

和し、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、A 液の混濁は B 液の混濁と同じである。

(5) 窒素 本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、窒素のピーク面積 A_T を求める。別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積 A_S を求めるとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 250 ~ 355 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度：50 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき上記の条件で操作するとき、酸素、窒素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

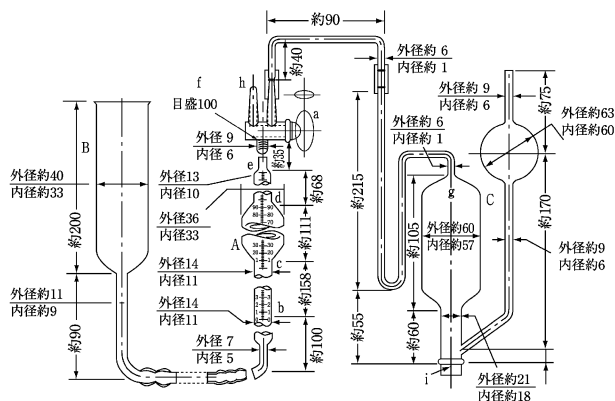
定量法

(i) 装置 図に示すものを用いる。A は二方活栓 a を有する 100 mL のガスビュレットで、b ~ c、d ~ e 及び e ~ f は 0.1 mL 目盛り、c ~ d は 2 mL 目盛りである。A は水準管 B と肉厚ゴム管で連結し、A 及び B のほぼ半容に達する量の塩化アンモニウム・アンモニア試液を満す。ガスピペット C の吸収球 g には直径 2 mm 以下の線状の銅をコイル状に細く巻いたものを多数上部に達するまで詰め、更に塩化アンモニウム・アンモニア試液 125 mL を入れ、ゴム栓 i を閉じ、A と肉厚ゴム管で連結する。

(ii) 操作法 a を開き B を下げて g 中の液を a の活栓孔のところまで吸い上げた後、a を閉じ、次に a の試料導入管 h に通じる孔を開き、B を上げて塩化アンモニウム・アンモニア試液を A 及び h 中に全満した後、a を閉じ、試料容器を h につなぎ再び a を開いて、B を下げながら本品約 100 mL を精密に量る。a の C に通じる孔を開き B を上げて本品を g 中へ送り込み、a を閉じて C を 5 分間、前後に穏やかに振り動かす。吸収されずに残るガスを a を開き B を下げて A 中へ戻し、その容量を量る。この操作を繰り返し、吸収されずに残るガスの量が恒量になったときその容量を量り V (mL) とする。ただし、C 中の塩化アンモニウム・アンモニア試液を新たにした場合は少なくとも 4 回上記の操作を繰り返した後の定量値を採用する。 V 及び本品の採取量を 20 °C で気圧 101.3 kPa の容量に換算する。

b ~ c = 0.1 mL 目盛
c ~ d = 2 mL 目盛
d ~ e = 0.1 mL 目盛
e ~ f = 0.1 mL 目盛

目盛線は、赤色とする。
b ~ f = 100 mL



$$\text{酸素 (O}_2\text{) の量 (mL)} = \text{試料の採取量の換算値 (mL)} - V\text{の換算値 (mL)}$$

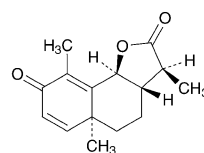
貯法

保存条件 40 °C 以下で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。

サントニン

Santonin



$\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3$: 246.30

(3S, 3aS, 5aS, 9bS)-3a, 5, 5a, 9b-Tetrahydro-3, 5a, 9-trimethylnaphtho[1, 2-b]furan-2, 8(3H, 4H)-dione [481-06-1]

本品は定量するとき、サントニン ($\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3$) 98.5 % 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、味は初めないが、後にわずかに苦い。

本品は沸騰エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、熱湯又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって黄色となる。

確認試験

(1) 本品 0.2 g を水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL に溶かすとき、液は赤色を呈する。

(2) 本品を粉末とし、その 0.01 g に薄めた硫酸 (1 → 2) 1 mL を加えて振り混ぜた後、煮沸し、冷後、希塩化鉄

(Ⅲ) 試液 1 滴を加えるとき、液は紫色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-170 \sim -175^\circ$ (0.2 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm).

融点 $172 \sim 175^\circ\text{C}$

純度試験

(1) アルカロイド 本品 0.5 g に薄めた硫酸 (1 → 100) 20 mL を加えて煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液 10 mL に水を加えて 30 mL とし、この液にヨウ素試液 3 滴を加えて 3 時間放置するとき、液は混濁しない。

(2) アルテミシン 本品を粉末とし、その 1.0 g にクロロホルム 2 mL を加え、わずかに加温して溶かすとき、液は澄明で黄色を呈しないか、又は黄色を呈しても色の比較液 A より濃くない。

(3) フェノール類 本品 0.20 g に水 10 mL を加えて煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき、液は混濁しない。

(4) 酸呈色物 本品 0.01 g を硝酸で潤すとき、直ちに呈色しない。また 0°C に冷却した硫酸で潤すとき、直ちに呈色しない。

強熱残分 0.25 % 以下 (1 g).

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、エタノール (95) 10 mL を加え、加温して溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 20 mL を正確に加え、還流冷却器を付け、水浴上で 5 分間加熱し、急冷後、過量の水酸化ナトリウムを 0.05 mol/L 塩酸で滴定する (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う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 24.630 mg $\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

サントニン錠

Santonin Tablets

本品は定量するとき、表示量の 92 ~ 108 % に対応するサントニン ($\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3$; 246.30) を含む。

製法 本品は「サントニン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「サントニン」0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物につき、「サントニン」の確認試験を準用する。

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。サントニン ($\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3$) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、メタノール 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別に定量用サントニン約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 3 mL を正確に加え、更にメタノールを加えて 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 $1 \mu\text{L}$ 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、内標準物質のピーク面積に対するサントニンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

$$\begin{aligned} & \text{サントニン } (\text{C}_{15}\text{H}_{18}\text{O}_3) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{定量用サントニンの量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシン安息香酸エチルのエタノール (95) 溶液 (1 → 1000)

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 254 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に $5 \mu\text{m}$ 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: 25°C 付近の一定温度

移動相: 水/メタノール混液 (1 : 1)

流量: サントニンの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 $1 \mu\text{L}$ につき、上記の条件で操作するとき、サントニン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 2.5 以上のものを用いる。

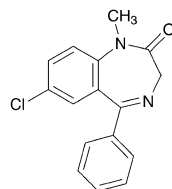
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

ジアゼパム

Diazepam



$\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$: 284.74

7-Chloro-1,3-dihydro-1-methyl-5-phenyl-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [439-14-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジアゼパム ($\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はアセトンに溶けやすく、無水酢酸又はエタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし、この液に紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 2 mg を硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 200 mL に溶かした液につき、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