

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) 類縁物質 本品 0.5 g をメタノール／クロロホルム混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び対照液としてメタノール／クロロホルム混液 (1 : 1) 100 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した厚さ 0.25 mm の薄層板に、原線に沿って約 10 mm の間隔で、それぞれ長さ 25 mm にスポットする。次にアセトン／クロロホルム／薄めたアンモニア試液 (1 → 3) 混液 (8 : 1 : 1) を展開浴媒として約 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) を照射し、試料溶液の主スポット及び主スポット以外のスポットの位置を確認する。次に試料溶液の主スポット部分及び主スポット以外のスポット部分のシリカゲルをかきとり、主スポット部分にはエタノール (95) 30 mL、主スポット以外のスポット部分にはエタノール (95) 10 mL を正確に加えて 60 分間振り混ぜた後、遠心分離する。これらの上澄液につき、紫外可視吸光度測定法により、波長 278 nm における吸光度を測定する。別に対照液の試料溶液の主スポットに対応する部分及び主スポット以外のスポット部分に対応する部分をそれぞれかきとり、以下同様に操作し空試験を行い、補正する。次式により類縁物質の量を計算するとき、その量は 2.0 % 以下である。

$$\text{類縁物質の量 (\%)} = \frac{A_b}{A_b + 3A_a} \times 100$$

$A_a$  : 補正した主スポット部分から得られた吸光度

$A_b$  : 補正した主スポット以外のスポット部分から得られた吸光度

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

異性体比 本品 0.01 g をとり、赤外吸収スペクトル測定法のペースト法により、波数 1585 cm<sup>-1</sup>付近の吸収帯の透過率が 25 ~ 30 % の範囲になるように調製し、1600 ~ 1100 cm<sup>-1</sup>における赤外吸収スペクトルを測定する。得られた赤外吸収スペクトルから波数 1265 cm<sup>-1</sup>付近 (ラセミ体 A) 及び 1250 cm<sup>-1</sup>付近 (ラセミ体 B) における透過率  $T_{1265}$  及び  $T_{1250}$  を読みとり、それぞれの吸光度  $A_{1265}$  及び  $A_{1250}$  を求めると、 $A_{1265}/A_{1250}$  は 0.72 ~ 1.08 である。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.28 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 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青緑色に変わるとする。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 = 30.940 mg C<sub>17</sub>H<sub>27</sub>NO<sub>4</sub>

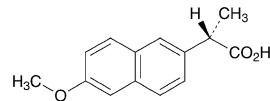
## 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ナプロキセン

Naproxen



C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub> : 230.26

(2S)-2-(6-Methoxynaphthalen-2-yl)propanoic acid  
[22204-53-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、ナプロキセン (C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>O<sub>3</sub>) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はアセトンに溶けやすく、メタノール、エタノール (99.5) 又はクロロホルムにやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

## 確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 5 mL に溶かし、水 5 mL を加えた後、ヨウ化カリウム試液 2 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液 (1 → 100) 5 mL を加えて振り混ぜるとき、液は黄色～黄褐色を呈する。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は淡赤紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 300) 1 mL に過塩素酸ヒドロキシルアミン・エタノール試液 4 mL 及び N,N'-ジシクロヘキシカルボジイミド・エタノール試液 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、微温湯中に 20 分間放置する。冷後、過塩素酸鉄 (III) ・エタノール試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤紫色を呈する。

(3) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 50000) 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。

(4) 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。

旋 光 度 [α]<sub>D</sub><sup>25</sup> : +63.0 ~ +68.5 ° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融 点 154 ~ 158 °C

## 純度試験

(1) 溶状 本品 2.0 g をアセトン 20 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 400 nm における吸光度は 0.070 以下である。

(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 2.0 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 (1 ppm 以

下)。

(4) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.10 g をエタノール (99.5) / クロロホルム混液 (1 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (99.5) / クロロホルム混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (99.5) / クロロホルム混液 (1 : 1) 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  $\mu$ 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。次にヘキサン / ジクロロメタン / テトラヒドロフラン / 酢酸 (100) 混液 (50 : 30 : 17 : 3) 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及び原点の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, 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 0.5 g を精密に量り、薄めたメタノール (4 → 5) 100 mL を加え、必要ならば穏やかに加温して溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (指示薬: フェノールフタレン試液 3 滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 23.026 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{14}\text{O}_3 \end{aligned}$$

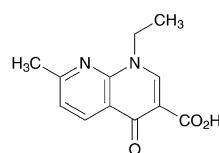
#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。

## ナリジクス酸

Nalidixic Acid



C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 232.24

1-Ethyl-1,4-dihydro-7-methyl-4-oxo-1,8-naphthyridine-3-carboxylic acid [389-08-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、ナリジクス酸 (C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品は N,N-ジメチルホルムアミド又はクロロホルムにやや溶けにくく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にはほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

#### 確認試験

(1) 本品 0.10 g を 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液に

溶かし、100 mL とする。この液 1 mL に 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液を加えて 200 mL とする。この液につき、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 0.02 g に水 2.0 mL 及び硫酸 1.0 mL を加えて溶かした後、バニリン 0.02 g を加え、穏やかに 2 分間煮沸するとき、液の色は黄色からだいだい赤色に変わる。これを冷却しながら、激しく振り混ぜた後、30 分間放置するとき、だいだい黄色の沈殿を生じる。

融 点 225 ~ 231 °C

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 3 mL 及び水 7 mL を加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 2.0 g に水 50 mL を加え、70 °C で 5 分間加温した後、急冷してろ過する。ろ液 25 mL に希硝酸 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 0.35 mL を加える (0.012 % 以下)。

(3) 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)。

(4) ヒ素 本品 0.40 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 (5 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.50 g をクロロホルム 25 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 200 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  $\mu$ 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 (95) / クロロホルム / アンモニア試液混液 (7 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 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 0.20 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 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、0.1 mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液で滴定する (指示薬: チモールフタレン試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の微黄色が青色に変わるとする。別にジメチルホルムアミド 50 mL に 1,4-ジオキサン / メタノール混液 (17 : 3) 13 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L ナトリウムメトキシド・1,4-ジオキサン液 } 1 \text{ mL} \\ & = 23.224 \text{ mg C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

貯 法 容 器 気密容器。