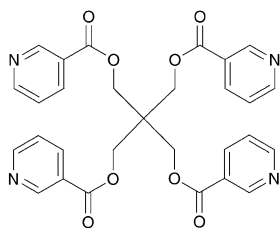


## ニセリトロール

Niceritrol

C<sub>28</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub> : 556.52

Tetrakis(hydroxymethyl)methane tetranicotinate

[5868-05-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、ニセリトロール (C<sub>28</sub>H<sub>24</sub>N<sub>4</sub>O<sub>8</sub>) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はクロロホルムに溶けやすく、*N,N*-ジメチルホルムアミドにやや溶けやすく、エタノール (95) に極めて溶けにくく、水又は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 0.1 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。

(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 162 ~ 165 °C

## 純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 70 °C で 20 分間加温する。冷後、ろ過し、ろ液 25 mL をとり、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 1.0 mL を加える (0.036 % 以下)。

(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)。

(3) 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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を用いる (2 ppm 以下)。

(4) ピリジン 本品 0.5 g を、ジメチルホルムアミドに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にピリジン約 0.1 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とする。この液 0.5 mL を正確に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 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。それぞれの液のピリジンのピーク面積を測定するとき、試料溶液のピリジンのピーク面積は標準溶液のピリジンのピーク面積より大きくない。

## 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm, 長さ 3 m のガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を酸処理及びシラン処理した 150 ~ 180 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：160 °C 付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：ピリジンの保持時間が約 2 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 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピリジンのピークの理論段数は 1500 段以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ピリジンのピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

(5) 遊離酸 本品約 1 g を精密に量り、分液漏斗に入れ、クロロホルム 20 mL に溶かし、水 20 mL, 次に 10 mL でよく振り混ぜて抽出する。全抽出液を合わせ、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (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い、補正する。次の式によって計算するとき、ニコチン酸 (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub> : 123.11) に換算した遊離酸の量は 0.1 % 以下である。

$$0.01 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 1.2311 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$$

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 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。次にクロロホルム/エタノール (95) 混液 (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 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

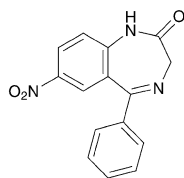
定量法 本品を乾燥し、その約 1 g を精密に量り、0.5 mol/L 水酸化ナトリウム液 25 mL を正確に加え、二酸化炭素吸収管 (ソーダ石灰) を付けた還流冷却器を付け、20 分間穏やかに煮沸する。冷後、直ちに過量の水酸化ナトリウムを 0.5 mol/L 塩酸で滴定する (指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.5 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 69.57 \text{ mg C}_{28}\text{H}_{24}\text{N}_4\text{O}_8$$

貯法 容器 密閉容器

## ニトラゼパム

Nitrazepam



$C_{15}H_{11}N_3O_3$  : 281.27

1,3-Dihydro-7-nitro-5-phenyl-2H-1,4-benzodiazepin-2-one  
[146-22-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、ニトラゼパム  
( $C_{15}H_{11}N_3O_3$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、アセトン又はクロロホルムにやや溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又はエタノール (99.5) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 227 °C (分解)。

### 確認試験

- (1) 本品のメタノール溶液 (1 → 500) 3 mL に水酸化ナトリウム試液 0.1 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。
- (2) 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、ろ過する。ろ液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。
- (3) (2) のろ液 0.5 mL に水酸化ナトリウム試液を加えて中和し、ニンヒドリン試液 2 mL を加えて水浴上で加熱するとき、液は紫色を呈する。
- (4) 本品のエタノール (99.5) 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。

### 純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g をアセトン 20 mL に溶かすとき、液は微黄色～淡黄色澄明である。
- (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)。
- (3) 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)。
- (4) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) 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/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 20 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール/クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 50 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  $\mu$ 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。次にニトロメタン/酢酸エチル混液 (17 : 3) 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 (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 0.4 g を精密に量り、酢酸 (100) 40 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 = 28.127 mg  $C_{15}H_{11}N_3O_3$

### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器

## ニトログリセリン錠

Nitroglycerin Tablets

本品は定量するとき、表示量の 80 ~ 120 % に対応するニトログリセリン ( $C_3H_5N_3O_9$  : 227.09) を含む。

製法 本品はニトログリセリンをとり、錠剤の製法により製する。

### 確認試験

- (1) 本品を粉末とし、表示量に従いニトログリセリン ( $C_3H_5N_3O_9$ ) 6 mg に対応する量を取り、ジエチルエーテル 12 mL を加え、よく振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 5 mL をとり、ジエチルエーテルを蒸発させ、残留物を硫酸 1 ~ 2 滴に溶かし、ジフェニルアミン試液 1 滴を加えるとき、液は濃青色を呈する。
- (2) (1) の試料溶液 5 mL をとり、ジエチルエーテルを蒸発させ、残留物に水酸化ナトリウム試液 5 滴を加え、小さい炎の上で加熱し、約 0.1 mL に濃縮する。冷後、残留物に硫酸水素カリウム 0.02 g を加えて加熱するとき、アクロレインのにおいを発する。

純度試験 遊離硝酸イオン 本品を粉末とし、表示量に従いニトログリセリン ( $C_3H_5N_3O_9$ ) 0.020 g に対応する量を精密に分液漏斗にとり、イソプロピルエーテル 40 mL 及び水 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、水層を分取する。この液にイソプロピルエーテル 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜた後、水層を分取してろ過し、試料溶液とする。別に硝酸標準液 10 mL を分液漏斗にとり、水 30 mL 及び試料溶液の調製に用いた初めのイソプロピルエーテル層 40 mL を加えて 10 分間振り混ぜ、以下試料溶液の調製と同様に操作して得た液を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつをそれぞれ別のネスラー管にとり、水 30 mL 及びグリース・ロメン硝酸試薬 0.06 g を加えてよく振り混ぜ、30 分間放置し、ネスラー管の側面から観察するとき、試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない。

含量均一性試験 本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり、1 mL 中にニトログリセリン ( $C_3H_5N_3O_9$ ) 約 30  $\mu$ g を含む液となるように酢酸 (100) V mL を正確に加え、1 時間激しく振り混ぜ、錠剤を崩壊させた後、遠心分離し、上澄液を試料溶