

下).

(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 2 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 2  $\mu$ 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、あらかじめアンモニア蒸気を飽和させた展開用容器を用い、クロロホルム/メタノール混液 (7 : 2) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドライゲンドルフ試液を均等に噴霧し、15 分間風乾した後、更に噴霧用ドライゲンドルフ試液を噴霧し、1 分後亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 20) を均等に噴霧し、直ちにガラスプレートを薄層板の上に置く。30 分後この薄層板を観察するととき、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 0.75 g を精密に量り、酢酸 (100) 80 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 = 51.67 mg ( $C_{12}H_{19}NO_2$ )<sub>2</sub> • H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

貯 法 容 器 気密容器。

## 硫酸バリウム

Barium Sulfate

BaSO<sub>4</sub> : 233.39

性 状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

本品は水、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。

本品は塩酸、硝酸又は水酸化ナトリウム試液に溶けない。

### 確認試験

(1) 本品 0.5 g をるつぼにとり、無水炭酸ナトリウム及び炭酸カリウムそれぞれ 2 g を加えてよく混ぜ、加熱して融解し、冷後、熱湯を加え、かき混ぜてろ過し、ろ液に塩酸を加えて酸性とした液は硫酸塩の定性反応を呈する。

(2) (1) の熱湯不溶物を水で洗った後、酢酸 (31) 2 mL に溶かし、必要ならばろ過する。この液はバリウム塩の定性反応を呈する。

### 純度試験

(1) 液性 本品 1.0 g に水 20 mL を加え、5 分間振り混ぜるとき、液は中性である。

(2) リン酸塩 本品 1.0 g に硝酸 3 mL 及び水 5 mL を加えて 5 分間煮沸し、冷後、水を加えてもとの容量とし、希硝酸で洗ったろ紙でろ過し、ろ液に等容量のモリブデン酸アンモニウム試液を加え、50 ~ 60 °C で 1 時間放置するとき、黄色の沈殿を生じない。

(3) 硫化物 本品 10 g を 250 mL の三角フラスコにとり、希塩酸 10 mL 及び水を加えて 100 mL とし、10 分間煮沸するとき、発生するガスは潤した酢酸鉛紙を黒変しない。

(4) 重金属 本品 5.0 g に酢酸 (100) 2.5 mL 及び水 50 mL を加え、10 分間煮沸し、冷後、アンモニア試液 0.5 mL 及び水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL を検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.5 mL に酢酸 (100) 1.25 mL、アンモニア試液 0.25 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下)。

(5) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 1 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)。

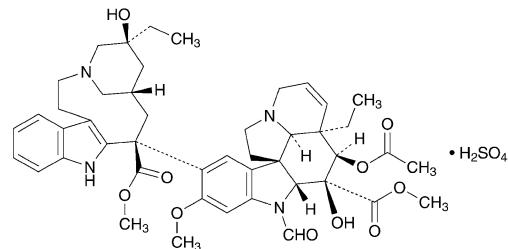
(6) 塩酸可溶物及び可溶性バリウム塩 (3) の液を冷却し、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 50 mL を水浴上で蒸発乾固する。これに塩酸 2 滴及び温湯 10 mL を加え、定量用ろ紙を用いてろ過し、温湯 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で再び蒸発乾固し、残留物を 105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 15 mg 以下である。残留物のある場合は、これに水 10 mL を加え、振り混ぜてろ過し、ろ液に希硫酸 0.5 mL を加え、30 分間放置するとき、液は混濁しない。

貯 法 容 器 密閉容器。

## 硫酸ビンクリスチン

Vincristine Sulfate

ビンクリスチン硫酸塩



$C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$  : 923.04

Methyl (3aR, 4R, 5S, 5aR, 10bR, 13aR)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[ (5S, 7S, 9S)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10-octahydro-3, 7-methano-3-azacycloundecino[5, 4-b]indol-9-yl]-6-formyl-5-hydroxy-8-methoxy-3a, 4, 5, 5a, 6, 11, 12, 13a-octahydro-1H-indolizino[8, 1-cd]carbazole-5-carboxylate monosulfate [2068-78-2]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、硫酸ビンクリスチン ( $C_{46}H_{56}N_4O_{10} \cdot H_2SO_4$ ) 95.0 ~ 105.0 % を含む。

性 状 本品は白色~淡黄白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、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。

本品は吸湿性である。

旋光度  $[\alpha]^{20}_{D}$  : +28.5 ~ +35.5 ° (乾燥物に換算したも) の 0.20 g, 水, 10 mL, 100 mm).

