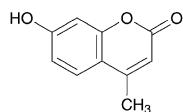


## ヒメクロモン

Hymecromone



$C_{10}H_8O_3$  : 176.17

7-Hydroxy-4-methylchromen-2-one [90-33-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒメクロモン

( $C_{10}H_8O_3$ ) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、におい及び味はない。

本品は  $N,N$ -ジメチルホルムアミドに溶けやすく、エタノール(95)、エタノール(99.5)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。

### 確認試験

(1) 本品 2 mg を pH 11.0 のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液 5 mL に溶かすとき、液は強い青紫色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.025 g を薄めたエタノール(1→2) 5 mL に溶かし、塩化鉄(III)試液 1 滴を加えるとき、液は初め黒褐色を呈し、放置するとき黄褐色に変わる。

(3) 本品のエタノール(99.5)溶液(1→250000)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。

融点 187 ~ 191 °C

### 純度試験

(1) 塩化物 本品 0.8 g をアセトン/水混液(2:1) 40 mL に溶かし、希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液(2:1)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 0.25 mL に希硝酸 6 mL 及びアセトン/水混液(2:1)を加えて 50 mL とする(0.011 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.8 g をアセトン/水混液(2:1) 40 mL に溶かし、希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液(2:1)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 0.40 mL に希塩酸 1 mL 及びアセトン/水混液(2:1)を加えて 50 mL とする(0.024 % 以下)。

(3) 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)。

(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)。

(5) 類縁物質 本品 0.080 g をエタノール(95) 10 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 50 mL 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 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  $\mu$ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル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/エタノール(95)混液(10:1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置するとき、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, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下(1 g)。

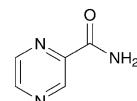
定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、 $N,N$ -ジメチルホルムアミド 90 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する(電位差滴定法)。別に  $N,N$ -ジメチルホルムアミド 90 mL に水 14 mL を加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL  
= 17.617 mg  $C_{10}H_8O_3$

貯法 容器 気密容器

## ピラジナミド

Pyrazinamide



$C_6H_5N_3O$  : 123.11

Pyrazine-2-carboxamide [98-96-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、ピラジナミド( $C_6H_5N_3O$ ) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は水にやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

### 確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、硫酸鉄(II)試液 1 mL を加えるとき、液はだいだい赤色となり、更に水酸化ナトリウム試液 1 mL を加えるとき青色に変わる。

(2) 本品 0.5 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、穏やかに加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。

(3) 本品の 0.1 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。

融 点 188 ~ 193 °C

#### 純度試験

- (1) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.032 % 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) モノカルボン酸及びジカルボン酸 本品 0.10 g に水 10 mL を加え加温して溶かし、これに 0.05 mol/L ヨウ素酸カリウム液 0.5 mL 及びヨウ化カリウム 0.5 g を加えて溶かし、クロロホルム 1 mL を加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層の色は、次の比較液より濃くない。

比較液：本品を用いないで同様に操作する。

- (5) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧、シリカゲル、4 時間)。  
強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

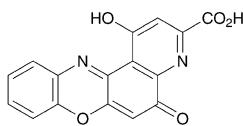
**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、500 mL のケルダールフラスコに入れ、水 200 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (2 → 5) 50 mL を加え、しぶき止めの付いた蒸留装置に連結する。吸収用の受器中にはホウ酸溶液 (1 → 25) 40 mL を入れ、冷却管の下端をこの液に浸す。注意して 20 分間加熱し、次に加熱温度を高め、留液が 200 mL になるまで蒸留する。ケルダールフラスコを冷却した後、水 75 mL を加え、再び蒸留して更に留液 70 mL を同じ受器中に集めた後、冷却管の下端を液面から離して少量の水でその部分を洗い込み、0.05 mol/L 硫酸で滴定する (指示薬：プロモクレゾールグリーン・メチルレッド試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を経て淡赤紫色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.05 \text{ mol/L 硫酸 } 1 \text{ mL} = 12.311 \text{ mg C}_6\text{H}_5\text{N}_3\text{O}$$

貯 法 容 器 密閉容器。

## ピレノキシン

Pirenoxine



C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub> : 308.25

1-Hydroxy-5-oxo-5H-pyrido[3,2-a]phenoxazine-3-carboxylic acid [1043-21-6]

性 状 本品は黄褐色の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けにくく、水、アセトニトリル、エタノール (95)、テトラヒドロフラン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 250 °C (分解)。

#### 確認試験

- (1) 本品 2 mg を pH 6.5 のリン酸塩緩衝液 10 mL に溶かし、L-アスコルビン酸溶液 (1 → 50) 5 mL を加えて激しく振り混ぜるとき、暗紫色の沈殿を生じる。
- (2) 本品の pH 6.5 のリン酸塩緩衝液溶液 (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。

#### 純度試験

- (1) 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)。
- (2) 類縁物質 本品 0.010 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のピレノキシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のピレノキシンのピーク面積より大きくない。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 ~ 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：35 °C 附近の一定温度

移動相：塩化テトラ n-ブチルアンモニウム 1.39 g 及びリン酸水素二ナトリウム十二水和物 4.5 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 6.5 に調整する。この液 700 mL にアセトニトリル 200 mL 及びテトラヒドロフラン 30 mL を加えて混和する。

流量：ピレノキシンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 3 mg 及びバラオキシ安息香酸メチル 0.016 g を移動相 100 mL に溶かす。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、ピレノキシン、バラオキシ安息香酸メチルの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 5 μL から得たピレノキシンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：ピレノキシンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 1.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 80 °C, 3 時間)。