

ppm 以下).

(5) 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).

(6) 類縁物質 本品 0.25 g をメタノール 5 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 500 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 5 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (74 : 20 : 19) 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。

水分 3.0 ~ 4.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定).

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、酢酸 (100) 7 mL を加え、0.1 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。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 48.14 \text{ mg } C_{18}H_{13}NNa_2O_8S_2$$

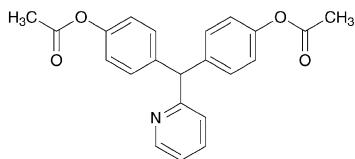
貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ビサコジル

Bisacodyl



$C_{22}H_{19}NO_4$: 361.39

4,4'-(Pyridin-2-ylmethylene)bis(phenyl acetate)

[603-50-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ビサコジル ($C_{22}H_{19}NO_4$) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、アセトンにやや溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (3 → 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又はビサコジル標準品について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又は乾燥したビサコジル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。

融 点 132 ~ 136 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をアセトン 30 mL に溶かし、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。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL にアセトン 30 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.012 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g を希塩酸 2 mL に溶かし、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 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL に希塩酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.017 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、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)。

(4) 類縁物質 本品 0.20 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 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 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 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液 (1 : 1 : 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 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 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) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する（指示薬：*p*-ナフトールベンゼイン試液 0.5 mL）。ただし、滴定の終点は液のだいだい黄色が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。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 36.140 \text{ mg } C_{22}H_{19}NO_4$$

貯 法 容 器 密閉容器。

ビサコジル坐剤

Bisacodyl Suppositories

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するビサコジル ($C_{22}H_{19}NO_4$: 361.39) を含む。

製 法 本品は「ビサコジル」をとり、坐剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「ビサコジル」6 mg に対応する量をとり、エタノール (95) 20 mL を加え、水浴上で 10 分間加温した後、10 分間激しく振り混ぜ、更に氷水中で 1 時間放置する。次に遠心分離し、その上澄液を更にろ過し、そのろ液 2 mL にエタノール (95) を加えて 20 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

トルを測定するとき、波長 261 ～ 265 nm に吸収の極大を示す。

(2) (1) のろ液を試料溶液とする。別にビサコジル標準品 6 mg をエタノール (95) 20 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 2-ブタノン/クロロホルム/キシレン混液 (1:1:1) 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、注意して細片とし、均一に混和する。ビサコジル ($C_{22}H_{39}NO_4$) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、テトラヒドロフラン 40 mL を加え、40 °C に加温し、振り混ぜて溶かし、冷後、更にテトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加え、更に移動相を加えて 100 mL とする。この液を 30 分間氷冷した後、遠心分離し、上澄液を孔径 0.5 μm のメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にビサコジル標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、テトラヒドロフランに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、試料溶液と同様に操作し、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法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するビサコジルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{ビサコジル } (C_{22}H_{39}NO_4) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{ビサコジル標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルのアセトニトリル溶液 (3 → 100000)

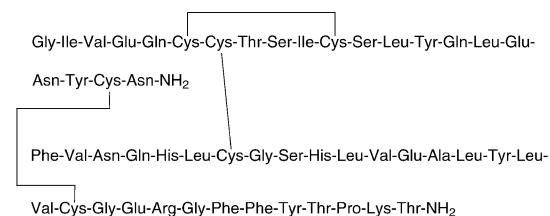
操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）
 カラム：内径約 4 mm、長さ約 30 cm のステンレス管
 IC 10 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：室温
 移動相：0.01 mol/L クエン酸試液/アセトニトリル/メタノール混液 (2:1:1)
 流量：ビサコジルの保持時間が約 8 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、内標準物質、ビサコジルの順に溶出し、その分離度が 2 以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

ヒトイインスリン（遺伝子組換え）

Insulin Human (Genetical Recombination)



$C_{257}H_{383}N_{66}O_{77}S_6$: 5807.57

[II061-68-0]

本品は遺伝子組換え技術を用いて製造されたもので、血糖を降下させる作用があり、定量するとき、換算した乾燥物に対し、1 mg 当たり 27.5 インスリン単位以上を含む。

性状 本品は白色の粉末である。

本品は水又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は 0.01 mol/L 塩酸試液又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品適量を精密に量り、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、1 mL 中に 2.0 mg を含むように調製する。この液 500 μL を清浄な試験管にとり、pH 7.5 のヘペス緩衝液 2.0 mL 及び V8 プロテアーゼ酵素試液 400 μL を加え、25 °C で 6 時間反応した後、硫酸アンモニウム緩衝液 2.9 mL を加えて反応を停止し、試料溶液とする。別に、ヒトイインスリン標準品を同様の方法で操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 μL につき、次の条件で液体クロマトグラ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得られたクロマトグラムにつき、溶媒ピークの直後に溶出するピーク、及びその後に順次溶出するこれより明らかにピーク高さの大きい 3 本のピークを比較するとき、試料溶液及び標準溶液の各ピークの保持時間は同一であり、ピーク高さは同様である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：214 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 10 cm のステンレス管に 3 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：A 液—水/硫酸アンモニウム緩衝液/アセトニトリル混液 (7:2:1)
 B 液—水/アセトニトリル/硫酸アンモニウム緩衝液混液 (2:2:1)

試料注入後 60 分間に A 液/B 液混液 (9:1) から A 液/B 液混液 (3:7) となるように直線的勾配で移動相 B 液の割合を増加させながら送液し、次の 5 分間で B 液 100 % となるように直線的勾配で B 液の割合を増加させ、更にその後 5 分間は B 液を送液する。

流量：毎分 1.0 mL.