

製法

リン酸コデイン	10 g
乳糖	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液（1 → 100）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するとき、波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品約 5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン（別途「リン酸コデイン」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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コデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{リン酸コデイン (C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用リン酸コデインの量 (mg)} \\ & \quad \times 1.0227 \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ～ 25 cm のステンレス管に約 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後、水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

リン酸コデイン散 10%

10% Codeine Phosphate Powder

コデインリン酸塩散 10%

リン酸コデイン 10 倍散

本品は定量するとき、リン酸コデイン（ $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$: 406.37）9.3 ～ 10.7 % を含む。

製法

リン酸コデイン	100 g
乳糖	適量
全量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液（1 → 1000）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するとき、波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す。

定量法 本品約 2.5 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン（別途「リン酸コデイン」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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コデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{リン酸コデイン (C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用リン酸コデインの量 (mg)} \\ & \quad \times 1.0227 \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \end{aligned}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液（3 → 10000）

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ～ 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：40 °C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g を薄めたリン酸（1 → 1000）500 mL に溶かした後、水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

リン酸コデイン錠

Codeine Phosphate Tablets

コデインリン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 93 ～ 107 % に対応するリン酸コデイン（ $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$: 406.37）を含む。

製法 本品は「リン酸コデイン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「リン酸コデイン」0.1 g に対応する量を取り、水 20 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液 2 mL に水を加えて 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するとき、波長 283 ～ 287 nm に吸収の極大を示す。

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。リン酸コデイン（ $\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$ ）約 0.1 g に対応する量を精密に量り、水 30 mL を加えて振り混ぜた後、薄めた希硫酸（1 → 20）20 mL を加えて、

10 分間超音波を照射し、水を加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、ろ液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加えた後、水を加えて 20 mL とし、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン（別途「リン酸コデイン」と同様の方法で水分を測定しておく）約 0.05 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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い、内標準物質のピーク面積に対するコデインのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{リン酸コデイン (C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{脱水物に換算した定量用リン酸コデインの量 (mg)} \\ & \quad \times 1.0227 \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \end{aligned}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液 (3 \rightarrow 10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：280 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 25 cm のステンレス管に約 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム 1.0 g に薄めたリン酸 (1 \rightarrow 1000) 500 mL を加えて溶かした後、水酸化ナトリウム試液で pH 3.0 に調整する。この液 240 mL にテトラヒドロフラン 70 mL を加えて混和する。

流量：コデインの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

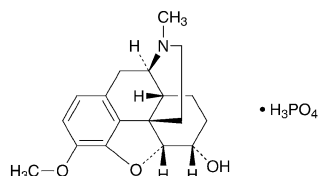
貯法 容器 気密容器。

リン酸ジヒドロコデイン

Dihydrocodeine Phosphate

ジヒドロコデインリン酸塩

リン酸ヒドロコデイン



$\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$: 399.38

(5*R*, 6*S*)-4, 5-Epoxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-ol monophosphate [24204-13-5]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リン酸ジヒドロコデイン ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又は酢酸 (100) に溶けやすく、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。

本品の 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \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。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 20) はリン酸塩の定性反応 (1) を呈する。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える (0.240 % 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g を薄めたエタノール (1 \rightarrow 2) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたエタノール (1 \rightarrow 2) 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 10 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。次にエタノール (99.5) / トルエン / アセトン / アンモニア水 (28) 混液 (14 : 14 : 7 : 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、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 1.0 % 以下 (0.5 g, 105 $^{\circ}$ C, 4 時間)。

定量法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 70 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 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て帯緑青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 = 39.938 mg $\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

リン酸ジヒドロコデイン散 1%

1% Dihydrocodeine Phosphate Powder

ジヒドロコデインリン酸塩散 1%

リン酸ジヒドロコデイン 100 倍散

リン酸ヒドロコデイン 100 倍散

本品は定量するとき、リン酸ジヒドロコデイン ($\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$: 399.38) 0.90 ~ 1.10 % を含む。