

容量を正確に量り、分液漏斗に入れ、水を加えて 50 mL とし、希硫酸 1 mL を加え、クロロホルム/1-プロパノール混液 (5:1) 35 mL, 30 mL 及び 30 mL で抽出する。抽出液は毎回同じ水 5 mL で洗った後、クロロホルムで潤した脱脂綿を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過する。全抽出液を合わせ、エタノール (95) を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にジゴキシン標準品を 105 °C で 1 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、温エタノール (95) 50 mL に溶かし、冷後、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれ別の三角フラスコに入れ、水浴上で空気を送りながらほとんど蒸発乾固し、デシケーター (減圧, 酸化リン (V)) 中に 15 分間放置する。これに酸性塩化鉄 (III) 試液 5 mL ずつを加えて溶かし、しばしばかき混ぜ、30 °C 以下で遮光して 10 分間放置する。必要ならばガラスウールを用いてろ過する。これらの液につき、酸性塩化鉄 (III) 試液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 590 nm における吸光度を 2 分ごとに測定し、それぞれの最大値  $A_T$  及び  $A_S$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ジゴキシン (C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{14}) \text{の量 (mg)} \\ &= \text{ジゴキシン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

## 次硝酸ビスマス

Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき、ビスマス (Bi: 208.98) 71.5 ~ 74.5 % を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水、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。

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが、泡立たない。

本品はわずかに吸湿性があり、潤した青色リトマス紙に接触するとき、これを赤変する。

確認試験 本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応を呈する。

#### 純度試験

(1) 塩化物 本品 0.7 g に水 2 mL 及び硝酸 2 mL を加えて溶かし、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。比較液は硝酸 2 mL を水浴上で蒸発乾固し、0.01 mol/L 塩酸 0.70 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.035 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 3.0 g を加温した硝酸 3.0 mL に溶かし、この液を水 100 mL 中に加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発して 30 mL とし、再びろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL に硝酸バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、混濁しない。

(3) アンモニウム 本品 0.10 g に水酸化ナトリウム試液

5 mL を加え、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。

(4) 銅 (2) の試料溶液 5 mL にアンモニア試液 2 mL を加え、ろ過した液は青色を呈しない。

(5) 鉛 本品 1.0 g に水酸化カリウム溶液 (1 → 6) 5 mL を加え、注意しながら 2 分間煮沸し、冷後、遠心分離する。上澄液を試験管にとり、クロム酸カリウム試液 10 滴を加え、酢酸 (100) を 1 滴ずつ加えて酸性にすると、液は混濁又は黄色の沈殿を生じない。

(6) 銀 (2) の試料溶液 5 mL に硝酸 0.5 mL 及び希塩酸 2 ~ 3 滴を加えるとき、液は混濁しない。

(7) アルカリ土類金属又はアルカリ金属 本品 2.0 g に薄めた酢酸 (31) (1 → 2) 40 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、水を加えて 40 mL とし、ろ過する。ろ液 20 mL に希塩酸 2 mL を加えて煮沸し、直ちに硫化水素をじゅうぶんに通じた後、ろ過し、残留物を水で洗う。ろ液及び洗液を合わせ、硫酸 5 滴を加えて蒸発乾固し、強熱残分試験法を準用して強熱するとき、残分は 5.0 mg 以下である。

(8) ヒ素 本品 0.20 g に硫酸 2 mL を加え、白煙を発生するまで加熱し、注意して水を加えて 5 mL とする。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (10 ppm 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (2 g, 105 °C, 2 時間)。

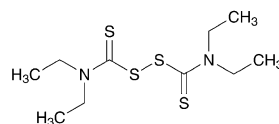
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、薄めた硝酸 (2 → 5) 5 mL を加え、加温して溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、水 200 mL を加え、0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する (指示薬: キシレノールオレンジ試液 5 滴)。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が黄色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 4.180 mg Bi

貯法 容器 密閉容器。

## ジスルフィラム

Disulfiram



$\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$ : 296.54

Tetraethylthiuram disulfide [97-77-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジスルフィラム ( $\text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色~帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

## 確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100000) 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。

融点 70 ~ 73 °C

## 純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 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) ジエチルジチオカルバミン酸 本品 0.10 g をトルエン 10 mL に溶かし、薄めた炭酸ナトリウム試液 (1 → 20) 10 mL を加えて振り混ぜる。水層を分取し、トルエン 10 mL で洗った後、硫酸銅 (Ⅲ) 五水和物溶液 (1 → 250) 5 滴及びトルエン 2 mL を加えて、振り混ぜ、静置するとき、トルエン層は淡黄色を呈さない。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をメタノール 40 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は、標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない。

## 操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：210 nm)

カラム：内径約 5 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm 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：メタノール/水混液 (7 : 3)

流量：ジスルフィラムの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.050 g 及びベンゾフェノン 0.050 g をメタノール 40 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。この液 1 mL を量り、移動相を加えて 200 mL とする。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、ベンゾフェノン、ジスルフィラムの順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たジスルフィラムのピーク高さが 15 ~ 30 mm になるように調整する。

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約 3.5 倍の範囲

乾燥減量 0.20 % 以下 (2 g, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (2 g)。

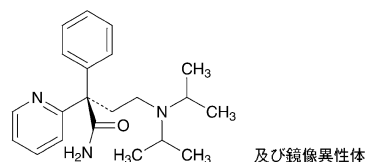
定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、アセトン 20 mL に溶かし、次に水 1.5 mL 及びヨウ化カリウム 1.0 g を加え、よく振り混ぜて溶かす。これに塩酸 3.0 mL を加え、密栓して振り混ぜ、暗所に 3 分間放置した後、水 70 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 14.827 \text{ mg } \text{C}_{10}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{S}_4$$

貯法 容器 気密容器。

## ジソピラミド

Disopyramide



$\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}$  : 339.47

(RS)-4-Diisopropylamino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide [3737-09-5]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ジソピラミド ( $\text{C}_{21}\text{H}_{29}\text{N}_3\text{O}$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (95) に極めて溶けやすく、無水酢酸、酢酸 (100) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水に溶けにくい。

## 確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 1 mL に 2, 4, 6-トリニトロフェノール試液 10 mL を加えて加温するとき、黄色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取し、水で洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 172 ~ 176 °C である。

(2) 本品の 0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液溶液 (1 → 25000) 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。

吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (269 nm) : 194 ~ 205 (0.01 g, 0.05 mol/L 硫酸・メタノール試液, 500 mL)。

## 純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これ検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL にエタノール (95) 10 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50