

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、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。

本品は希塩酸又は希硝酸に溶ける。

#### 確認試験

(1) 本品 0.01 g に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.02 g を混ぜ、希エタノール 2 mL を加えて水浴中で 5 分間加熱し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は暗赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を希塩酸 5 mL に溶かし、ライネック塩試液 5 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品の 1 mol/L 塩酸試液溶液(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。

(4) 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 181 ~ 185 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過し、ろ液 25 mL に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.60 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(3) 塩化物 本品 0.6 g を希硝酸 15 mL に溶かし、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 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL に希硝酸 15 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.024 % 以下)。

(4) 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)。

(5) 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)。

(6) 類縁物質 本品 0.20 g をクロロホルム 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 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 μL 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。次にジクロロメタン/エタノール(95)/アセトニトリル/酢酸エチル混液(5:3:1:1)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 1.0 % 以下(1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 1.5 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 40 mL を正確に加え、二酸化

炭素吸収管(ソーダ石灰)を付けた還流冷却器を用いて 10 分間穏やかに煮沸する。冷後、直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.25 mol/L 硫酸で滴定する(指示薬:フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL

= 80.08 mg C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>

貯法 容器 気密容器。

## ニコモール錠

Nicomol Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するニコモール(C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>: 640.64)を含む。

製法 本品は「ニコモール」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「ニコモール」0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「ニコモール」の確認試験(1)及び(2)を準用する。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に崩壊試験法の第 1 液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 75 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、第 1 液を加えて正確に 25 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコモールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、第 1 液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、第 1 液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品の 60 分間の溶出率が 75 % 以上のときは適合とする。

ニコモール(C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 225$$

W<sub>s</sub>: 定量用ニコモールの量(mg)

C: 1 錠中のニコモール(C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>)の表示量(mg)

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。ニコモール(C<sub>34</sub>H<sub>32</sub>N<sub>4</sub>O<sub>9</sub>)約 1 g に対応する量を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 100 mL を加え、よく振り混ぜ、水を加えて正確に 500 mL とし、ろ過する。初めのろ液 50 mL を除き、次のろ液 2 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 50 mL 及び水を加えて正確に 250 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ニコモールを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、1 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 20 mL 及び水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ニコモール (C}_{34}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{O}_9) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{定量用ニコモールの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{25}{2} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

## 二酸化炭素

Carbon Dioxide

炭酸ガス

CO<sub>2</sub> : 44.01

本品は定量するとき、二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) 99.5 vol% 以上を含む。

性状 本品は室温、大気圧下においては無色のガスで、においはない。

本品 1 mL は水 1 mL に溶け、微酸性である。

本品 1000 mL は温度 0°C、気圧 101.3 kPa で約 1.978 g である。

### 確認試験

- (1) 本品に燃えている木片を入れるとき、直ちに消える。
- (2) 本品を水酸化カルシウム試液中に通じるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿を分取し、酢酸 (31) を加えるとき、泡立って溶ける。

純度試験 本品の採取量はその容器を試験前 6 時間、18 ~ 22°C に保った後、20°C で気圧 101.3 kPa の容量に換算したものとする。

- (1) 酸 新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ、口径約 1 mm のガス導入管の先端を管底から 2 mm に位置し、本品 1000 mL を 15 分間で通じた後、メチルオレンジ試液 0.10 mL を加えるとき、液の赤色は次の比較液より濃くない。

比較液：新たに煮沸して冷却した水 50 mL をネスラー管に入れ、メチルオレンジ試液 0.10 mL 及び 0.01 mol/L 塩酸 1.0 mL を加える。

- (2) リン化水素、硫化水素及び有機還元性物質 2 本のネスラー管 A 及び B にそれぞれ硝酸銀・アンモニア試液 25 mL 及びアンモニア試液 3 mL を加え、A 液及び B 液とする。A 液に本品 1000 mL を (1) と同様の方法で通じるとき、A 液の混濁又は着色は B 液のものと同じである。
- (3) 一酸化炭素 本品 5.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取する。このものにつき、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、一酸化炭素の流出位置にピークを認めない。

### 操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500 μm のガスクロマトグラフ用ゼオライト (孔径 0.5 nm) を充てんする。

カラム温度：50°C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：一酸化炭素の保持時間が約 20 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に一酸化炭素 0.1 mL 及び空気 0.1 mL を採取し、キャリアーガスを加えて 100 mL とし、よく混合する。その 5.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、酸素、窒素、一酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：カラムの選定に用いた混合ガス 5.0 mL から得た一酸化炭素のピーク高さが約 10 cm になるように調整する。

- (4) 酸素及び窒素 本品 1.0 mL を、減圧弁を取り付けた耐圧金属製密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて、ガスクロマトグラフ用ガス計量管又はシリンジ中に採取し、このものにつき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、空気のピーク面積  $A_T$  を求める。別に混合ガス調製器に窒素 0.50 mL を採取し、キャリアーガスを加えて全量を正確に 100 mL とし、よく混合して標準混合ガスとする。その 1.0 mL につき、本品と同様に操作し、窒素のピーク面積  $A_S$  を求めるとき、 $A_T$  は  $A_S$  より大きくない。また、そのほかにピークを認めない。

### 操作条件

検出器：熱伝導度型検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 3 m の管に 300 ~ 500 μm のガスクロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：50°C 付近の一定温度

キャリアーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約 2 分になるように調整する。

カラムの選定：混合ガス調製器に窒素 0.5 mL を採取し、本品を加えて 100 mL とし、よく混合する。その 1.0 mL につき、上記の条件で操作するとき、窒素、二酸化炭素の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

検出感度：標準混合ガス 1.0 mL から得た窒素のピーク高さがフルスケールの約 50 % になるように調整する。

定量法 本品の採取には純度試験を準用する。適当な容量のガスピペットに水酸化カリウム溶液 (1 → 2) 125 mL を入れる。次に本品約 100 mL を水を満たした約 100 mL のガスビュレット中に精密に量り、これをガスピペットに移し、5 分間振り混ぜる。吸収されずに残るガスを時々ガスビュレットに戻し、その容量を量りながらこの操作を繰り返す。吸収されずに残るガスの容量が恒量になったとき、その容量を量り、 $V$  (mL) とする。 $V$  の採取量を 20°C で、気圧 101.3 kPa の容量に換算する。

### 二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) の量 (mL)

$$= \text{試料の採取量換算値 (mL)} - V \text{ の換算値 (mL)}$$

### 貯法

保存条件 40°C 以下で保存する。

容器 耐圧金属製密封容器。