また、この液に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき、液の色及び蛍光は直ちに消える。

(2) 本品 0.01 g をとり、希塩酸 5 mL を加え、水浴中で 10 分間加熱して溶かし、冷却する。この液 1 mL は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品 2 g を 200 mL のフラスコに量り、エタノール (95) 50 mL 及び 6 mol/L 塩酸試液 25 mL を加え、還流冷却器を付け 5 時間加熱還流する。冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 4) で中和した後、ジクロロメタン 30 mL で抽出する。抽出液に無水硫酸ナトリウム 3 g を加えて脱水し、ろ過した後、ジクロロメタンを留去する。残留物にメタノール 20 mL を加え水浴上で加熱して溶かした後、氷水中で急冷する。析出した結晶をろ取り、減圧、60 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 96 ~ 100 °C である。

(4) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 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。

(5) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を

呈する。

吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (246 nm) : 410 ~ 430 (乾燥後, 1 mg, エタノール (95), 100 mL).

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25 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 0.20 mL を加える (0.014 % 以下)。

(2) 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)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をケルダールフラスコに入れ、硫酸 5 mL 及び硝酸 5 mL を加え、穏やかに加熱する。更に時々硝酸 2 ~ 3 mL ずつを追加して液が無色~淡黄色となるまで加熱を続ける。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 15 mL を加え、濃い白煙が発生するまで加熱濃縮して 2 ~ 3 mL とする。冷後、水を加えて 10 mL とし、この液を検液として装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.05 g をジクロロメタン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 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  $\mu$ 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。風乾後直ちにトルエン/アセトン混液 (8 : 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, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.65 g を精密に量り、酢酸 (100)/1,4-ジオキサン混液 (1 : 1) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。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 = 32.879 mg  $C_{18}H_{17}ClN_2O_2$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。