

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)。

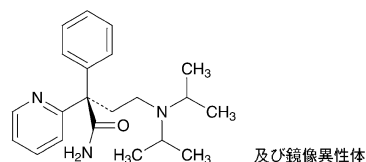
定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ヨウ素瓶に入れ、アセトン 20 mL に溶かし、次に水 1.5 mL 及びヨウ化カリウム 1.0 g を加え、よく振り混ぜて溶かす。これに塩酸 3.0 mL を加え、密栓して振り混ぜ、暗所に 3 分間放置した後、水 70 mL を加え、0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

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

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。この沈殿をろ取り、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

mL とする (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) 類緑物質 本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 400 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 1-ブタノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (45 : 4 : 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, 80 °C, 2 時間).

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g).

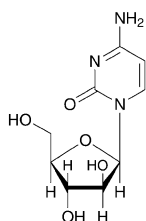
定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 酢酸 (100) 30 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.974 mg $C_{21}H_{29}N_3O_5$

貯法 容器 気密容器.

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$: 243.22

4-Amino-1- β -D-arabinofuranosylpyrimidin-2(1H)-one

[147-94-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, シタラビン ($C_9H_{13}N_3O_5$) 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.

本品は水に溶けやすく, 酢酸 (100) にやや溶けやすく, エタノール (95) に極めて溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点 : 約 214 °C (分解).

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 1000) 1 mL に臭素試液 1 滴を加え, 10 分間放置した後, 空気を送りながら過量の臭素を除き, L-アスコルビン酸溶液 (1 \rightarrow 5000) 1 mL 及びニヒドリン試液 1 mL を加え, 水浴中で 30 分間加熱するとき, 液は紫色を呈する.

(2) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) 1 mL にオルシン・塩化鉄

(III) 試液 1 mL を加え, 水浴中で 30 分間加熱するとき, 液は緑色を呈する.

吸光度 $E_{282}^{1\%}$ (282 nm) : 530 ~ 570 (乾燥後, 2 mg, 0.1 mol/L 塩酸試液, 200 mL).

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +154 ~ +160° (乾燥後, 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm).

pH 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 8.0 である.

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) 塩化物 本品 1.0 g をとり試験を行う. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009 % 以下).

(3) 重金属 本品 1.0 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. (20 ppm 以下).

(4) 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).

(5) 類緑物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 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. 次に水飽和 1-ブタノール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. また, この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき, 主スポット以外のスポットを認めない.

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間).

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g).

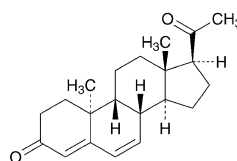
定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 50 mL に溶かし, 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.161 mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯法 容器 気密容器.

ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$: 312.45

9 β , 10 α -Pregna-4, 6-diene-3, 20-dione [152-62-5]

本品を乾燥したものは定量するとき, ジドロゲステロン