

乾燥減量 4.0 % 以下 (0.2 g, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品約 0.025 g を精密に量り、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 100) 10 mL 及び新たに製した亜硫酸水素ナトリウム溶液 (1 → 100) 1 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により検液を調製する。装置の A の上部に少量の水を入れ、注意して C をとり、水 40 mL で C, B 及び A の内壁を洗い込む。この液に臭素・酢酸試液 1 mL を加え、栓 C を施し、1 分間激しく振り混ぜる。水 40 mL で C, B 及び A の内壁を洗い込み、ギ酸 0.5 mL を加え再び栓 C を施し、1 分間激しく振り混ぜ、水 40 mL で C, B 及び A の内壁を洗い込む。A に窒素をじゅうぶんに吹き込み、酸素と過量の臭素を追いだし、ヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし、直ちに希硫酸 3 mL を加えて振り混ぜ、2 分間放置した後、0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.02 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 0.7477 \text{ mg } \text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{I}_3\text{NNaO}_4$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

リオチロニンナトリウム錠

Liothyronine Sodium Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するリオチロニンナトリウム ($\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{I}_3\text{NNaO}_4$; 672.96) を含む。

製法 本品は「リオチロニンナトリウム」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「リオチロニンナトリウム」0.1 mg に対応する量を取り、共栓遠心沈殿管に入れ、希水酸化ナトリウム試液 30 mL を加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離する。その上澄液を分液漏斗に入れ、希塩酸 10 mL を加え、酢酸エチル 20 mL ずつで 2 回抽出する。各抽出液は順次、漏斗上に無水硫酸ナトリウム 8 g をのせた脱脂綿を用いてろ過する。ろ液を水浴上で窒素を送風しながら蒸発乾固し、残留物をメタノール 0.5 mL に溶かし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフ用リオチロニンナトリウム 0.010 g をとり、メタノール 50 mL に溶かし、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を用いて調製した薄層板にスポットする。次に *t*-ブチルアルコール/*t*-アミルアルコール/水/アンモニア水 (28) /2-ブタノン混液 (59 : 32 : 17 : 15 : 7) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) 100 mL に溶かした液を均等に噴霧し、100 °C で 3 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、赤紫色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

(2) 定量法で得た呈色液は青色を呈する。

含量均一性試験 本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 10 mL を正確に加え、50 °C で 15 分間加温した後、20 分間激しく振り混ぜる。この液を 5 分間遠心分離し、上澄液を必要ならばろ過する。この液一定量を正確に量り、1 mL 中にリオチロニンナトリウム ($\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{I}_3\text{NNaO}_4$) 約 0.5 μg を含む液となるように 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加え、正確に一定量とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。試料溶液 200 μL 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い、内標準物質のピーク面積に対するリオチロニンのピーク面積の比を求める。試料 10 個の個々のピーク面積の比から平均値を計算するとき、その値と個々のピーク面積の比との偏差 (%) が 15 % 以内のときは適合とする。また、偏差 (%) が 15 % を超え、25 % 以内のものが 1 個のときは、新たに試料 20 個をとって試験を行う。2 回の試験の合計 30 個の平均値と個々のピーク面積の比との偏差 (%) を計算するとき、15 % を超え、25 % 以内のものが 1 個以下で、かつ 25 % を超えるものがないときは適合とする。

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのメタノール/薄めたリン酸 (1 → 10) 混液 (9 : 1) 溶液 (1 → 250000)

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 220 ~ 230 nm の一定波長)

カラム: 内径 4 ~ 6 mm, 長さ 10 ~ 25 cm のステンレス管に 5 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: 25 °C 付近の一定温度

移動相: メタノール/水混液 (57 : 43)

流量: リオチロニンの保持時間が約 9 分になるように調整する。

カラムの選定: リオチロニンの 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液溶液 (1 → 2000000) 5 mL に内標準溶液 1 mL を加える。この液 200 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、リオチロニンの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。リオチロニンナトリウム ($\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{I}_3\text{NNaO}_4$) 約 0.05 mg に対応する量を精密に量り、めのう製乳鉢に入れ、これに粉末にした炭酸カリウム 1 g を加えてよく混ぜ、注意してろつばに移し、ろつばを台上で静かにたたいて内容物を密にする。この乳鉢に更に粉末にした炭酸カリウム 1.5 g を加え、附着している内容物とよく混ぜ、注意して先のろつばの上部に加え、再びたたいて密にする。これを 675 ~ 700 °C で 30 分間強熱し、冷後、水を加えて穏やかに加熱した後、ガラスろ過器 (G4) を用いて 20 mL のメスフラスコにろ過する。残留物は水で洗い、洗液を合わせ、冷後、水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用ヨウ化カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.075 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、炭酸カリウム溶液 (1 → 8) を加えて正確に 100 mL とする。更にこの液 2 mL を正確に量り、炭酸カリウム溶液 (1 → 8) を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確

に量り、それぞれを共栓試験管に入れ、薄めた硫酸(4 → 25) 3.0 mL 及び過マンガン酸カリウム試液 2.0 mL を加えて水浴上で 15 分間加熱する。冷後、薄めた亜硝酸ナトリウム試液(1 → 10) 1.0 mL を加えて振り混ぜた後、アミド硫酸アンモニウム溶液(1 → 10) 1.0 mL を加え、時々振り混ぜながら 10 分間室温に放置する。次にバレイシヨデンブレン試液 1.0 mL 及び新たに製した薄めたヨウ化カリウム試液(1 → 40) 1.0 mL を加えて振り混ぜた後、20 mL のメスフラスコに移し、共栓試験管は水を用いて洗い、洗液を合わせ、水を加えて 20 mL とし、10 分間放置する。これらの液につき、別に炭酸カリウム溶液(1 → 8) 5 mL を用いて試料溶液と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 600 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{リオチロニンナトリウム (C}_{15}\text{H}_{11}\text{I}_3\text{NNaO}_4\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{定量用ヨウ化カリウムの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{2000} \times 1.3513 \end{aligned}$$

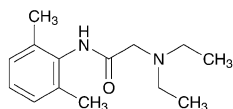
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

リドカイン

Lidocaine



$\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}$: 234.34

2-Diethylamino-*N*-(2,6-dimethylphenyl)acetamide

[J37-58-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、リドカイン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}$) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく、酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は、希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.04 g をとり、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加えて溶かし、水を加えて 100 mL とした液につき、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 66 ~ 69 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし、水を加えて 10 mL とするとき、液は無色～淡黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.6 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし 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 0.70 mL を加える(0.041 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.5 g に希塩酸 5 mL 及び水を加えて溶かし 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL に希塩酸 5 mL 及び水を加えて 50 mL とする(0.096 % 以下)。

(4) 重金属 本品 2.0 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燃焼させる。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(10 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 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 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 10 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。次に酢酸エチル/2-ブタノン/水/ギ酸混液(5:3:1:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 °C で 30 分間乾燥する。冷後、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 0.5 g を精密に量り、酢酸(100) 20 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬:クリスタルバイオレット試液 1 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 23.434 \text{ mg } \text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}$$

貯法 容器 気密容器。

リドカイン注射液

Lidocaine Injection

塩酸リドカイン注射液

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応する塩酸リドカイン ($\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O} \cdot \text{HCl}$: 270.80) を含む。

製法 本品は「リドカイン」をとり、対応量の「塩酸」を加え、注射剤の製法により製する。

本品は静脈注射剤として製するときは、保存剤を加えない。

性状 本品は無色澄明の液である。

pH: 5.0 ~ 7.0

確認試験 本品の表示量に従い、塩酸リドカイン