

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管に 5 ~ 10  $\mu\text{m}$  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：40  $^{\circ}\text{C}$  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  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{L}$  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  $\mu\text{L}$  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)。

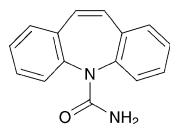
定量法 本品約 0.25 g を精密に量り，水 50 mL に溶かし，あらかじめカラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 (H 型) 20 mL を用いて調製した直径 10 mm のクロマトグラフ柱に入れ，1 分間に 4 mL の流速で流出させる。次に，水 150 mL でクロマトグラフ柱を洗い，洗液は先の流出液に合わせ，0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い，補正する。

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

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  $^{\circ}\text{C}$

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  $\mu\text{L}$  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/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  $^{\circ}\text{C}$ ，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。

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

貯法 容器 気密容器。