

ぜた後、遠心分離して得た上澄液は中性である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g に希硝酸 30 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 5 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 0.40 mL を加える (0.284 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 1.0 g に希塩酸 15 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、水を加えて 250 mL とし、遠心分離する。上澄液 25 mL に希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.480 % 以下)。

(4) 硝酸塩 本品 0.10 g に水 5 mL を加え、更に硫酸 5 mL を注意して加え、よく振り混ぜて溶かし、冷後、硫酸鉄(II)試液 2 mL を層積するとき、その境界面に褐色の輪帯を生じない。

(5) 重金属 本品 2.0 g に希塩酸 10 mL を加え、加熱して溶かし、必要ならばろ過し、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は希塩酸 10 mL を蒸発乾固し、鉛標準液 2.0 mL、希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 0.8 g に希硫酸 10 mL を加え、よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し、冷後、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (5 ppm 以下)。

制酸力 本品約 0.2 g を精密に量り、共栓フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 ± 2 °C で 1 時間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 50 mL を正確に量り、過量の塩酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで、よくかき混ぜながら滴定する。本品 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 250 mL 以上である。

定量法 本品約 2 g を精密に量り、塩酸 15 mL を加え、水浴上で振り混ぜながら 30 分間加熱し、冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 30 mL を正確に加え、pH 4.8 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール (95) 55 mL を加え、0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 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 = 2.5490 mg Al₂O₃

貯法 容器 気密容器。

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき、酸化アルミニウム (Al₂O₃: 101.96) 47.0 % 以上を含む。

製法 本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり、散劑

の製法により製する。

確認試験 本品 0.2 g に希塩酸 20 mL を加え、加温した後、遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応を呈する。

制酸力 「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する。ただし、本品 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 235 mL 以上である。

定量法 「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する。

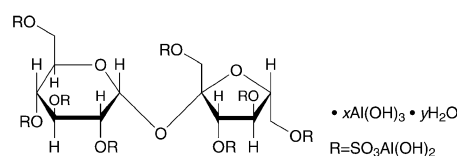
0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL = 2.5490 mg Al₂O₃

貯法 容器 気密容器。

スクラルファート

Sucralfate

シヨ糖硫酸エステルアルミニウム塩



C₁₂H₃₀Al₈O₅₁S₈ · xAl(OH)₃ · yH₂O

[54182-58-0]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アルミニウム (Al: 26.98) 17.0 ~ 21.0 % 及びシヨ糖オクタ硫酸エステル (C₁₂H₂₂O₃₈S₈: 982.80) として 34.0 ~ 43.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、熱湯、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。

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を小試験管にとり、ナトリウムの新しい切片 0.05 g を加え、注意しながら加熱融解し、直ちに水 100 mL の中に入れ、小試験管を割り、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL にペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液 1 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品 0.040 g を希硫酸 2 mL に溶かし、アントロン試液 2 mL を穏やかに加えて二層とすると、境界面は青色を呈し、徐々に青緑色に変わる。

(3) 本品 0.5 g を希塩酸 10 mL に溶かした液は、アルミニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を希硫酸 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を希硝酸 30 mL に溶かし、沸騰するまで穏やかに加熱する。冷後、水を加えて 100 mL とし、この液 10 mL に希硝酸 3 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 0.70 mL を加える (0.50 % 以下)。

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり、塩化ナトリウム溶液 (1 → 5) 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし、これに希酢酸 2 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。比較液は希塩酸 1 mL を水浴上で蒸発乾固し、これに塩化ナトリウム溶液 (1 → 5) 20 mL、希酢酸 2 mL、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により、試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 遊離アルミニウム 本品 3.0 g に水 50 mL を加え、水浴中で 5 分間加熱し、冷後、ろ過し、残留物を水 5 mL ずつで 4 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸 2 mL を加え、水浴中で 30 分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液を加えて中和し、水を加えて正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 50 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 25 mL を正確に加え、pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール (95) 50 mL を加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 3 mL)。ただし、滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色になるときとする。同様の方法で空試験を行う (0.2 % 以下)。

0.05 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 = 1.3491 mg Al

(6) 類縁物質 定量法 (2) ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液 50 μ L につき、定量法 (2) ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間が約 0.7 の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し、ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積を求めるとき、0.1 以下である。

検出感度: 定量法 (2) ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液 50 μ L から得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの 60 ~ 100 % になるように調整する。

乾燥減量 14.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

制酸力 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、200 mL の共栓三角フラスコに入れ、0.1 mol/L 塩酸 100 mL を正確に加え、密栓して 37 ± 2 °C で正確に 1 時間振り混ぜ (振とう速度 毎分 150 回, 振幅 20 mm) た後、5 分間水冷する。上澄液 10 mL を正確に量り、過量の酸を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で pH 3.5 になるまで滴定する。同様の方法で空試験を行う。本品 1 g につき、0.1 mol/L 塩酸の消費量は 130 mL 以上である。

定量法

(1) アルミニウム 本品約 1 g を精密に量り、希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液

25 mL を正確に加え、pH 4.5 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL を加えた後、5 分間煮沸し、冷後、エタノール (95) 50 mL を加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを 0.05 mol/L 酢酸亜鉛液で滴定する (指示薬: ジチゾン試液 3 mL)。ただし、滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色になるときとする。同様の方法で空試験を行う。

0.05 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
= 1.3491 mg Al

(2) ショ糖オクタ硫酸エステル 本品約 0.55 g を精密に量り、硫酸・水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え、激しく振り混ぜた後、30 °C 以下に保ちながら 5 分間超音波を照射して溶かす。次に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約 0.25 g を精密に量り、移動相を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し、直ちに試験を行う。試料溶液及び標準溶液 50 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

ショ糖オクタ硫酸エステル ($C_{12}H_{22}O_{36}S_8$) の量 (mg)
= 脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム
標準品の量 (mg) $\times \frac{A_T}{A_S} \times 0.7633$

操作条件

検出器: 示差屈折計

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 30 cm のステンレス管
に約 8 μ m の液体クロマトグラフ用アミノプロピル
シリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 室温

移動相: 硫酸アンモニウム適当量 (26 ~ 132 g) を水
1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH を 3.5 に
調整する。硫酸アンモニウムの量は、ショ糖オクタ硫酸
エステルカリウム標準品の希塩酸溶液 (1 → 100)
を 60 °C で 10 分間放置し、冷後、直ちに試験を行
うとき、ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する
相対保持時間約 0.7 の類縁物質のピークが、ほぼベ
ースラインに戻り、かつ、ショ糖オクタ硫酸エステ
ルのピークが最も速く溶出する量とする。

流量: ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が 6 ~ 11
分になるように調整する。

カラムの選定: ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準
品の希塩酸溶液 (1 → 100) を 60 °C で 10 分間放
置し、冷後、直ちにこの液 50 μ L につき、上記の条
件で操作するとき、ショ糖オクタ硫酸エステルに対す
る相対保持時間約 0.7 の類縁物質の分離度が 1.5 以
上のものを用いる。

試験の再現性: 上記の条件で標準溶液につき、試験を 6
回繰り返すとき、ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク
面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。