

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液 0.40 mL をネスラ一管にとり、水を加えて 50 mL とする。

(2) 液性 本品 2 mL に水 8 mL を混和するとき、液は中性である。

(3) 塩化物 本品 10.0 g をとり、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)。

(4) 硫酸塩 本品 10.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.002 % 以下)。

(5) アンモニウム 本品 5 mL に水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 5 mL を加えて煮沸するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。

(6) 重金属 本品 5.0 g をとり、第 1 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 (5 ppm 以下)。

(7) カルシウム (2) の液 5 mL にシュウ酸アンモニウム試液 3 滴を加えるとき、液は変化しない。

(8) 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)。

(9) アクロレイン、ブドウ糖又はその他の還元性物質 本品 1.0 g にアンモニア試液 1 mL を混和し、60 °C の水浴中で 5 分間加熱するとき、液は黄色を呈しない。また、水浴中から取り出し、直ちに硝酸銀試液 3 滴を加えて 5 分間暗所に放置するとき、液は変色又は混濁しない。

(10) 脂肪酸又は脂肪酸エステル 本品 50 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL 及び正確に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 10 mL を加えて 15 分間煮沸し、冷後、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定するとき、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量は 3.0 mL 以下である (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

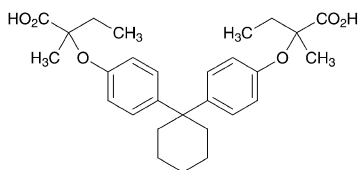
(11) 硫酸呈色物 本品 5 mL に硫酸呈色物用硫酸 5 mL を注意して加え、18 ~ 20 °C で徐々に混和し、常温で 1 時間放置するとき、液の色は色の比較液 H より濃くない。

強熱残分 本品約 10 g をるつぼに入れて精密に量り、加熱して沸騰させ、加熱をやめ、直ちに点火して燃やし、冷後、残留物を硫酸 1 ~ 2 滴で潤し、恒量になるまで注意して強熱するとき、残分は 0.01 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

## クリノフィブラート

Clinofibrate



$C_{28}H_{36}O_6$  : 468.58

2,2′-(4,4′-Cyclohexylidenediphenoxy)-2,2′-dimethylbutanoic acid [30299-08-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、クリノフィブラート

( $C_{28}H_{36}O_6$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、におい及び味はない。

本品はメタノール、エタノール (99.5)、アセトン又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点：約 146 °C (分解)。

### 確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 50000) 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) 本品を乾燥し、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長のところに同様の強度の吸収を認める。

### 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 3 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 0.10 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 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 50  $\mu$ 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。次にクロロホルム/シクロヘキサン/酢酸 (100) 混液 (12 : 5 : 3) を展開溶媒として約 12 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 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.050 g をとり、塩化チオニル 0.4 mL 加え、密栓して、60 °C の水浴上で時々振り混ぜながら 5 分間加熱した後、減圧、60 °C 以下で過剰の塩化チオニルを留去する。残留物を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン 2 mL に溶かし、D-(+)- $\alpha$ -メチルベンジルアミン 0.15 g を乾燥用合成ゼオライトで乾燥したトルエン 5 mL に溶かした液 2 mL を加え、軽く振り混ぜ、10 分間放置した後、減圧、60 °C 以下でトルエンを留去する。残留物をクロロホルム 5 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5  $\mu$ 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い、保持時間 40 分付近に近接して現れる 3 個のピークにつき、溶出順にその面積  $A_a$ 、 $A_b$  及び  $A_c$  を測定するとき、 $A_b / (A_a + A_b + A_c) \times 100$  は 40 ~ 70 である。

### 操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充て

んする。

カラム温度：20℃ 付近の一定温度

移動相：ヘキサン/2-プロパノール混液（500：3）

流量：クリノフィブラートの3つのピークのうち、最初に溶出するピークの保持時間が約35分になるように調整する。

カラムの選定：試料溶液5μLにつき、上記の条件で操作するとき、3つのピークが完全に分離するものを用いる。

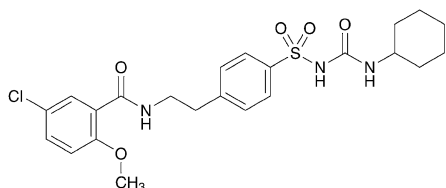
**定量法** 本品を乾燥し、その約0.45gを精密に量り、エタノール（95）40mLに溶かし、これに水30mLを加え、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液3滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 23.429 mg C<sub>28</sub>H<sub>36</sub>O<sub>6</sub>

**貯法** 容器 気密容器。

## グリベンクラミド

Glibenclamide



C<sub>28</sub>H<sub>36</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S : 494.00

4-[2-(5-Chloro-2-methoxybenzoylamino)ethyl](N-cyclohexylcarbamoyl)benzenesulfonamide [10238-21-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、グリベンクラミド（C<sub>28</sub>H<sub>36</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S）98.5%以上を含む。

**性状** 本品は白色～微帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はN,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、クロロホルムにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

### 確認試験

(1) 本品のメタノール溶液（1→10000）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) 本品を乾燥し、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) 本品につき、炎色反応試験（2）を行うとき、緑色を呈する。

**融点** 169～174℃

### 純度試験

(1) 重金属 本品1.0g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2.0mLを加える（20

ppm以下）。

(2) 類縁物質 本品0.20gをクロロホルム20mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に20mLとする。この液1mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に10mL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10μL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1-プロパノール/クロロホルム/薄めたアンモニア試液（4→5）混液（11：7：2）を展開溶媒として約12cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長254nm）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（1g, 105℃, 4時間）。

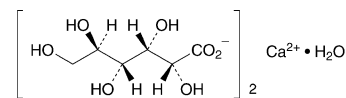
**定量法** 本品を乾燥し、その約0.9gを精密に量り、N,N-ジメチルホルムアミド50mLに溶かし、0.1mol/L水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液3滴）。別にN,N-ジメチルホルムアミド50mLに水18mLを加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL  
= 49.40 mg C<sub>28</sub>H<sub>36</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>6</sub>S

**貯法** 容器 気密容器。

## グルコン酸カルシウム

Calcium Gluconate



C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CaO<sub>14</sub>・H<sub>2</sub>O : 448.39

Monocalcium di-D-gluconate monohydrate [299-28-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、グルコン酸カルシウム（C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>CaO<sub>14</sub>・H<sub>2</sub>O）99.0～104.0%を含む。

**性状** 本品は白色の結晶性の粉末又は粒で、におい及び味はない。

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

### 確認試験

(1) 本品0.5gに水5mLを加え、加熱して溶かし、酢酸（100）0.65mL及び新たに蒸留したフェニルヒドラジン1mLを加え、水浴上で30分間加熱し、冷後、ガラス棒で内壁をこするとき、結晶を析出する。結晶をろ取りし、熱湯10mLに溶かし、活性炭少量を加えてろ過する。冷後、ガラス棒で容器の内壁をこすり、析出する結晶を吸引ろ取りし、冷水10mLで3回洗い、乾燥するとき、その融点は187～199℃（分解）である。

(2) 本品の水溶液（1→40）はカルシウム塩の定性反応を呈する。