

置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 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又はトラザミド標準品について同様に操作して得られた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又は乾燥したトラザミド標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

#### 純度試験

(1) 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)。

(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) 類縁物質 本品 0.20 g をアセトンに溶かし、正確に 10 mL とし、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 200 mL とし、標準溶液 (1) とする。別に *p*-トルエンスルホンアミド 0.020 g をアセトンに溶かし、正確に 200 mL とし、標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 10  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/シクロヘキサン/薄めたアンモニア水 (28) (10 → 11) 混液 (200 : 100 : 60 : 23) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これを 110 °C で 10 分間加熱し、直ちに塩素に 2 分間さらした後、薄層板の原線より下の部分にヨウ化カリウムデンプン試液 1 滴を滴加したとき極めて薄い青色を呈するまで冷風を当てる。これにヨウ化カリウムデンプン試液を均等に噴霧するとき、標準溶液 (2) から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液の主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。

(4) *N*-アミノヘキサメチレンイミン 本品 0.50 g にアセトン 2.0 mL を加え、密栓して 15 分間激しく振り混ぜた後、pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、ろ過する。ろ液に三ナトリウム五シアノアミン鉄 (II) 試液 1.0 mL を加えて振り混ぜ、30 分以内に現れる液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：*N*-アミノヘキサメチレンイミン 0.125 g をアセトンに溶かし、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 100 mL とする。この液 2.0 mL をとり、pH 5.4 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 8.0 mL を加えて振り混ぜ、以下同様に操作する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びトラザミド標準品を乾燥し、その約 0.03

g ずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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トラザミドのピーク面積の比  $Q_r$  及び  $Q_s$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{トラザミド (C}_4\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_5\text{S) の量 (mg)} \\ & = \text{トラザミド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \end{aligned}$$

内標準溶液 トルブタミドのエタノール不含クロロホルム溶液 (3 → 2000)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用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：ヘキサン/水飽和ヘキサン/テトラヒドロフラン/エタノール (95) /酢酸 (100) 混液 (475 : 475 : 20 : 15 : 9)

流量：トラザミドの保持時間が約 12 分になるように調整する。

#### システム適合性

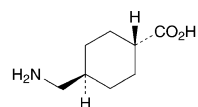
システムの性能：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トラザミドの順に溶出し、その分離度は 5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するトラザミドのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密閉容器。

## トラネキサム酸

Tranexamic Acid



C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>2</sub> : 157.21

*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexanecarboxylic acid  
[1197-18-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、トラネキサム酸 (C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>2</sub>) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は水又は酢酸 (100) に溶けやすく、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、3 分間加熱するとき、液は濃紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に *p*-トルエンスルホン酸—水和物溶液 (1 → 10) 5 mL を加え、振り混ぜて 30 分間放置するとき、沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水 10 mL ずつで 2 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 262 ~ 267 °C (分解) である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 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 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g を水 30 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸 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 (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は無色である。

(6) シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸 本品 0.10 g を水酸化ナトリウム試液 2.5 mL に溶かし、氷水中で冷却し、振り混ぜながら無水酢酸 0.18 mL を 5 分間で滴加する。次に氷水中で 30 分間放置した後、1 mol/L 塩酸試液 2.5 mL を加え、40 ~ 50 °C の水浴中で 15 ~ 20 分間減圧で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加え、更に塩化チオニル 0.10 mL を器壁に沿って静かに加えた後、80 ~ 90 °C の水浴中で 20 分間還流冷却器を付けて加熱する。冷後、振り混ぜながら粉末とした無水炭酸ナトリウム約 0.2 g を徐々に加えて中和した後、40 ~ 50 °C の水浴中、減圧で蒸発乾固する。残留物にアセトン 8 mL を加え、よくかき混ぜた後、ガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、更にアセトン 8 mL ずつを用いて 2 回この操作を繰り返す。ろ液を合わせ、40 ~ 50 °C の水浴中、減圧で蒸発乾固する。残留物をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 12 時間乾燥した後、メタノール 1.0 mL に溶かし、この液に内標準溶液 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。試料溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行うとき、内標準物質のピーク高さに対するシス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸のピーク高さの比は 0.8 以下である。

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液

(1 → 1000)

#### 操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m の管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 2.5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：215 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する。このとき、シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸及びトラネキサム酸の保持時間は、それぞれ約 11 分及び約 14 分である。

カラムの選定：試料溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸、トラネキサム酸の順に流出し、内標準物質とトラネキサム酸の分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 μL から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ~ 60 % になるように調整する。

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)。

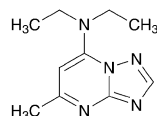
定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色になるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 15.721 mg C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>

貯法 容器 密閉容器。

## トラピジル

Trapidil



C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub> : 205.26

7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-*a*]pyrimidine  
[15421-84-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、トラピジル (C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N<sub>5</sub>) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95)、無水酢酸又は酢酸 (100) に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 50) 5 mL にドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、液はだいたい色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 125000) 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。

吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (307 nm) : 860 ~ 892 (乾燥後, 0.02 g, 水, 2500 mL)。

融点 101 ~ 105 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 2.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液に