

製 法

リン酸ジヒドロコデイン	10 g
乳 糖	適 量
全 量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液(1→100)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281～285 nmに吸収の極大を示す。

定量法 本品約5 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105°Cで4時間乾燥し、その減量を測定しておく)約0.05 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、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フ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

リン酸ジヒドロコデイン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)

$$= \text{乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液(3→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約4 mm、長さ15～25 cmのステンレス管に約5 μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリ化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000)500 mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液でpH 3.0に調整する。この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを加えて混和する。

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ジヒドロコデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

リン酸ジヒドロコデイン散 10%

10% Dihydrocodeine Phosphate Powder

ジヒドロコデインリン酸塩散 10%

リン酸ジヒドロコデイン 10倍散

リン酸ヒドロコデイン 10倍散

本品は定量するとき、リン酸ジヒドロコデイン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$: 399.38) 9.3～10.7 %を含む。

製 法

リン酸ジヒドロコデイン	100 g
乳 糖	適 量
全 量	1000 g

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液(1→1000)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281～285 nmに吸収の極大を示す。

定量法 本品約2.5 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、水を加えて20 mLとし、試料溶液とする。別に定量用リン酸ジヒドロコデイン(別途105°Cで4時間乾燥し、その減量を測定しておく)約0.05 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、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フ法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

リン酸ジヒドロコデイン($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)

$$= \text{乾燥物に換算した定量用リン酸ジヒドロコデインの量(mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液(3→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約4 mm、長さ15～25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリ化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000)500 mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液でpH 3.0に調整する。この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを加えて混和する。

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるよう調整する。

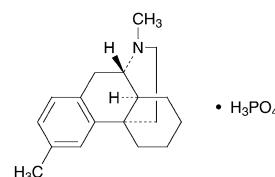
カラムの選定：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ジヒドロコデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

リン酸ジメモルファン

Dimemorfan Phosphate

ジメモルファンリン酸塩



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$: 353.39

(9S, 13S, 14S)-3, 17-Dimethylmorphinan monophosphate
[36304-84-4]

本品を乾燥したものは定量するとき、リン酸ジメモルファン($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$) 98.5 %以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸(100)に溶けやすく、水又はメタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約265°C(分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→5000)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。

(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)2mLに硝酸銀試液2~3滴を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、希硝酸を追加するとき、沈殿は溶ける。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +25 \sim +27^\circ$ (乾燥後、1g、メタノール、100mL、100mm)。

pH 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは4.0~5.0である。

純度試験

(1) 重金属 本品1.0gをとり、第1法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える(20ppm以下)。

(2) ヒ素 本品1.0g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。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10)10mLを用いる(2ppm以下)。

(3) 類縁物質 本品0.10gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100mL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10μL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。次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水(28)混液(150:150:1)を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに噴霧用ドライガンドルフ試液を均等に噴霧するとき、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(1g, 105°C, 3時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約0.6gを精密に量り、酢酸(100)100mLに溶かし、0.1mol/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。

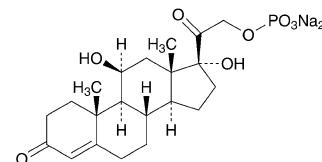
0.1mol/L過塩素酸1mL = 35.339mg C₁₈H₂₅N·H₃PO₄

貯法容器 気密容器

リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム

Hydrocortisone Sodium Phosphate

ヒドロコルチゾンリン酸エステルナトリウム塩



C₂₁H₂₉Na₂O₈P : 486.40

Disodium 11β, 17, 21-trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione 21-phosphate [6000-74-4]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム(C₂₁H₂₉Na₂O₈P)96.0~102.0%を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくく、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。

確認試験

(1) 本品2mgに硫酸2mLを加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を発し、徐々にだいだい黄色を経て暗赤色に変わる。この液は紫外線(主波長254nm)を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発する。この液に注意して水10mLを加えるとき、液は黄色からだいだい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト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リン酸ヒドロコルチゾンナトリ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。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びリン酸ヒドロコルチゾンナトリウム標準品をそれぞれメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

(3) 本品1.0gを少量の硫酸で潤し、徐々に加熱して灰化する。冷後、残留物を希硝酸10mLに溶かし、水浴中で30分間加熱する。冷後、必要ならばろ過する。この液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +121 \sim +129^\circ$ (乾燥物に換算したもの 1g, pH 7.0 のリン酸塩緩衝液、100mL、100mm)。

pH 本品1.0gを水100mLに溶かした液のpHは7.5~9.5である。

純度試験

(1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色～微黄澄明である。

(2) 塩化物 本品0.30gを水20mLに溶かし、希硝酸6mL及び水を加えて100mLとする。この液5mLをとり、水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸0.25mLを加える(0.600%以下)。