

## 定量法

(1) ナトリウム 本品の換算した脱水物約 1 g を精密に共栓ガラス容器に量り、3 mol/L 塩酸試液 50 mL を正確に加えて、60 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にナトリウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にナトリウム (Na: 22.99) 1 ~ 3  $\mu\text{g}$  を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液中のナトリウム含量を求める。

使用ガス:

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ: ナトリウム中空陰極ランプ

波長: 589.0 nm

(2) カリウム交換容量 本品の換算した脱水物約 1.5 g を精密に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液 100 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にカリウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にカリウム (K: 39.10) 1 ~ 5  $\mu\text{g}$  を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量  $Y$  (mg) を求める。次の式によって本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム交換量を計算するとき、0.110 ~ 0.135 g である。

本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム(K)交換量(mg)

$$= \frac{X - 100Y}{W}$$

$X$ : 交換前のカリウム標準原液 100 mL 中のカリウム量 (mg)

$W$ : 脱水物に換算した本品の採取量 (g)

使用ガス:

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ: カリウム中空陰極ランプ

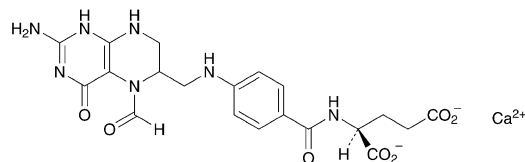
波長: 766.5 nm

貯法 容器 気密容器。

## ホリナートカルシウム

Calcium Folate

ロイコポリンカルシウム



$\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{CaN}_7\text{O}_7$ : 511.50

Monocalcium *N*-{4-[(2-amino-5-formyl-1,4,5,6,7,8-hexahydro-4-oxopteridin-6-yl)methylamino]benzoyl}-L-glutamate [1492-18-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ホリナートカルシウム ( $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{CaN}_7\text{O}_7$ ) 95.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色～黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100) に溶けやすく、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。

本品は光によって徐々に変化する。

## 確認試験

(1) 本品の水溶液 (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ホリナートカルシウム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。

(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又は乾燥したホリナートカルシウム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。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) はカルシウム塩の定性反応 (2), (3) 及び (4) を呈する。

## 純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は黄色澄明である。

(2) 重金属 本品 0.40 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 (50 ppm 以下)。

水分 本品約 0.2 g を乾燥した滴定フラスコに精密に量り、酢酸 (100) 25 mL に溶かす。次に水・メタノール標準液 10.0 mL を加え、水分測定用試液で終点まで滴定し、試験を行うとき、水分は 17.0 % 以下である。同様の方法で空試験を行い、補正する。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品約 0.0175 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20  $\mu\text{L}$  ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のホリナートのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を求める。

ホリナートカルシウム (C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>CaN<sub>7</sub>O<sub>7</sub>) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品の量 (mg)} \\ \times \frac{A_T}{A_S}$$

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約 4 mm，長さ約 25 cm のステンレス管  
に 5 ~ 10 μm 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：室温

移動相：水 860 mL にアセトニトリル 100 mL，テトラブチルアンモニウムヒドロキシド・メタノール試液 15 mL を加えた後，2 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液を加えて pH を 7.5 に調整し，更に水を加えて，1000 mL とする。

流量：ホリナートの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：葉酸 0.0175 g を移動相 100 mL に溶かす。この液 5 mL に標準溶液 20 mL を加えた液 20 μL につき，上記の条件で操作するとき，ホリナート，葉酸の順に溶出し，その分離度が 3.6 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を 6 回繰り返すとき，ホリナートのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

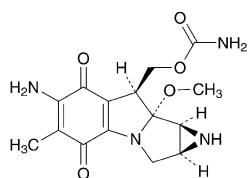
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## マイトマイシン C

Mitomycin C



C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub> : 334.33

(1a*S*, 8*S*, 8a*R*, 8b*S*)-6-Amino-4, 7-dioxo-1, 1a, 2, 8, 8a, 8b-hexahydro-8a-methoxy-5-methylazirino[2', 3': 3, 4]pyrrolo-[1, 2-*a*]indol-8-ylmethyl carbamate [50-07-7]

本品は日本抗生物質医薬品基準のマイトマイシン C の条に適合する。

性状 本品は青紫色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水又はエタノール (95) に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

## マーキュロクロム

Mercurochrome

メルプロミン

本品はフルオレセインを臭素化及び水銀化した色素混合物のナトリウム塩であり，乾燥したものを定量するとき，臭素 (Br : 79.90) 18.0 ~ 22.4 % 及び水銀 (Hg : 200.59) 22.4 ~ 26.7 % を含む。

性状 本品は青緑色～帯緑赤褐色の小葉片又は粒で，においはない。

本品は水に溶けやすいが，わずかに不溶分を残すことがあり，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。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2000) は赤色を呈し，黄緑色の蛍光を発する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 250) 5 mL に希硫酸 3 滴を加えるとき，赤みのだいたい色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.1 g を試験管にとり，ヨウ素の薄片を加えて加熱するとき，管壁上部に赤色の結晶を生じる。黄色の結晶を生じるときは，これをガラス棒でこするとき，赤色に変わる。

(4) 本品 0.1 g を磁製するつぼにとり，水酸化ナトリウム溶液 (1 → 6) 1 mL を加え，かき混ぜながら蒸発乾固した後，強熱する。残留物を水 5 mL に溶かし，塩酸を加えて酸性とし，塩素試液 3 滴及びクロロホルム 2 mL を加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄褐色を呈する。

#### 純度試験

(1) 色素 本品 0.40 g に水を加えて 20 mL とし，希硫酸 3 mL を加え，ろ過するとき，液の色は色の比較液 C より濃くない。

(2) 可溶性ハロゲン化物 本品 5.0 g を水 80 mL に溶かし，希硝酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし，振り混ぜた後，ろ過する。ろ液 40 mL をネスラー管にとり，希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えてよく振り混ぜ，直射日光を避け，5 分間放置するとき，混濁を生じないか，又は生じることがあっても次の比較液の呈する混濁より濃くない。

比較液：0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とし，硝酸銀試液 1 mL を加えて同様に操作する。

(3) 可溶性水銀塩 (1) のろ液 5 mL に水 5 mL を加えて試料溶液とする。別に塩化水銀 (II) 0.040 g を正確に量り，水に溶かし 1000 mL とした液 20 mL に希硫酸 3 mL を加える。この液 5 mL に水 5 mL を加え，比較液とする。両液に硫化ナトリウム試液 1 滴を加え，比較するとき，試料溶液の色は比較液より濃くない。

(4) 不溶性水銀化合物 本品 2.5 g を水 50 mL に溶かし，24 時間放置した後，遠心分離し，沈殿を洗液が無色となるまで少量の水で洗い，共栓フラスコに移し，正確に 0.05 mol/L ヨウ素液 5 mL を加え，しばしば振り混ぜて 1 時間放置した後，0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液 4.3 mL を振り混ぜながら滴加し，更にデンプン試液 1 mL を加えるとき，液の色は青色である。