

ロベネムのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

ファロベネム ( $C_{12}H_{15}NO_5S$ ) の量 [ $\mu\text{g}$  (力価)]  
 = ファロベネムナトリウム標準品の量 [mg (力価)]

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

内標準溶液  $m$ -ヒドロキシアセトフェノン 0.5 g をアセトニトリル 20 mL に溶かし、水を加えて 200 mL とする。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：305 nm)

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 4.8 g、リン酸水素ナトリウム十二水和物 5.4 g 及び臭化テトラ  $n$ -ブチルアンモニウム 1.0 g を水に溶かして 1000 mL とする。この液 870 mL にアセトニトリル 130 mL を加える。

流量：ファロベネムの保持時間が約 11 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 20  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ファロベネムの順に溶出し、その分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20  $\mu\text{L}$  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ファロベネムのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

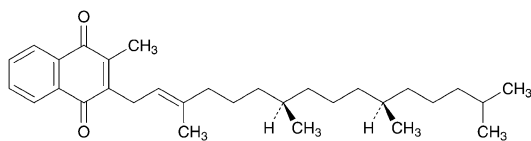
貯法 容器 気密容器。

## フィトナジオン

Phytonadione

ビタミン K<sub>1</sub>

フィトメナジオン



$C_{31}H_{46}O_2$  : 450.70

2-Methyl-3-[(2E, 7R, 11R)-3, 7, 11, 15-tetramethylhexadec-2-en-1-yl]-1, 4-naphthoquinone [84-80-0]

本品は定量するとき、フィトナジオン ( $C_{31}H_{46}O_2$ ) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄色~だいたい黄色の澄明な粘性の液で、においはない。

本品はジエチルエーテル又はイソオクタンと混和する。

本品はメタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に分解し、着色が強くなる。

比重： $d_{20}^{20}$  : 約 0.967

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、水酸化カリウムのエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 1 mL を加えるとき、液は青色を呈し、放置するとき、紫色を経て褐色に変わる。

(2) 本品 0.05 g をメタノール/ジエチルエーテル混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、これに用時亜ジチオン酸ナトリウム 0.75 g を温湯 2 mL に加えて溶かした溶液を加え、激しく振り混ぜるとき、液の黄色は直ちに消える。

(3) 本品のイソオクタン溶液 (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 1 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。また、本品のイソオクタン溶液 (1 → 10000) 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 2 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。

屈折率  $n_D^{20}$  : 1.525 ~ 1.529

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をイソオクタン 10 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、弱く加熱して炭化する。冷後、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 を加え、エタノールに点火して熱焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、以下第 4 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) メナジオン 本品 0.020 g を水/エタノール (95) 混液 (1 : 1) 0.5 mL に溶かし、3-メチル-1-フェニル-5-ピラゾロンのエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 1 滴及びアンモニア水 (28) 1 滴を加え、2 時間放置するとき、液は青紫色を呈しない。

定量法 本操作はできるだけ光を避けて速やかに行う。本品約 0.1 g を精密に量り、イソオクタンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、イソオクタンを加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 10 mL を正確に量り、イソオクタンを加えて正確に 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、スリット幅 0.5 nm で波長 248.5 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する。

$$\text{フィトナジオン } (C_{31}H_{46}O_2) \text{ の量 (mg)} = \frac{A}{422} \times 100000$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。