

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：pH 6.0 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液/アセトニトリル混液 (89 : 11)

流量：メトトレキサートの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び葉酸 0.010 g ずつを移動相 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき，上記の条件で操作するとき，葉酸，メトトレキサートの順に溶出し，その分離度が 8 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，メトトレキサートのピーク面積の相対標準偏差は 2.5 % 以下である。

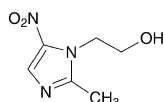
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

メトロニダゾール

Metronidazole



$\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$: 171.15

2-(2-Methyl-5-nitro-1H-imidazol-1-yl)ethanol [443-48-1]

本品を乾燥したものは定量するとき，メトロニダゾール ($\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味はわずかに苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく，エタノール (95) 又はアセトンにやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品は希塩酸に溶ける。

本品は光によって変化する。

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) 本品につき，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。

融点 159 ~ 163 °C

純度試験

(1) 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)。

(2) 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)。

(3) 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 本品 0.10 g をアセトンに溶かし，正確に 10 mL とし，試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用 2-メチル-5-ニトロイミダゾール 0.020 g をアセトンに溶かし，正確に 20 mL とする。この液 5 mL を正確に量り，アセトンを加えて正確に 100 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 20 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。直ちにアセトン/水/酢酸エチル混液 (8 : 1 : 1) を展開溶媒として約 15 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，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，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，酢酸 (100) 30 mL に溶かし，0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL)。ただし，滴定の終点は液のだいたい黄色が緑色に変わるときとする。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 = 17.115 mg $\text{C}_6\text{H}_9\text{N}_3\text{O}_3$

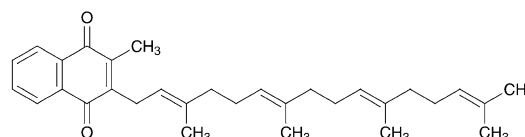
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

メナテトレノン

Menatetrenone



$\text{C}_{31}\text{H}_{40}\text{O}_2$: 444.65

2-Methyl-3-[(2E, 6E, 10E)-3, 7, 11, 15-tetramethylhexadeca-2, 6, 10, 14-tetraen-1-yl]-1, 4-naphthoquinone [863-61-6]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，メナテトレノン ($\text{C}_{31}\text{H}_{40}\text{O}_2$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は黄色の結晶，結晶性の粉末，ろうようの塊又は油状である。

本品はヘキサンに極めて溶けやすく，エタノール (99.5) にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない。

本品は光によって分解し，着色が強くなる。

融点：約 37 °C

確認試験

(1) 本品 0.1 g にエタノール (99.5) 5 mL を加え，加温して溶かし，冷後，水酸化カリウムのエタノール (95) 溶