

強熱減量 34 % 以下 (0.5 g, 850 °C, 3 時間).

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り, 共栓フラスコに入れ, 正確に 0.1 mol/L 塩酸 30 mL 及び水 20 mL を加え, 37 ± 2 °C で 1 時間振り混ぜ, 冷後, 上澄液 25 mL を正確に量り, 過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで, よくかき混ぜながら滴定する.

本品の強熱減量における残留物に換算するとき, その 1 g につき, 0.1 mol/L 塩酸の消費量は 140 ~ 160 mL である.

定量法

(1) 二酸化ケイ素 本品約 0.7 g を精密に量り, 0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え, 水浴上で蒸発乾固し, 残留物に水 25 mL を加え, 水浴上で時々かき混ぜながら, 15 分間加熱する. 上澄液を定量用紙を用いてろ過し, 残留物に熱湯 25 mL を加えてかき混ぜ, 上澄液を傾斜してろ紙上に移してろ過する. 更に残留物は同様に熱湯 25 mL ずつで 2 回洗った後, 残留物をろ紙上に移し, 洗液が硫酸塩の定性反応 (1) を呈しなくなるまで熱湯で洗い, 残留物をろ紙とともに白金るつぽに入れ, 強熱して灰化し, 更に 775 ~ 825 °C で 30 分間強熱し, 冷後質量を量り, a (g) とする. 次に残留物を水で潤し, フッ化水素酸 6 mL 及び硫酸 3 滴を加え, 蒸発乾固した後, 5 分間強熱し, 冷後質量を量り, b (g) とする.

$$\text{二酸化ケイ素 (SiO}_2\text{) の含量 (\%)} = \frac{a - b}{\text{試料の量 (g)}} \times 100$$

(2) 酸化マグネシウム 本品約 0.3 g を 50 mL の三角フラスコに精密に量り, 0.5 mol/L 硫酸試液 10 mL を加え, 水浴上で 15 分間加熱する. 冷後, 100 mL のメスフラスコに移し, 三角フラスコは水で洗い, 洗液及び水を加えて 100 mL とする. この液をろ過し, ろ液 50 mL を正確に量り, 水 50 mL 及び薄めた 2,2',2''-ニトリロトリエタノール (1 → 2) 5 mL を加えてよく振り混ぜる. これにアンモニア試液 2.0 mL 及び pH 10.7 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 10 mL を加え, 0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g).

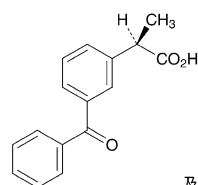
$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸} \\ &\text{二水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 2.0152 \text{ mg MgO} \end{aligned}$$

(3) 二酸化ケイ素 (SiO₂) と酸化マグネシウム (MgO) とのパーセント (%) の比 定量法 (1) 及び (2) の数値から求める.

貯法 容器 密閉容器.

ケトプロフェン

Ketoprofen



及び鏡像異性体

C₁₆H₁₄O₃ : 254.28

(*RS*)-2-(3-Benzoylphenyl)propanoic acid [22071-15-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, ケトプロフェン (C₁₆H₁₄O₃) 98.5 % 以上を含む.

性状 本品は白色の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 (95) 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.

本品は光によって着色する.

確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし, 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン試液 2 mL を加えて 30 分間放置するとき, だいたい黄色の沈殿を生じる.

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) 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.

(3) 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.

融点 94 ~ 97 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 塩化物 本品 2.0 g をメタノール 40 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 0.30 mL にメタノール 40 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.005 % 以下).

(3) 硫酸塩 本品 2.0 g をメタノール 40 mL に溶かし, 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. 比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にメタノール 40 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.010 % 以下).

(4) 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).

(5) 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).

(6) 類縁物質 本操作はできるだけ光を避け, 遮光した容器を用いて行う. 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶か

し、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 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。次に四塩化炭素/酢酸（100）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。

乾燥減量 0.5 % 以下（0.5 g, 減圧, 60 °C, 24 時間）。

強熱残分 0.14 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、エタノール（95）25 mL に溶かし、水 25 mL を加え、0.1 mol/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 = 25.428 mg $C_{66}H_{106}O_{10}$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

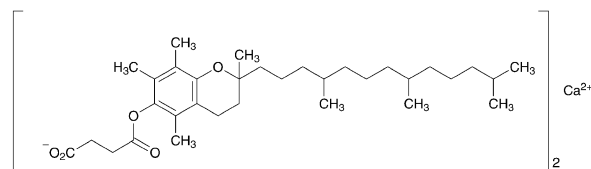
容器 気密容器。

コハク酸トコフェロールカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

ビタミン E コハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$: 1099.62

Monocalcium bis[3-[2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yloxy]propanoate]
[14638-18-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、コハク酸 *dl*- α -トコフェロールカルシウム ($C_{66}H_{106}CaO_{10}$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、においはない。

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく、水、エタノール（95）又はアセトンにほとんど溶けない。

本品 1 g に酢酸（100）7 mL を加えて振り混ぜるとき、溶け、しばらく放置すると濁りを生じる。

本品は酢酸（100）に溶ける。

本品は旋光性を示さない。

確認試験

（1）本品 0.05 g を酢酸（100）1 mL に溶かし、エタノール（99.5）9 mL を混和する。これに発煙硝酸 2 mL を

加え、75 °C で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいたい色を呈する。

（2）本品を乾燥し、その 0.08 g を四塩化炭素 0.2 mL に溶かす。この液につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜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 5 g をクロロホルム 30 mL に溶かし、塩酸 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、水層を分取し、これをアンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (286 nm) : 36.0 ~ 40.0 (0.01 g, クロロホルム, 100 mL)。

純度試験

（1）溶状 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色と比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。

（2）アルカリ 本品 0.20 g にジエチルエーテル 10 mL, 水 2 mL, フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤色を呈しない。

（3）塩化物 本品 0.10 g を酢酸（100）4 mL に溶かし、水 20 mL 及びジエチルエーテル 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。ジエチルエーテル層に水 10 mL を加え、振り混ぜ、水層を分取する。水層を合わせ、これに希硝酸 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。比較液は本品の代わりに 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL を用い、同様に操作して製する（0.212 % 以下）。

（4）重金属 本品 1.0 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 2.0 mL を用いる（20 ppm 以下）。

（5）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）。

（6） α -トコフェロール 本品 0.10 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。別にトコフェロール標準品 0.050 g をとり、クロロホルムに溶かし、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（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。これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後、更に 2,2'-ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ~ 3 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は、標準溶液のスポットより大きくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 2.0 % 以下（1 g, 減圧, 酸化リン（Ⅴ）, 24 時間）。