

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 0.5% 以下 (1 g, 減圧, 105°C, 3 時間)。
強熱残分 0.30% 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、アセトン 50 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ テトラブチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ = 32.116 \text{ mg } C_{15}H_{10}Cl_2N_2O_2$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ワルファリンカリウム

Warfarin Potassium



$C_{19}H_{15}KO_4$: 346.42

Monopotassium (*RS*)-2-oxo-3-(3-oxo-1-phenylbutyl)-chromen-4-olate [2610-86-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、ワルファリンカリウム ($C_{19}H_{15}KO_4$) 98.0 ~ 102.0% を含む。

性 状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

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

本品は光によって変色する。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 25 mL に溶かし、希塩酸 3 滴を加え、生じた沈殿をろ取し、水 5 mL ずつで 4 回洗い、105°C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 157 ~ 167°C である。

(2) 本品の 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液溶液 (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 1 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。また、本品の 0.02 mol/L 塩酸試液溶液 (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 2 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) (1) 得たろ液はカリウム塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 7.2 ~ 8.3 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) アルカリ呈色物 本品 1.0 g をとり、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20) に溶かし、正確に 10 mL とする。この液につき、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 20) を対照とし、15 分以内に紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 385 nm における吸光度は、0.20 以下である。

(3) 重金属 本品 2.0 g をエタノール (95) 30 mL に溶かし、希酢酸 2 mL 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は鉛標準液 2.0 mL に希酢酸 2 mL 及びエタノール (95) を加えて 50 mL とする (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)。

乾燥減量 10.0% 以下 (1 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 24.3 ~ 25.7% (乾燥後、0.4 g, 700°C)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.1 g を精密に量り、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 1000 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 308 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

$$\text{ワルファリンカリウム } (C_{19}H_{15}KO_4) \text{ の量 (mg)} \\ = \frac{A}{405} \times 100000$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

ワルファリンカリウム錠

Warfarin Potassium Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105% に対応するワルファリンカリウム ($C_{19}H_{15}KO_4$: 346.42) を含む。

製 法 本品は「ワルファリンカリウム」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 定量法の T_2 液につき、0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を対照として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 306 ~ 310 nm に吸収の極大を示し、258 ~ 262 nm に吸収の極小を示す。また、定量法の T_1 液につき、0.02 mol/L 塩酸試液を対照として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 及び 303 ~ 307 nm に吸収の極大を示し、243 ~ 247 nm に吸収の極小を示す。

(2) 本品の表示量に従い「ワルファリンカリウム」0.01 g に対応する量をとり、アセトン 10 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を水浴上で加温してアセトンを蒸発する。残留物にジエチルエーテル 10 mL 及び希塩酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、水層はカリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、粉末とし、水 40 mL を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中にワルファリンカリウム ($C_{19}H_{15}KO_4$) 約 20 μg を含む液となるように水を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 5 mL

を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ワルファリンカリウムを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 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。試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.05 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 25 mL とし、T₁ 液及び S₁ 液とする。別に試料溶液及び標準溶液 20 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.05 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 25 mL とし、T₂ 液及び S₂ 液とする。T₁ 液については T₂ 液を対照とし、S₁ 液については S₂ 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。T₁ 液及び S₁ 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ワルファリンカリウム (C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用ワルファリンカリウムの量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V}{2000} \end{aligned}$$

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。ワルファリンカリウム (C₁₉H₁₅KO₄) 約 4 mg に対応する量を精密に量り、水 80 mL を加えて 15 分間激しく振り混ぜた後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ワルファリンカリウムを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.08 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 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。試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.02 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし、T₁ 液及び S₁ 液とする。別に試料溶液及び標準溶液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに 0.02 mol/L 水酸化カリウム試液を加えて正確に 20 mL とし、T₂ 液及び S₂ 液とする。T₁ 液については T₂ 液を対照とし、S₁ 液については S₂ 液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。T₁ 液及び S₁ 液の波長 272 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ワルファリンカリウム (C}_{19}\text{H}_{15}\text{KO}_4\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{定量用ワルファリンカリウムの量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{20} \end{aligned}$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。