

(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 0.40 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 20 mL 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 25 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 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/アセトン混液 (9 : 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, 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 0.4 g を精密に量り、無水酢酸 60 mL に溶かし、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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 32.480 mg C₁₉H₁₇ClN₂O

貯法 容器 気密容器。

プラゼパム錠

Prazepam Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O : 324.80) を含む。

製法 本品は「プラゼパム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.05 g に対応する量を取り、アセトン 25 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL をとり、水浴上で蒸発乾固し、残留物を硫酸 3 mL に溶かす。この液につき、「プラゼパム」の確認試験 (1) を準用する。

(2) 本品を粉末とし、表示量に従い「プラゼパム」0.02 g に対応する量を取り、硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) 200 mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。ろ液 5 mL に硫酸のエタノール (99.5) 溶液 (3 → 1000) を加えて 50 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 241 ~ 245 nm, 283 ~ 287 nm 及び 363 ~ 367 nm に吸収の極大を示し、263 ~ 267 nm 及び 334 ~ 338 nm に吸収の極小を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液は 0.1 mol/L 塩酸試液 900 mL を用い、溶出試験法第 1 法により、毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O)

約 5 μg を含む液となるように 0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別に定量用プラゼパムを 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液 200 mL を加えて振り混ぜ、必要ならば超音波処理して溶かし、さらに、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 240 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

プラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{90}{C}$$

W_s: 定量用プラゼパムの量 (mg)

C: 1 錠中のプラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) の表示量 (mg)

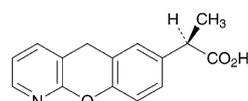
定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。プラゼパム (C₁₉H₁₇ClN₂O) 約 0.05 g に対応する量を精密に量り、アセトン 30 mL を加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、上澄液をとる。同様の操作をアセトン 30 mL ずつを用いて 2 回繰り返す。全上澄液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残留物を無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 50 mL に溶かし、0.02 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 6.496 mg C₁₉H₁₇ClN₂O

貯法 容器 気密容器。

プラノプロフェン

Pranoprofen



及び鏡像異性体

C₁₈H₁₃NO₃ : 255.27

(RS)-2-(10H-9-Oxa-1-azaanthracen-6-yl)-propanoic acid [52549-17-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、プラノプロフェン (C₁₈H₁₃NO₃) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、酢酸 (100) にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、アセトニトリル、エタノール (95) 又は無水酢酸に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品の N,N-ジメチルホルムアミド溶液 (1 → 30) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を 1 mol/L 塩酸試液に溶かし、100 mL とする。この液 10 mL をとり、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

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。

融点 186 ~ 190 °C

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g にメタノール 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし、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 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL にメタノール 40 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 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)。

(3) 類縁物質 本品 0.050 g を移動相 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 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 10 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、試料溶液のプラノプロフェン以外のピーク的面積はそれぞれ標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積より大きくなく、それらのピークの合計面積は、標準溶液のプラノプロフェンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：275 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 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：25 °C 付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム 7.02 g を水 1000 mL に溶かし、過塩素酸を用いて pH を 2.5 に調整する。この液 2 容量にアセトニトリル 1 容量を加える。

流量：プラノプロフェンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びパラオキシ安息香酸エチル 4 mg ずつを移動相 200 mL に溶かす。この液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、プラノプロフェン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 2.1 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たプラノプロフェンのピーク高さが 10 ~ 20 mm になるように調整する。

面積測定範囲：プラノプロフェンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 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 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 70 mL に溶かし、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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 25.527 mg C₂₇H₃₁N₉Na₂O₁₅P₂

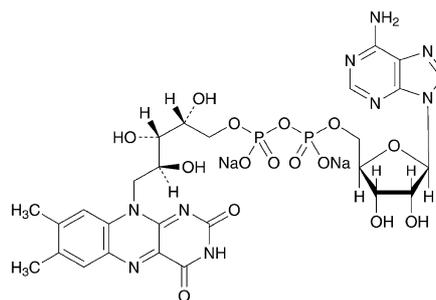
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム

Flavin Adenine Dinucleotide Sodium



C₂₇H₃₁N₉Na₂O₁₅P₂ : 829.51

Disodium 1-(6-amino-9H-purin-9-yl)-1-deoxy-β-D-ribofuranosin-5-yl (2R, 3S, 4S)-5-(3, 4-dihydro-7, 8-dimethyl-2, 4-dioxobenzopyridin-10(2H)-yl)-2, 3, 4-trihydroxypentyl diphosphate [84366-81-4]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フラビンアデニンジヌクレオチドナトリウム (C₂₇H₃₁N₉Na₂O₁₅P₂) 93.0 % 以上を含む。

性状 本品はだいたい黄色～淡黄褐色の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なおいがあり、味はわずかに苦い。

本品は水に溶けやすく、メタノール、エタノール (95)、エチレングリコール又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

本品は光によって分解する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 100000) は淡黄緑色で強い黄緑色の蛍光を発する。この液 5 mL に亜ジチオン酸ナトリウム 0.02 g を加えるとき、液の色及び蛍光は消えるが、空气中で振り混ぜるとき、徐々に再び現れる。また、液の蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を滴加するとき消える。

(2) 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。

(3) 本品 0.1 g に硝酸 10 mL を加え、水浴上で蒸発乾固し、更に強熱する。残留物に薄めた硝酸 (1 → 50) 10 mL を加えて 5 分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過するとき、液はナトリウム塩の定性反応及びリン酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈す