

(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 $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3$

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 ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3$; 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 ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_3$) 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_T 及び Q_S を求める。

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

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。

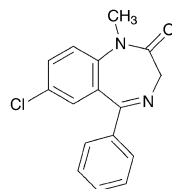
貯法

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

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、青色～青緑色を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (285 nm) : 425 ~ 445 [乾燥後, 2 mg, 硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000), 200 mL].

融点 130 ~ 134 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をエタノール (95) 20 mL に溶かすとき、液は澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25 mL 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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える。(0.014 % 以下)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 1.0 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 100 mL 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 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 5 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。次に酢酸エチル/ヘキサン混液 (1 : 1) 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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °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 0.6 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL に溶かし、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 = 28.474 mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2 : 42.04

Aminonitrile [420-04-2]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、シアナミド (CH_2N_2) 97.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水、メタノール又はエタノール (95) に極めて溶け

やすく、ジエチルエーテルに溶けやすい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 6.5 である。

本品は吸湿性である。

融点 : 約 46 °C

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL にペンタシアノアンミン鉄 (II) 酸ナトリウム n 水和物溶液 (1 → 100) 2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 1 mL に 1, 2-ナフトキノ-4-スルホン酸カリウム試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 0.2 mL を加えるとき、液は濃赤色を呈する。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL にアンモニア試液 1 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じる。

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) 硫酸塩 本品 0.5 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 (0.038 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 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 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) カルシウム 本品 0.2 g を水 20 mL に溶かし、アンモニア試液 2 mL 及びシュウ酸アンモニウム試液 2 mL を加え、5 分間放置するとき、液は混濁しない。

(5) ジエチルエーテル不溶物 本品 1.0 g にジエチルエーテル 3.0 mL を加えて振り混ぜて溶かし、10 分間放置した後、再び振り混ぜるとき、液は澄明である。

水分 1.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 250 mL とする。この液 15 mL を正確に量り、希硝酸 2 ~ 3 滴を加えた後、アンモニア試液 10 mL を加える。次に 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を正確に加え、時々振り混ぜながら 15 分間放置した後、水を加えて正確に 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 50 mL を正確に量り、希硝酸で中和した後、更に希硝酸 3 mL を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬 : 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 2.1020 mg CH_2N_2

貯法

保存条件 冷所に保存する。

容器 気密容器。