

ついで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又はロキタマイシン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) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液 (1 → 20) につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (H) により測定するとき、 δ 1.4 ppm 付近、 δ 2.5 ppm 付近、 δ 3.5 ppm 付近及び δ 9.8 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A, B, C 及び D を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D はほぼ 3 : 6 : 3 : 1 である。

純度試験 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)。

水分 3.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.2 % 以下 (1 g)。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法

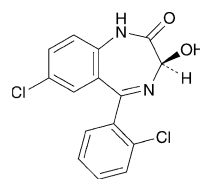
I. 円筒平板法により試験を行う。

- (1) 試験菌 *Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。
- (2) 培地 培地 (1) の 3) の i を用いる。ただし、滅菌後の pH は 7.8 ~ 8.0 とする。
- (3) 標準溶液 ロキタマイシン標準品約 0.04 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液は 5 °C 以下に保存し、10 日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μ g (力価) 及び 0.5 μ g (力価) を含むように薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- (4) 試料溶液 本品約 0.04 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液適量を正確に量り、ポリソルベート 80 を 0.01 % 含有する pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 2 μ g (力価) 及び 0.5 μ g (力価) を含むように薄め、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

ロラゼパム

Lorazepam



及び鏡像異性体

$C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$: 321.16

(*RS*)-7-Chloro-5-(2-chlorophenyl)-1,3-dihydro-3-hydroxy-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [846-49-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、ロラゼパム ($C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はエタノール (95) 又はアセトンにやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

- (1) 本品 0.02 g に希塩酸 15 mL を加え、5 分間煮沸し、冷却した液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。
- (2) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 200000) 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。
- (3) 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。
- (4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (229 nm) : 1080 ~ 1126 (乾燥後, 1 mg, エタノール (95), 200 mL)。

純度試験

- (1) 塩化物 本品 1.0 g に水 50 mL を加え、時々振り混ぜながら 1 時間放置した後、ろ過する。ろ液 25 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える (0.014 % 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 0.10 g をエタノール (95) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) 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 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/1,4-ジオキサン/酢酸 (100) 混液 (91 : 5 : 4) 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 0.5 % 以下（1 g, 減圧, 105 °C, 3 時間）。

強熱残分 0.30 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、アセトン 50 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 32.116 mg C₁₅H₁₀Cl₂N₂O₂

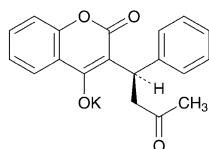
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ワルファリンカリウム

Warfarin Potassium



及び鏡像異性体

C₁₉H₁₅KO₄ : 346.42

Monopotassium (RS)-2-oxo-3-(3-oxo-1-phenylbutyl)-chromen-4-olate [2610-86-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ワルファリンカリウム (C₁₉H₁₅KO₄) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

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

本品は光によって変色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 25 mL に溶かし、希塩酸 3 滴を加え、生じた沈殿をろ取り、水 5 mL ずつで 4 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 157 ~ 167 °C である。

(2) 本品の 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液溶液 (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 1 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。また、本品の 0.02 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 2 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。

(3) (1) で得たろ液はカリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.2 ~ 8.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) アルカリ呈色物 本品 1.0 g をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20) に溶かし、正確に 10 mL とする。この液につき、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20) を対照とし、15 分以内に紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 385 nm における吸光度は、0.20 以下である。

(3) 重金属 本品 2.0 g をエタノール (95) 30 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノール (95) 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 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(4) 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)。

乾燥減量 10.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 24.3 ~ 25.7 % (乾燥後, 0.4 g, 700 °C)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 1000 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 308 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 *A* を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ワルファリンカリウム (C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \frac{A}{405} \times 100000 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ワルファリンカリウム錠

Warfarin Potassium Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するワルファリンカリウム (C₁₉H₁₅KO₄ : 346.42) を含む。

製法 本品は「ワルファリンカリウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法の T₂ 液につき、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を対照として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 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示し、258 ~ 262 nm に吸収の極小を示す。また、定量法の T₁ 液につき、0.02 mol/L 塩酸試液を対照として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 281 ~ 285 nm 及び 303 ~ 307 nm に吸収の極大を示し、243 ~ 247 nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01 g に対応する量を取り、アセトン 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する。残留物にジエチルエーテル 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、水層はカリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、粉末とし、水 40 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にワルファリンカリウム (C₁₉H₁₅KO₄) 約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に *V* mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL