

液に溶かし、その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ 0.1 単位を含む溶液を調製する。なお、本溶液の調製はガラス製器具を用いて行う。

(ii) 試料溶液キニノーゲン試液 0.5 mL を正確に量り、 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温し、あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ溶液 0.5 mL を正確に加え、直ちに振り混ぜる。この液を $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で正確に 2 分間放置した後、トリクロロ酢酸溶液 (1→5) 0.2 mL を正確に加えて振り混ぜる。3 分間煮沸し、直ちに氷冷した後、遠心分離し、室温で 15 分間放置する。上澄液 0.5 mL を正確に量り、pH 8.0 のゼラチン・トリス緩衝液 0.5 mL を正確に加えて振り混ぜる。この液 0.1 mL を正確に量り、トリクロロ酢酸・ゼラチン・トリス緩衝液 1.9 mL を正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。

(iii) 操作法 試料溶液につき、純度試験 (2) を準用して、1 ウェル当たりのキニン量 B (pg) を測定する。次式により本品 1 単位のキニン遊離活性を求めるとき、500 ng ブラジキニン等量/分/単位以上である。

$$\begin{aligned} & \text{本品 1 単位のキニン遊離活性} \\ & (\text{ng ブラジキニン等量/分/単位}) = B \times 4.8 \end{aligned}$$

定量法 本品の表示単位に従い、その適量を精密に量り、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、その 1 mL 中にカリジノゲナーゼ約 10 単位を含む溶液を調製し、これを試料原液とする。試料原液 4 mL を正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え、更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、試料溶液とする。あらかじめ $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温したカリジノゲナーゼ測定用基質試液 (1) 2.5 mL を正確に量り、層長 1 cm のセルに入れ、これに $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で 5 分間加温した試料溶液 0.5 mL を正確に加えると同時に秒時計を始動させ、 $30 \pm 0.5^\circ\text{C}$ で水を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の波長 405 nm における吸光度 A_{T2} 及び A_{T6} を測定する。別にカリジノゲナーゼ標準品 1 アンプルをとり、pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて溶かし、正確に 10 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、これにトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に加え、更に pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。標準溶液 0.5 mL を正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{S2} 及び A_{S6} を測定する。別にトリプシンインヒビター試液 1 mL を正確に量り、これに pH 7.0 の 0.05 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする。この液 0.5 mL を正確に量り、試料溶液と同様に試験を行い、正確に 2 分及び 6 分後の吸光度 A_{O2} 及び A_{O6} を測定する。

本品 1 mg 中のカリジノゲナーゼ単位数

$$= \frac{(A_{T6} - A_{T2}) - (A_{O6} - A_{O2})}{(A_{S6} - A_{S2}) - (A_{O6} - A_{O2})} \times \frac{a}{10} \times \frac{1}{b}$$

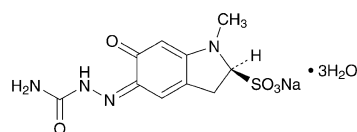
a : カリジノゲナーゼ標準品の採取量 (単位)

b : 試料原液 1 mL 中の本品の量 (mg)

貯法 容器 気密容器。

カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム

Carbazochrome Sodium Sulfonate



及び鏡像異性体

$\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{NaO}_5\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$: 376.32

Monosodium (RS)-2, 3, 5, 6-tetrahydro-1-methyl-6-oxo-5-semicarbazonoindole-2-sulfonate trihydrate
[51460-26-5, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、カルバゾクロムスルホン酸ナトリウム ($\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{NaO}_5\text{S}$: 322.27) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品はだいたい黄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、メタノール又はエタノール (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。

本品の水溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

融点 : 約 210°C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (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。

(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。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 0.8 g を水 50 mL に加温して溶かし、冷却した液の pH は 5.0 ~ 6.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に加温して溶かし、放冷するとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 590 nm における吸光度は 0.070 以下である。

(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) 類縁物質 本品 0.050 g を水 100 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のカルバゾクロムスルホン酸以外のピークの合計面積は標準溶液のカルバゾクロムスルホン酸のピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 360 nm)

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μm 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム 1.2 g を水 1000 mL に溶かし，必要ならば孔径 0.4 μm のメンブランフィルターを用いてろ過する。この液 925 mL にエタノール (95) 75 mL を加えて振り混ぜた後，リン酸を加えて pH 3 に調整する。

流量：カルバゾクロムスルホン酸の保持時間が 6 ~ 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びカルバゾクロム 0.010 g ずつを水 100 mL に加温して溶かす。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，カルバゾクロムスルホン酸，カルバゾクロムの順に溶出し，その分離度が 3 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たカルバゾクロムスルホン酸のピーク高さがフルスケールの約 5 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からカルバゾクロムスルホン酸の保持時間の約 3 倍の範囲

水分 13.0 ~ 16.0 % (0.3 g，容量滴定法，直接滴定)。

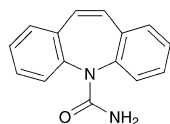
定量法 本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 (H 型) 20 mL を用いて調製した直径 10 mm のクロマトグラフ柱に入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる。次に，水 150 mL でクロマトグラフ柱を洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

$$0.05 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 16.114 \text{ mg } \text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{N}_4\text{NaO}_6\text{S}$$

貯法 容器 密閉容器。

カルバマゼピン

Carbamazepine



$\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$: 236.27

5H-Dibenz[*b, f*]azepine-5-carboxamide [298-46-4]

本品を乾燥したものは定量するとき，カルバマゼピン ($\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末で，においはなく，味は初めないが，後にわずかに苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール (95) 又はアセトンにやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に硝酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間

加熱するとき，液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に硫酸 2 mL を加え，水浴上で 3 分間加熱するとき，液は黄色を呈し，緑色の蛍光を発する。

(3) 本品に紫外線を照射するとき，強い青色の蛍光を発する。

(4) 定量法で得た液につき，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。

融点 189 ~ 193 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

(2) 酸 本品 2.0 g に水 40 mL を正確に加え，15 分間よく振り混ぜた後，ガラスろ過器 (G3) でろ過する。ろ液 10 mL を正確に量り，フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である。

(3) アルカリ (2) のろ液 10 mL を正確に量り，メチルレッド試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.50 mL を加えるとき，液の色は赤色である。

(4) 塩化物 本品 0.25 g をアセトン 30 mL に溶かし，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 0.20 mL にアセトン 30 mL，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.028 % 以下)。

(5) 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)。

(6) 類縁物質 本品 0.25 g をとり，クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし，試料溶液とする。別にイミノジベンジル 5.0 mg をとり，クロロホルムに溶かし，正確に 100 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を用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/メタノール混液 (19 : 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。これに二クロム酸カリウム・硫酸試液を均等に噴霧するとき，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，2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し，その約 0.05 g を精密に量り，エタノール (95) に溶かし，正確に 250 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とする。この液につき，紫外可視吸光度測定法により試験を行い，波長 285 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する。

$$\text{カルバマゼピン } (\text{C}_{15}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{490} \times 50000$$

貯法 容器 気密容器。