

(3) ヒ素 本品 2.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 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 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 5 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア水 (28) /アセトン/エタノール (99.5) 混液 (8:3:3:2) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 4-ジメチルアミノシンナムアルデヒド試液を均等に噴霧した後、15 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点の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。

水分 8.0 ~ 9.5 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 10 mL に溶かし、酢酸 (100) 60 mL を加え、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。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 9.207 \text{ mg } C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$$

貯 法 容 器 密閉容器。

リン酸ピペラジン錠

Piperazine Phosphate Tablets
ピペラジンリン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するリン酸ピペラジン ($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$: 202.15) を含む。

製 法 本品は「リン酸ピペラジン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「リン酸ピペラジン」0.1 g に対応する量をとり、水 10 mL を加え、10 分間加温しながら振り混ぜた後、放冷し、ろ過する。ろ液 3 mL にライネッケ塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

崩壊試験 試験を行うとき、これに適合する。ただし、試験時間は 10 分間とする。

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。リン酸ピペラジン ($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、ギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。残留物にギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜ、再び遠心分離して上澄液をとる。更に酢酸 (100) 5 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返し、全上澄液を合わせ、酢酸 (100) 50 mL を加え、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。

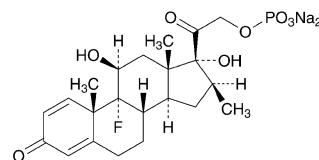
$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ = 10.107 \text{ mg } C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$$

貯 法 容 器 気密容器。

リン酸ベタメタゾンナトリウム

Betamethasone Sodium Phosphate

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム



$C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$: 516.40

Disodium 9-fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 β -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione 21-phosphate [151-73-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ベタメタゾンナトリウム ($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で、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。

融点：約 213 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は褐色を呈し、徐々に黒褐色に変わる。

(2) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 mL 及び水 20 mL の混液を吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物の定性反応 (2) を呈する。

(3) 本品 0.04 g を白金るつぼにとり、加熱して炭化する。冷後、硝酸 5 滴を加え、強熱し、灰化する。残留物に薄めた硝酸 (1 → 50) 10 mL を加えて数分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過し、試料溶液とする。試料溶液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応を呈する。

(4) 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考スペクトル又は乾燥したリン酸ベタメタ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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +99 ~ +105 ° (脱水物換算, 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm).

pH 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 9.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 遊離リン酸 本品約 0.02 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、試料溶液とする。別にリン酸標準液 4 mL を正確に量り、水 20 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれに希硫酸 7 mL, モリブデン酸アン

モニウム・硫酸試液 2 mL 及び硫酸 4-メチルアミノフェノール試液 2 mL ずつを正確に加え、よく振り混ぜ、20 ± 1 °C で 15 分間放置した後、それぞれに水を加えて正確に 50 mL とし、20 ± 1 °C で 15 分間放置する。これらの液につき、水 20 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 730 nm における吸光度 A_T 及び A_s を測定するとき、遊離リン酸の量は 0.5 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の含量 (\%)} = \frac{A_T}{A_s} \times \frac{1}{W} \times 10.32$$

W : 脱水物に換算した本品の量 (mg)

(3) ベタメタゾン 本品 0.020 g をとり、メタノール 2 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にベタメタゾン標準品 0.020 g をとり、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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。次に新たに調製した 1-ブタノール/水/無水酢酸混液 (3 : 1 : 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、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

水 分 10.0 % 以下 (0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

定量法 本品及びリン酸ベタメタゾンナトリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分を測定しておく)約 0.02 g ずつを精密に量り、それをメタノールに溶かし、正確に 20 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。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い、内標準物質のピーク面積に対するリン酸ベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_s を求める。

リン酸ベタメタゾンナトリウム ($C_{22}H_{28}FNa_2O_8P$) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したリン酸ベタメタゾンナトリウム標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_s}$$

内標準溶液：パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (1 → 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 7 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：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 1.6 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.2 g 及びリン酸二水素カリウム 6.9 g を水 1000 mL に溶かした液にメタノール 1500 mL を加える。

流量：リン酸ベタメタゾンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で

操作するとき、リン酸ベタメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器。

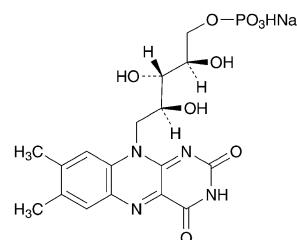
リン酸リボフラビンナトリウム

Riboflavin Sodium Phosphate

リボフラビンリン酸エステルナトリウム

ビタミン B₂ リン酸エステル

リン酸リボフラビン



$C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$: 478.33

Monosodium (2*R*, 3*S*, 4*S*)-5-(3, 4-dihydro-7, 8-dimethyl-2, 4-dioxobenzo[*g*]pteridin-10(2*H*)-yl)-2, 3, 4-trihydroxypentyl monohydrogenphosphate [130-40-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸リボフラビンナトリウム ($C_{17}H_{20}N_4NaO_9P$) 92.0 % 以上を含む。

性 状 本品は黄色～だいだい黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味はやや苦い。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール (95), クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって分解する。

本品は極めて吸湿性である。

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、空気中で振り混ぜると、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) 本品の水溶液 (1 → 100000) 10 mL を共栓試験管にとり、水酸化ナトリウム試液 1 mL を加え、20 ~ 40 °C で 10 ~ 30 ワットの蛍光灯を 20 cm の距離から 30 分間照射した後、酢酸 (31) 0.5 mL を加えて酸性とし、クロロホルム 5 mL を加え、よく振り混ぜると、クロロホルム層は黄緑色の蛍光を発する。

(3) 本品の pH 7.0 のリン酸塩緩衝液溶液 (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られる。

(4) 本品 0.05 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