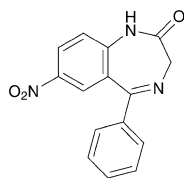


貯法 容器 密閉容器

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 μ 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 μ 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

液とする。もし、この方法で錠剤が崩壊しないときは、本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり、酢酸 (100) 0.05 mL を加えて潤し、ガラス棒ですりつぶした後、ガラス棒を洗いながら 1 mL 中にニトログリセリン ($C_3H_5N_3O_9$) 約 30 μ g を含む液となるように酢酸 (100) を加えて正確に V mL とし、1 時間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄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 5 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 mL を加えて振り混ぜ、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 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ニトログリセリン (C}_3\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_9\text{) の量 (mg)} \\ = \text{硝酸カリウムの量 (mg)} \times 0.7487 \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{2000}$$

試料 10 個の個々の含量から平均含量を計算するとき、その値と個々の含量との偏差 (%) が 25 % 以下のときは適合とする。また、偏差が 25 % を超え、30 % 以下のものが 1 個のときは、更に試料 20 個について試験を行う。2 回の試験の合計 30 個の平均含量と個々の含量との偏差 (%) を計算するとき、25 % を超え 30 % 以下のものが 1 個以下で、かつ 30 % を超えるものがないときは適合とする。

崩壊試験 試験を行うとき、適合する。ただし、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、軽く圧して崩壊させる。ニトログリセリン ($C_3H_5N_3O_9$) 約 3.5 mg に対応する量を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を正確に加え、1 時間振り混ぜた後、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 mL を加えて振り混ぜ、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 410 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\text{ニトログリセリン (C}_3\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_9\text{) の量 (mg)} \\ = \text{硝酸カリウムの量 (mg)} \times 0.7487 \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{20}$$

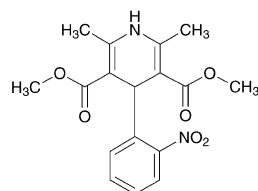
貯法

保存条件 遮光して、20 °C 以下で保存する。

容器 気密容器。

ニフェジピン

Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$: 346.33

Dimethyl 1,4-dihydro-2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-pyridine-3,5-dicarboxylate [21829-25-4]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、塩酸 5 mL 及び亜鉛粉末 2 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液につき、芳香族第一アミンの定性反応を行うとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (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。

(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 172 ~ 175 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をアセトン 5 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.5 g に希酢酸 12 mL 及び水 13 mL を加え、沸騰するまで加熱する。冷後、ろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 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 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 4 mL をとり、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 0.45 mL を加える (0.054 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。