

mL に薄めた酢酸 (31) (3 → 100) 3 mL 及び薄めたピリジン (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。

融点 235 ~ 238 °C (乾燥後)。

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし、20 °C に急冷し、水を加えて 100 mL とし、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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.011 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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 10 μL 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。次にクロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 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。

(5) 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 D より濃くない。

乾燥減量 0.5 ~ 8.5 % (1 g, 80 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

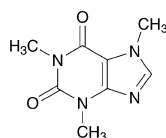
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (6 : 1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬 : クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.419 mg C₈H₁₀N₄O₂

貯法 容器 気密容器。

無水カフェイン

Anhydrous Caffeine



C₈H₁₀N₄O₂ : 194.19

3, 7-Dihydro-1, 3, 7-trimethyl-1H-purine-2, 6-dione
[58-08-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、カフェイン (C₈H₁₀N₄O₂) 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。

本品はクロロホルムに溶けやすく、水、無水酢酸又は酢酸 (100) にやや溶けにくく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 6.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (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。

(2) 本品 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。

(3) 本品 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 及び薄めたピリジン (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。

融点 235 ~ 238 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g を熱湯 80 mL に溶かし、20 °C に急冷し、水を加えて 100 mL とし、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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.011 % 以下)。

(2) 硫酸塩 (1) 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を

正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 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 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。次にクロロホルム/エタノール (95) 混液 (9 : 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。

(5) 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 D より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

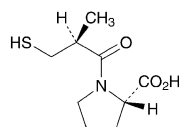
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (6 : 1) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴）。ただし、滴定の終点は液の紫色が緑色を経て黄色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.419 mg C₉H₁₅N₂O₅

貯法 容器 気密容器。

カプトプリル

Captopril



C₉H₁₅N₂O₅S : 217.29

(2S)-1-[(2S)-2-Methyl-3-sulfanylpropanonyl]pyrrolidine-2-carboxylic acid [62571-86-2]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、カプトプリル (C₉H₁₅N₂O₅S) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) に溶けやすく、水にやや溶けやすい。

確認試験 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を比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところで同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: -125 ~ -134° (乾燥後, 0.1 g, エタノール (99.5) 10 mL, 100 mm)。

融点 105~110 °C

純度試験

(1) 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)。

(2) 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)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン 0.015 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 250 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。次にトルエン/酢酸 (100) 混液 (13 : 7) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、標準溶液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及び主スポット以外のスポットは 2 個以下で、標準溶液から得たスポットより濃くない。

(4) 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン 本品 0.10 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン 0.025 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 250 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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う。それぞれの液の 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：220 nm）

カラム：内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 °C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール/リン酸混液 (1000 : 1000 : 1)

流量：1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：本品及び 1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリン 0.025 g ずつをメタノール 200 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリンの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、1,1'-[3,3'-ジチオビス(2-メチル-1-オキソプロピル)]-L-ジプロリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、希硫酸 20 mL 及びヨウ化カリウム 1 g を加えて振り混ぜ、 $\frac{1}{60}$ mol/L ヨウ素酸カリウム液で滴定する（指示薬：デンプン試液 2 mL）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} \frac{1}{60} \text{ mol/L ヨウ素酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 21.729 \text{ mg C}_9\text{H}_{15}\text{NO}_5\text{S} \end{aligned}$$