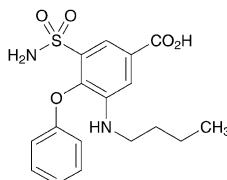


ブメタニド

Bumetanide



$C_{17}H_{20}N_2O_5S$: 364.42

3-Butylamino-4-phenoxy-5-sulfamoylbenzoic acid

[28395-03-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、ブメタニド ($C_{17}H_{20}N_2O_5S$) 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ある。

本品はピリジンに溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は水酸化カリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

確認試験

(1) 本品 0.01 g をピリジン 1 mL に溶かし、硫酸銅 (II) 試液 2 滴を加えて振り混ぜ、更に水 3 mL 及びクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡青色を呈する。

(2) 本品 0.04 g を pH 7.0 のリン酸塩緩衝液 100 mL に溶かす。この液 10 mL に水を加えて 100 mL とした液につき、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。

(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。

融点 232 ~ 237 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 0.050 g に水酸化カリウム溶液 (1 → 30) 2 mL 及び水 8 mL を加えて溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化コバルト (II) の色の比較原液、塩化鉄 (III) の色の比較原液及び硫酸銅 (II) の色の比較原液それぞれ 0.5 mL ずつを正確に量り、混和し、薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて正確に 100 mL とする。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に硝酸カリウム 0.7 g 及び無水炭酸ナトリウム 1.2 g を加えてよく混和した後、少量ずつ赤熱した白金るつぼに入れ、反応が終わるまで赤熱する。冷後、残留物に希硫酸 14 mL 及び水 6 mL を加え、5 分間煮沸した後、ろ過し、残留物は水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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) 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 をメタノール 10 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 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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。次にクロロホルム/酢酸 (100) /シクロヘキサン/メタノール混液 (32:4:4:1) 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、エタノール (95) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 36.442 \text{ mg } C_{17}H_{20}N_2O_5S \end{aligned}$$

貯法

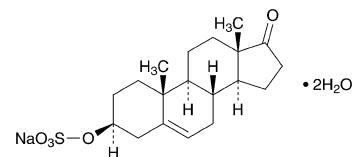
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

プラステロン硫酸ナトリウム

Sodium Prasterone Sulfate

プラステロン硫酸エステルナトリウム



$C_{19}H_{27}NaO_5S \cdot 2H_2O$: 426.50

Monosodium 17-oxoandrostan-5-en-3β-yl sulfate dihydrate
[1099-87-2, 無水物]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、プラステロン硫酸ナトリウム ($C_{19}H_{27}NaO_5S$: 390.47) 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、においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタノール (95) にやや溶けにくく、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.5 ~ 6.5 である。

融点：約 160 °C (分解、ただし乾燥後)。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g をエタノール (95) 4 mL に溶かし、1, 3-ジニトロベンゼン試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 8) 2 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈し、徐々に褐色に変わる。
- (2) 本品の水溶液 (1 → 200) 10 mL に臭素試液 0.5 mL を加えるとき、試液の色は直ちに消える。
- (3) 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) 本品の水溶液 (1 → 200) はナトリウム塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +10.7 ~ +12.1 ° (乾燥物に換算したもの 0.73 g, メタノール, 20 mL, 100 mm).

純度試験

- (1) 溶状 本品 0.25 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色透明である。
- (2) 塩化物 本品 1.0 g にアセトン 20 mL 及び水 20 mL を加えて溶かし、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 0.30 mL にアセトン 20 mL, 希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.011 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 本品 1.2 g に水 20 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過する。ろ液 10 mL をとり、アセトン 20 mL, 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。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL にアセトン 20 mL, 希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.032 % 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) 他のステロイド 本品 0.10 g をメタノール 10 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 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 5 μ 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/メタノール/水混液 (75 : 22 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸/エタノール (95) 混液 (1 : 1) を均等に噴霧し、80 °C で 5 分間加熱するとき、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 8.0 ~ 9.0 % (0.5 g, 減圧、酸化リン (V), 60 °C, 3 時間)。

定量法 本品約 0.25 g を精密に量り、水 30 mL に溶かし、あらかじめカラムクロマトグラフ用強酸性イオン交換樹脂 (H 型) 5 mL を用いて調製した直径 10 mm のクロマトグラフ柱に入れ、1 分間に 4 mL の流速で流出させる。次に水 100 mL でクロマトグラフ柱を洗い、洗液は先の流出液

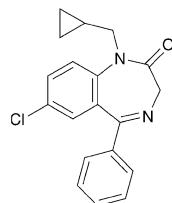
に合わせ、0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.05 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL
= 19.523 mg C₁₉H₂₇NaO₅S

貯 法 容 器 気密容器。

プラゼパム

Prazepam



C₁₉H₂₇ClN₂O : 324.80

7-Chloro-1-(cyclopropylmethyl)-1,3-dihydro-5-phenyl-2H-1,4-benzodiazepin-2-one [2955-38-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、プラゼパム (C₁₉H₂₇ClN₂O) 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。

本品はアセトンに溶けやすく、無水酢酸にやや溶けやすく、エタノール (99.5) 又は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。

確認試験

- (1) 本品 0.01 g を硫酸 3 mL に溶かし、紫外線 (主波長 365 nm) を照射するとき、灰青色の蛍光を発する。
- (2) 本品 0.01 g を硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 1000 mL に溶かした液につき、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。
- (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。
- (4) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。

融 点 145 ~ 148 °C

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 20 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 0.40 mL を加える (0.036 % 以下)。
- (2) 硫酸塩 (1) のろ液 20 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 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。