

液とする。もし、この方法で錠剤が崩壊しないときは、本品 1 個を共栓遠心沈殿管にとり、酢酸 (100) 0.05 mL を加えて潤し、ガラス棒ですりつぶした後、ガラス棒を洗いながら 1 mL 中にニトログリセリン ($C_3H_5N_3O_9$) 約 30 μg を含む液となるように酢酸 (100) を加えて正確に V mL とし、1 時間振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別に硝酸カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、酢酸 (100) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、水 10 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) 約 12 mL を加えてアルカリ性とし、水を加えて正確に 50 mL とする。これらの液につき、酢酸 (100) 2 mL を用いて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 410 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

$$\text{ニトログリセリン } (C_3H_5N_3O_9) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{硝酸カリウムの量 (mg)} \times 0.7487 \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{V}{2000}$$

試料 10 個の個々の含量から平均含量を計算するとき、その値と個々の含量との偏差 (%) が 25 % 以下のときは適合とする。また、偏差が 25 % を超え、30 % 以下のものが 1 個のときは、更に試料 20 個について試験を行う。2 回の試験の合計 30 個の平均含量と個々の含量との偏差 (%) を計算するとき、25 % を超え 30 % 以下のものが 1 個以下で、かつ 30 % を超えるものがないときは適合とする。

崩壊試験 試験を行うとき、適合する。ただし、試験時間は 2 分間とし、補助盤は用いない。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、軽く圧して崩壊させる。ニトログリセリン ($C_3H_5N_3O_9$) 約 3.5 mg に対応する量を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL を正確に加え、1 時間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に硝酸カリウムを 105 °C で 4 時間乾燥し、その約 0.09 g を精密に量り、水 5 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、酢酸 (100) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 mL ずつを正確に量り、それぞれにサリチル酸試液 2 mL を加えて振り混ぜ、15 分間放置した後、水 10 mL を加え、氷冷しながら水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) 約 12 mL を加えてアルカリ性とし、水を加えて正確に 50 mL とする。これらの液につき、酢酸 (100) 2 mL を用いて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 410 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定する。

$$\text{ニトログリセリン } (C_3H_5N_3O_9) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{硝酸カリウムの量 (mg)} \times 0.7487 \times \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{20}$$

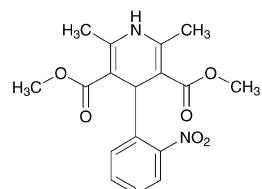
貯 法

保存条件 遮光して、20 °C 以下で保存する。

容 器 気密容器。

ニフェジピン

Nifedipine



$C_{17}H_{18}N_2O_6$: 346.33

Dimethyl 1,4-dihydro-2,6-dimethyl-4-(2-nitrophenyl)-pyridine-3,5-dicarboxylate [21829-25-4]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ニフェジピン ($C_{17}H_{18}N_2O_6$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品はアセトン又はジクロロメタンに溶けやすく、メタノール、エタノール (95) 又は酢酸 (100) 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。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、塩酸 5 mL 及び亜鉛粉末 2 g を加え、5 分間放置した後、ろ過する。ろ液につき、芳香族第一アミンの定性反応を行うとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (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。

(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、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 172 ~ 175 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g をアセトン 5 mL に溶かすとき、液は黄色澄清である。

(2) 塩化物 本品 2.5 g に希酢酸 12 mL 及び水 13 mL を加え、沸騰するまで加熱する。冷後、ろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 5 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 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) のろ液 4 mL をとり、希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える (0.054 % 以下)。

(4) 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)。

(5) 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)。

(6) 塩基性物質 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 5.0 g にアセトノン/酢酸 (100) 混液 (5 : 3) 80 mL を加えて溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。0.02 mol/L 過塩素酸の消費量は 1.9 mL 以下である。

(7) 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル 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 0.15 g をとり、ジクロロメタンに溶かし、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 2,6-ジメチル-4-(2-ニトロソフェニル)-3,5-ピリジンジカルボン酸ジメチルエステル 0.010 g をとり、ジクロロメタン 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 1 mL を正確に量り、ジクロロメタンを加えて正確に 20 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。次にシクロヘキサン/酢酸エチル混液 (3 : 2) 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、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 (0.5 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品約 0.12 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 200 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 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 350 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{ニフェジピン (C}_{17}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_6\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{142.3} \times 40000$$

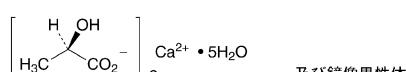
貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

乳酸カルシウム

Calcium Lactate



及び鏡像異性体

C₆H₁₀CaO₆ · 5H₂O : 308.29

Monocalcium bis[(RS)-2-hydroxypropanoate] pentahydrate
[63690-56-2]

性状 本品は白色の粉末又は粒で、においはなく、味はわずかに酸味がある。

本品 1 g は水 20 mL に徐々に溶け、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。

本品は常温でやや風解し、120 °C で無水物となる。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 20) はカルシウム塩及び乳酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に加温して溶かすとき、液は澄明である。

(2) 酸又はアルカリ (1) の溶液にフェノールフタレン試液 2 滴を加えるとき、液は赤色を呈しない。これに 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL を加えるとき、液は赤色を呈する。

(3) 重金属 本品 1.0 g に水 30 mL 及び希酢酸 5 mL を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(4) マグネシウム又はアルカリ金属 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし、塩化アンモニウム 0.5 g を加えて煮沸し、シュウ酸アンモニウム試液 20 mL を加え、水浴上で 1 時間加熱し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL に硫酸 0.5 mL を加えて蒸発乾固し、恒量になるまで 450 ~ 550 °C で強熱するとき、残留物は 5 mg 以下である。

(5) ヒ素 本品 0.5 g に水 2 mL 及び塩酸 3 mL を加えて溶かす。これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。

(6) 振発性脂肪酸 本品 1.0 g に硫酸 2 mL を加えて加温するとき、酢酸又は酪酸ようのにおいを発しない。

乾燥減量 25.0 ~ 30.0 % (1 g, 初め 80 °C で 1 時間、次に 120 °C で 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水を加えて水浴上で加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水 80 mL 及び 8 mol/L 水酸化カリウム試液 1.5 mL を加えて 3 ~ 5 分間放置した後、NN 指示薬 0.1 g を加え、直ちに 0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の赤色が青色に変わるときとする。

0.02 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL = 4.364 mg C₆H₁₀CaO₆

貯 法 容 器 気密容器。