

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g に水 40 mL 及び希酢酸 2 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を 100 mL の分解フラスコに入れ、硝酸 5 mL 及び硫酸 2 mL を加え、フラスコの口に小漏斗をのせ、白煙が発生するまで注意して加熱する。冷後、硝酸 2 mL ずつを 2 回加えて加熱し、更に過酸化水素 (30) 2 mL ずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム飽和溶液 2 mL を加え、再び白煙が発生するまで加熱する。冷後、水を加えて 5 mL とし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。風乾後直ちに 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 \rightarrow 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、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 0.30 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

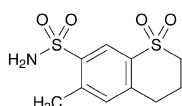
定量法 本品を乾燥し、その約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 14.921 mg C₅H₁₁NO₂S

貯法 容器 気密容器。

メチクラン

Meticrane



C₁₀H₁₃NO₄S₂ : 275.35

6-Methylthiochroman-7-sulfonamide 1,1-dioxide
[1084-65-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、メチクラン (C₁₀H₁₃NO₄S₂) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、アセトニトリル又はメタノールに溶けにくく、エタノール (95) に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点 : 約 234 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (3 \rightarrow 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数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) アンモニウム 本品 0.10 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 3.0 mL を用いる (0.03 % 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 (2 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.05 g をアセトニトリル 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のメチクラン以外のピークの合計面積は、標準溶液のメチクランのピーク面積より大きくない。

操作条件 1

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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 : 水/アセトニトリル混液 (17 : 3)

流量 : メチクランの保持時間が約 7 分になるように調整する。

カラムの選定 : 本品及びカフェイン 0.01 g ずつをアセトニトリルに溶かし、100 mL とする。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、カフェイン、本品の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

検出感度 : 標準溶液 2 μ L から得たメチクランのピーク高さがフルスケールの 20 ~ 50 % になるように調整する。

面積測定範囲 : 溶媒のピークの後ろからメチクランの保持時間の約 4 倍の範囲

操作条件 2

検出器, カラム, カラム温度 : 操作条件 1 を準用する。

移動相 : 水/アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：メチ克蘭の保持時間が約2分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸メチル 0.02 g ずつをアセトニトリルに溶かし、100 mL とする。この液 2 μ L につき、上記の条件で操作するとき、本品、パラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

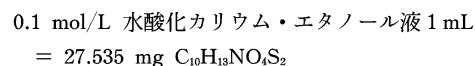
検出感度：標準溶液 2 μ L から得たメチ克蘭のピーク高さがフルスケールの 20 ~ 50 % になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後ろからメチ克蘭の保持時間の約 10 倍の範囲

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)。

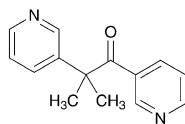
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 50 mL に溶かし、水 5 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化カリウム・エタノール液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。



貯法 容器 密閉容器。

メチラポン

Metyrapone



$\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}$: 226.27

2-Methyl-1,2-di(pyridin-3-yl)propan-1-one [54-36-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、メチラポン ($\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異なにおいがあり、味は苦い。

本品はメタノール、エタノール (95)、無水酢酸、クロロホルム、ジエチルエーテル又はニトロベンゼンに極めて溶けやすく、水にやや溶けにくい。

本品は 0.5 mol/L 硫酸試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を混ぜ、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、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) 本品の 0.5 mol/L 硫酸試液溶液 (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。

融点 50 ~ 54 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をメタノール 5 mL に溶かすとき、

液は無色～微黄色澄明である。

(2) 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)。

(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 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 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 2 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。次にクロロホルム/メタノール混液 (15 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を温風で約 15 分間乾燥する。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, 減圧, シリカゲル, 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、ニトロベンゼン 10 mL 及び無水酢酸 40 mL を加えて溶かし、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。



貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。