### 確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸四アンモニウムセリウム (IV)・リン酸試液 2 mL に溶かすとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 50000) 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 0.02 g を塩化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、アンモニア試液で pH を 9 ～ 10 に調整した後、クロロホルム 5 mL ずつで 2 回抽出する。クロロホルム抽出液を合わせ、塩化ナトリウム試液少量で洗った後、無水硫酸ナトリウム少量を加え、数分間放置する。脱脂綿を用いてろ過し、ろ液を減圧で蒸発乾固し、残留物を少量のクロロホルムに溶かす。この液につき、赤外吸収スペクトル測定法の溶液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 → 100) は硫酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 0.010 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.5 ～ 4.5 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.025 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 類縁物質 本品 0.025 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。これらの液 20 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、試料溶液の主ピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のビンクリスチンのピーク面積より大きくなり。また、試料溶液の主ピーク以外のピーク面積は、いずれも標準溶液のビンクリスチンのピーク面積の  $\frac{2}{5}$  より大きくなり。

#### 操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：297 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクチ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：メタノールを移動相 A とし、水/ジエチルアミン混液 (197 : 3) にリン酸を加え、pH を 7.5 に調整した液を移動相 B とする。試料注入後 24 分間は移動相 A/移動相 B 混液 (31 : 19) を送液し、次の 30 分間は移動相 A の割合を毎分 1 % ずつ増加させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液する。次の 4 分間は移動相 A の割合を毎分 7.5 % ずつ減少させながら移動相 A/移動相 B 混液を送液し、その後は移動相 A/移動相 B 混液 (31 : 19) を送液する。

流量：ビンクリスチンの保持時間が約 19 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び硫酸ビンプラスチン 0.010 g ずつを水 100 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、ビンクリスチン、ビンプラスチンの順に溶出し、その分離度が 4 以上のもの用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たビンクリスチンのピーク高さが 5 ～ 15 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からビンクリスチンの保持時間の約 3 倍の範囲

乾燥減量 12.0 % 以下 (0.05 g, 減圧, 105 °C, 2 時間)。

定量法 本品約 0.01 g を精密に量り、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 296 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する。

$$\text{硫酸ビンクリスチン} (\text{C}_{46}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_{10} \cdot \text{H}_2\text{SO}_4) \text{の量 (mg)} = \frac{A}{177} \times 5000$$

#### 貯 法

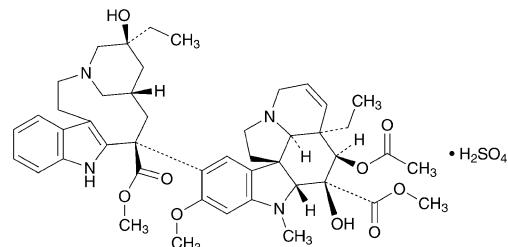
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 密封容器。

## 硫酸ビンプラスチン

Vinblastine Sulfate

ビンプラスチン硫酸塩



$\text{C}_{46}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$  : 909.05

Methyl (3aR, 4R, 5S, 5aR, 10bR, 13aR)-4-acetoxy-3a-ethyl-9-[(5S, 7S, 9S)-5-ethyl-5-hydroxy-9-methoxycarbonyl-1, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10-octahydro-3, 7-methano-3-azacycloundecino[5, 4-*b*]indol-9-yl]-5-hydroxy-8-methoxy-6-methyl-3a, 4, 5, 5a, 6, 11, 12, 13a-octahydro-1*H*-indolizino[8, 1-*cd*]carbazole-5-carboxylate monosulfate [143-67-9]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、硫酸ビンプラスチン ( $\text{C}_{46}\text{H}_{58}\text{N}_4\text{O}_9 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ) 96.0 ～ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

本品は水にやや溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、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。

本品は吸湿性である。

旋光度  $[\alpha]_D^{20} : -28 \sim -35^\circ$  (乾燥物に換算したもの 0.20 g, メタノール, 10 mL, 100 mm).

#### 確認試験

(1) 本品 5 mg を硫酸四アンモニウムセリウムIV・リン酸試液 2 mL に溶かすとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 50000) 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硫酸ビンプラスチン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