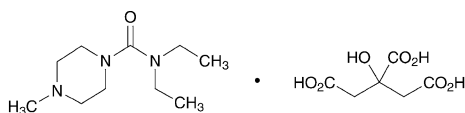


クエン酸ジエチルカルバマジン

Diethylcarbamazine Citrate

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

 $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$: 391.42*N,N*-Diethyl-4-methylpiperazine-1-carboxamide monocitrate [I642-54-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸ジエチルカルバマジン ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、酸味及び苦味がある。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、アセトン、クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 → 20) は酸性である。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を水 2 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えた後、クロロホルム 5 mL ずつで 4 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせて水 10 mL で洗った後、クロロホルムを水浴上で蒸発し、残留物にヨードエタン 1 mL を加え、還流冷却器を付けて 5 分間穏やかに煮沸する。次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き、エタノール (95) 4 mL を加えて氷水中で冷却し、かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え、沈殿が結晶になるまでかき混ぜる。30 分間氷水中に放置した後、結晶をろ取し、エタノール (95) 4 mL に溶かし、同じ操作を繰り返して再結晶し、105 °C で 4 時間乾燥するとき、その融点は 151 ~ 155 °C である。

(2) (1) のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応 (2) 及び (3) を呈する。

融点 135.5 ~ 138.5 °C

純度試験 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 4.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (2 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.75 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.142 mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯法 容器 気密容器。

クエン酸ジエチルカルバマジン錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するクエン酸ジエチルカルバマジン ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$: 391.42) を含む。

製法 本品は「クエン酸ジエチルカルバマジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「クエン酸ジエチルカルバマジン」0.5 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過し、ろ液に水酸化ナトリウム試液 10 mL を加え、以下「クエン酸ジエチルカルバマジン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「クエン酸ジエチルカルバマジン」0.8 g に対応する量を取り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をとり、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、クロロホルム 20 mL ずつで 2 回抽出する。水層を分取し、希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応 (2) 及び (3) を呈する。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。クエン酸ジエチルカルバマジン ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、水 10 mL を加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、更に内標準溶液 20 mL を正確に加え、10 分間激しく振り混ぜた後、遠心分離し、水層を除き、クロロホルム層を試料溶液とする。別にクエン酸ジエチルカルバマジン標準品を 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、水 10 mL に溶かした後、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、以下試料溶液の調製と同様に操作し、クロロホルム層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ 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い、内標準物質のピーク面積に対するジエチルカルバマジンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

クエン酸ジエチルカルバマジン ($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) の量 (mg)
= クエン酸ジエチルカルバマジン標準品の量 (mg) $\times \frac{Q_T}{Q_S}$

内標準溶液 *n*-オクタデカンのクロロホルム溶液 (1 → 1250)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ 1 ~ 2 m のガラス管にガスクロマトグラフ用 35 % フェニル-メチルシロキサンポリマーをシラン処理した 180 ~ 250 μ m のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 3 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：145 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が 8 ~ 11 分になるように調整する。

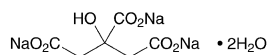
カラムの選定：標準溶液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ジエチルカルバマジン、内標準物質の

順に流出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

クエン酸ナトリウム

Sodium Citrate



$\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 294.10

Trisodium 2-hydroxypropane-1, 2, 3-tricarboxylate dihydrate
[6132-04-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸ナトリウム ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7$: 258.07) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはなく、清涼な塩味がある。

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

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はクエン酸塩及びナトリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 8.5 である。

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) 塩化物 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.015 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g をとり、水に溶かし、40 mL とする。これに希塩酸 3.0 mL 及び水を加えて 50 mL とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.5 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 2.5 mL を加える (10 ppm 以下)。

(5) 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)。

(6) 酒石酸塩 本品 1.0 g に水 2 mL、酢酸カリウム試液 1 mL 及び酢酸 (31) 1 mL を加え、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶性の沈殿を生じない。

(7) シュウ酸塩 本品 1.0 g に水 1 mL 及び希塩酸 3 mL を加えて溶かし、エタノール (95) 4 mL 及び塩化カルシウム試液 0.2 mL を加え、1 時間放置するとき、液は澄明である。

(8) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。ただし、90 °C で 1 時間加熱する。液の色は色の比較液 K より濃くない。

乾燥減量 10.0 ~ 13.0 % (1 g, 180 °C, 2 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その 3.434 g × f ~ 3.475 g × f (f は次の操作で加える 2 mol/L 塩酸のファクターである) を精密に量り、2 mol/L 塩酸 20 mL を正確に加えて溶かし、エタノール (99.5) 25 mL を正確に加えた後、希

チモールブルー試液 1 mL を加え、水を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、吸光度比法により試験を行う。水を対照とし、波長 440 nm 及び 550 nm における吸光度 A_1 及び A_2 を測定する。 $r = A_2/(A_1+A_2)$ により r の値を求める。ここで得た r の値と、下記の $x - r$ の関係表に基づいて作成した $x - r$ 曲線から x の値を求める。

$$\begin{aligned} & \text{クエン酸ナトリウム (C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7\text{) の量 (g)} \\ & = 3.4409 \times f \times x \end{aligned}$$

$x - r$ の関係表

x	0.960	0.965	0.970	0.975	0.980	0.985	0.990	0.995	1.000
r	0.731	0.721	0.708	0.691	0.670	0.646	0.617	0.585	0.551
x	1.005	1.010	1.015	1.020	1.025	1.030	1.035	1.040	
r	0.516	0.482	0.444	0.409	0.379	0.358	0.346	0.345	

貯法 容器 気密容器。

診断用クエン酸ナトリウム液

Diagnostic Sodium Citrate Solution

本品は定量するとき、クエン酸ナトリウム ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 294.10) 3.3 ~ 4.3 w/v% を含む。本品は水性の注射剤の規定を準用する。

製法

クエン酸ナトリウム	38 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。

本品には保存剤を加えない。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応を呈する。

pH 7.0 ~ 8.5

定量法 本品 5 mL を正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 180 °C で 2 時間乾燥した後、これに酢酸 (100) 30 mL を加え、加温して溶かす。冷後、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)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 9.803 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$$

貯法 容器 密封容器。

輸血用クエン酸ナトリウム注射液

Sodium Citrate Injection for Transfusion

本品は水性の注射剤で、定量するとき、クエン酸ナトリウム ($\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 294.10) 9.5 ~ 10.5 w/v% を含む。

製法

クエン酸ナトリウム	100 g
注射用水	適量
全量	1000 mL

以上をとり、注射剤の製法により製する。