

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

イソソルビド硝酸エステル錠

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応する硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈: 236.14) を含む。

製法 本品は「硝酸イソソルビド」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「硝酸イソソルビド」0.1 g に対応する量を取り、ジエチルエーテル 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、ジエチルエーテルを注意して蒸発し、残留物に水 1 mL を加え、注意して硫酸 2 mL を加えて溶かす。冷後、この液に硫酸鉄 (II) 試液 3 mL を層積して 5 ~ 10 分間放置するとき、境界面に褐色の輪帯を生じる。

純度試験 硝酸塩 本品を粉末とし、表示量に従い「硝酸イソソルビド」0.05 g に対応する量を精密に量り、分液漏斗に入れ、トルエン 30 mL を加えてよく振り混ぜた後、水 20 mL ずつで 3 回抽出し、以下「硝酸イソソルビド」の純度試験 (3) を準用する。

崩壊試験 試験を行うとき、適合する。ただし、舌下投与を行う製剤にあっては、試験時間は 2 分間とし、補助盤は用いない。

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。硝酸イソソルビド (C₆H₈N₂O₈) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に硝酸カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、酢酸 (100) 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 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにサリチル酸試液 2.5 mL を正確に加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、水 10 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) 約 12 mL を加えてアルカリ性とし、水を加えて正確に 50 mL とする。これらの液につき、酢酸 (100) 2 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、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 412 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{硝酸イソソルビド (C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{硝酸カリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{20} \times 1.1678 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

硝酸銀

Silver Nitrate

AgNO₃: 169.87

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸銀 (AgNO₃) 99.8 % 以上を含む。

性状 本品は光沢のある無色又は白色の結晶である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) にやや溶

けやすく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に灰色～灰黒色になる。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 50) は銀塩及び硝酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状及び液性 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明で、中性である。

(2) ビスマス、銅及び鉛 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL にアンモニア試液 3 mL を加えるとき、液は無色澄明である。

乾燥減量 0.20 % 以下 (2 g, シリカゲル, 遮光, 4 時間)。

定量法 本品を粉末とした後、乾燥し、その約 0.7 g を精密に量り、水 50 mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、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)。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L チオシアン酸アンモニウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 16.987 \text{ mg AgNO}_3 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

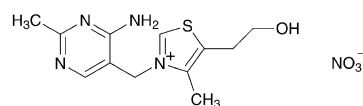
容器 気密容器。

硝酸チアミン

Thiamine Nitrate

チアミン硝化物

ビタミン B₁ 硝酸塩



C₁₂H₁₇N₅O₄S: 327.36

3-(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-ylmethyl)-5-(2-hydroxyethyl)-4-methylthiazolium nitrate [532-43-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸チアミン (C₁₂H₁₇N₅O₄S) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

本品は水にやや溶けにくく、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 193 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 500) 2 mL ずつに、ヨウ素試液 2 ~ 3 滴を加えるとき赤褐色の沈殿又は混濁を生じ、2, 4, 6-トリニトロフェノール試液 1 mL を加えるとき黄色の沈殿又は混濁を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1 → 500) 1 mL に酢酸鉛 (II) 試液 1 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 1 mL を加えて加温するとき、液は黄色を経て褐色に変わり、放置するとき、黒褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品の水溶液 (1 → 500) 5 mL に水酸化ナトリウム試液 2.5 mL 及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム試液

0.5 mL を加え、次に 2-メチル-1-プロパノール 5 mL を加え、2 分間激しく振り混ぜて放置し、紫外線（主波長 365 nm）を照射するとき、2-メチル-1-プロパノール層は青紫色の蛍光を発する。この蛍光は酸性にすると消え、アルカリ性に戻すと再び現れる。

(4) 本品の水溶液 (1 → 50) は硝酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 8.0 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.053 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.5 g に水 30 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて溶かし、これに水を加えて 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 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 30 mL を加え、加温して溶かし、冷後、6 mol/L 酢酸試液 12 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。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

乾燥減量 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥したもの及び塩酸チアミン標準品 (別途「塩酸チアミン」と同様の方法で水分を測定しておく) 約 0.1 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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チアミンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{硝酸チアミン (C}_{12}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_3\text{S) の量 (mg)} \\ &= \text{脱水物に換算した塩酸チアミン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 0.9706 \end{aligned}$$

内標準溶液 安息香酸メチルのメタノール溶液 (1 → 50)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ 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 ~ 30 °C の一定温度

移動相：1-オクタンスルホン酸ナトリウム 1.1 g を薄めた酢酸 (100) (1 → 100) 1000 mL に溶かす。この液 600 mL にメタノール/アセトニトリル混液 (3 : 2) 400 mL を加える。

流量：チアミンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、チアミン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法

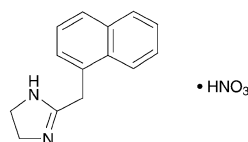
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器

硝酸ナファゾリン

Naphazoline Nitrate

ナファゾリン硝酸塩



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3 : 273.29$

2-(Naphthalen-1-ylmethyl)-4,5-dihydro-1H-imidazole mononitrate [5144-52-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、硝酸ナファゾリン ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 10 mL に臭素試液 5 mL を加えて煮沸するとき、液は濃紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 100) 20 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、ジエチルエーテル 25 mL ずつで 2 回抽出する。ジエチルエーテル抽出液を合わせ、空気を送りながら蒸発乾固する。残留物を 80 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 117 ~ 120 °C である。

(3) 本品の水溶液 (1 → 20) は硝酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 0.1 g を新たに煮沸して冷却した水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

融点 167 ~ 170 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 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)。

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 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (4 : 1) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 27.329 \text{ mg } \text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2 \cdot \text{HNO}_3$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器