

$$S (\%) = \frac{m_i (g) \times V (mL)}{20 (mL) \times \text{試料採取量 (g)}} \times 100$$

V : ピペット毛細管挿入時の 20 cm 標線までの内容積(mL)

定量法

(1) カルシウム 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に量り、3 mol/L 塩酸試液 5 mL を加えて分散させ、これを下に 50 mL のメスフラスコの受器をおき、底にガラススクリューを入れた内径 12 mm、高さ 70 mm のクロマトグラフ管に 3 mol/L 塩酸試液少量を用いて完全に洗いこむ。更に 3 mol/L 塩酸試液を用いて液量が約 45 mL となるまで溶出する。次に水を加えて正確に 50 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、アンモニア試液を加えて、正確に pH 10 に調整した後、直ちに 0.05 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（指示薬：エリオクロムブラック T・塩化ナトリウム指示薬 0.04 g）。ただし、滴定の終点は、液の赤紫色が消え、青色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ & \text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 2.0039 \text{ mg Ca} \end{aligned}$$

(2) カリウム交換容量 本品を乾燥し、その約 1.0 g を精密に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液 50 mL を正確に加えて、120 分間かき混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にカリウム標準原液適量を正確に量り、0.02 mol/L 塩酸試液を加えて 1 mL 中にカリウム (K : 39.10) 0.5 ~ 2.5 μg を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で、原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y (mg) を求める。次の式によって本品の乾燥物 1 g のカリウム交換量を計算するとき、0.053 ~ 0.071 g である。

本品の乾燥物 1 g 当たりのカリウム (K) 交換量 (mg)

$$= \frac{X - 100Y}{W}$$

X : 交換前のカリウム標準原液 50 mL 中のカリウム量 (mg)

W : 採取した本品の乾燥物の量 (g)

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：カリウム中空陰極ランプ

波長：766.5 nm

貯 法 容 器 気密容器

ポリスチレンスルホン酸ナトリウム

Sodium Polystyrene Sulfonate

本品はスチレンとジビニルベンゼンとの共重合体にスルホン酸基を結合させ、ナトリウム型とした陽イオン交換樹脂で、

定量するとき、換算した脱水物に対し、ナトリウム (Na : 22.99) 9.4 ~ 11.0 % を含む。

本品の換算した脱水物 1 g は 0.110 ~ 0.135 g のカリウム (K : 39.10) と交換する。

性 状 本品は黄褐色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、エタノール (95)、アセトン又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム鉛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。

(2) 本品 1 g に希塩酸 10 mL を加え、かき混ぜた後、ろ過し、ろ液にアンモニア試液を加えて中性とした液はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) アンモニウム 本品 1.0 g をフラスコにとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて下面に潤した赤色リトマス紙を付けた時計皿で覆い、15 分間加熱するとき、発生するガスは赤色リトマス紙を青変しない。

(2) 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)。

(3) 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)。

(4) スチレン 本品 10.0 g をとり、アセトン 10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、遠心分離した上澄液を試料溶液とする。別にスチレン 0.010 g をとり、アセトンに溶かして正確に 100 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 100 mL とし、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う。それぞれの液のスチレンのピーク面積 A_T 及び A_s を測定するとき、A_T は A_s より大きくなり。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 : 254 nm)

カラム：内径約 4 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：室温

移動相：水/アセトニトリル混液 (1 : 1)

流量：スチレンの保持時間が 7 ~ 8 分になるように調整する。

カラムの選定：スチレン及びパラオキシ安息香酸ブチル 0.02 g ずつをアセトン 100 mL に溶かす。この液 5 mL をとり、アセトンを加えて 100 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸ブチル、スチレンの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たスチレンのピークの高さが 10 ~ 15 mm になるように調整する。

水 分 10.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法

(1) ナトリウム 本品の換算した脱水物約 1 g を精密に共栓ガラス容器に量り、3 mol/L 塩酸試液 50 mL を正確に加えて、60 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にナトリウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にナトリウム (Na : 22.99) 1 ~ 3 µg を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて、試料溶液中のナトリウム含量を求める。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン
支燃性ガス 空気
ランプ：ナトリウム中空陰極ランプ
波長：589.0 nm

(2) カリウム交換容量 本品の換算した脱水物約 1.5 g を精密に共栓ガラス容器に量り、カリウム標準原液 100 mL を正確に加え、15 分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とし、試料溶液とする。別にカリウム標準原液適量を正確に量り、水を加えて 1 mL 中にカリウム (K : 39.10) 1 ~ 5 µg を含むように正確に薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液から得た検量線を用いて試料溶液 1000 mL 中のカリウム含量 Y (mg) を求める。次の式によって本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム交換量を計算するとき、0.110 ~ 0.135 g である。

本品の換算した脱水物 1 g 当たりのカリウム(K)交換量(mg)

$$= \frac{X - 100Y}{W}$$

X : 交換前のカリウム標準原液 100 mL 中のカリウム量 (mg)

W : 脱水物に換算した本品の採取量 (g)

使用ガス：

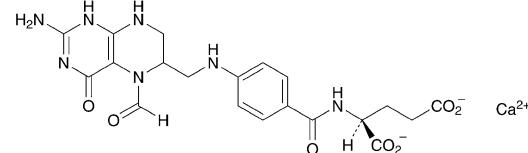
可燃性ガス アセチレン
支燃性ガス 空気
ランプ：カリウム中空陰極ランプ
波長：766.5 nm

貯 法 容 器 気密容器

ホリナートカルシウム

Calcium Folinate

ロイコボリンカルシウム



C₂₀H₂₁CaN₇O₇ : 511.50

Monocalcium N-[4-[(2-amino-5-formyl-1,4,5,6,7,8-hexahydro-4-oxopteridin-6-yl)methylamino]benzoyl]-L-glutamate [1492-18-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ホリナートカルシウム (C₂₀H₂₁CaN₇O₇) 95.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は淡黄色～黄色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水に極めて溶けやすく、酢酸 (100) に溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (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又はホリナートカルシウム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ホリナートカルシウム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。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) はカルシウム塩の定性反応 (2), (3) 及び (4) を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は黄色透明である。

(2) 重金属 本品 0.40 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 (50 ppm 以下)。

水分 本品約 0.2 g を乾燥した滴定フラスコに精密に量り、酢酸 (100) 25 mL に溶かす。次に水・メタノール標準液 10.0 mL を加え、水分測定用試液で終点まで滴定し、試験を行うとき、水分は 17.0 % 以下である。同様の方法で空試験を行い、補正する。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別に脱水物に換算したホリナートカルシウム標準品約 0.0175 g を精密に量り、移動相に溶かして正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 µL ずつを正確に量り、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のホリナートのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。