

ウム試液 2 mL 及び二酸化マンガン 40 mg を加え、水浴上で 30 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液 1 mL に 2-プロパノール 5 mL を加えて試料溶液とする。この液 3 mL にバルビタール緩衝液 2 mL、2-プロパノール 4 mL 及び新たに製した 2,6-ジプロモ-N-クロロ-1,4-ベンゾキノモノイミンのエタノール (95) 溶液 (1 → 4000) 2 mL を加えるとき、液は青色を呈する。また、試料溶液 1 mL にホウ酸飽和溶液 1 mL を加えた後、同様の操作を行うとき、液は青色を呈しない (ピリドキシン)。

(4) 本品 0.5 g をとり、エタノール (95) 10 mL を加え、よく振り混ぜてろ過する。ろ液 1 mL を水浴上で蒸発乾固する。残留物に 1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.01 g を加え、5 ~ 6 秒間穏やかに加熱して融解し、冷後、水酸化カリウム・エタノール試液 4 mL を加えるとき、液は赤色を呈する (ニコチン酸アミド)。

(5) 本品 1 g に薄めたエタノール (7 → 10) 5 mL を加え、振り混ぜてろ過し、ろ液を試料溶液とする。別に硝酸チアミン、リボフラビン、塩酸ピリドキシン及びニコチン酸アミド 0.01 g ずつをそれぞれ水 1 mL, 50 mL, 1 mL 及び 1 mL に溶かし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) 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 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル (混合蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/エタノール (95) /酢酸 (100) 混液 (100 : 50 : 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 (広域波長) を照射するとき、試料溶液から得た 4 個のスポットは、標準溶液 (1)、標準溶液 (2)、標準溶液 (3) 及び標準溶液 (4) から得たそれぞれのスポットと色調及び R_f 値が等しい。

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

人全血液

Whole Human Blood

本品はヒト血液に血液保存液を混合して保存した液状の注射剤である。

本品は生物学的製剤基準の人全血液の条に適合する。

性状 本品は濃赤色の液で、静置するとき、赤血球の沈層と黄色の液層とに分かれ、主として白血球からなる灰色の層が沈層の表面に見られることがある。液層は、脂肪により混濁することがあり、また、ヘモグロビンによる弱い着色を認めることがある。

人免疫グロブリン

Human Normal Immunoglobulin

本品はヒトの血清グロブリン中の免疫グロブリン G を含む液状の注射剤である。

本品は生物学的製剤基準の人免疫グロブリンの条に適合する。

性状 本品は無色～黄褐色澄明の液である。

ヒドロキシプロピルセルロース

Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースのヒドロキシプロピルエーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシプロピル基 ($-\text{OC}_3\text{H}_6\text{OH}$: 75.09) 53.4 ~ 77.5 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

本品はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品に水又はエタノール (95) を加えるとき、粘稠性のある液となる。

確認試験

(1) 本品 1 g に水 100 mL を加え、70 °C の水浴中で 5 分間かき混ぜながら加熱した後、振り混ぜながら冷却する。更に均質な粘性の液になるまで室温で放置し、試料溶液とする。試料溶液 2 mL にアントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき、境界面は青色～緑色を呈する。

(2) (1) の試料溶液を水浴中で加熱するとき、白濁又は白色の沈殿を生じ、冷却するとき、白濁又は沈殿は消失する。

(3) 本品 1 g にエタノール (95) 100 mL を加え、かき混ぜて放置するとき、均質な粘稠性のある液となる。

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 50 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 高さ 250 mm、内径 25 mm、厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを外管とし、高さ 300 mm、内径 15 mm、厚さ 2 mm のガラス円筒の底に厚さ 2 mm の良質ガラス板を密着させたものを内管とし、その外管に、本品 1.0 g を水 100 mL に加えてかき混ぜながら 70 °C の水浴中で加熱し、室温まで冷却した溶液を入れる。これを幅 1 mm、間隔 1 mm の 15 本の平行線を黒色で書いた白紙の上に置き、内管を上下して、その上部から観察し、線が区別できなくなったときの内管の下端までの液の高さを測定する。この操作を 3 回繰り返して得た平均値は、次の比較液を用いて同様に操作して得た平均値より大きい。

比較液: 0.005 mol/L 硫酸 5.50 mL に希塩酸 1 mL、エタノール (95) 5 mL 及び水を加えて 50 mL とし、これに塩化バリウム試液 2 mL を加えて混和し、10 分間放置した後、よく振り混ぜて用いる。

(2) 塩化物 本品 1.0 g を水 30 mL に加え、水浴中でかき混ぜながら 30 分間加熱した後、熱時ろ過する。残留物を熱湯 15 mL ずつで 3 回洗い、洗液はろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL に希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.142 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) の試料溶液 40 mL に希塩酸 1 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.048 % 以下)。

(4) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(5) 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 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g)。

定量法

(i) 装置 分解瓶: 5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm, 首部までの高さが 50 mm, 高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。

加熱器: 厚さ 60 ~ 80 mm の角型金属アルミニウム製ブロックに直径 20.6 mm, 深さ 32 mm の穴をあけたもので、ブロック内部の温度を ±1 °C の範囲で調節できる構造を有するもの。

(ii) 操作法 本品を乾燥し、その約 0.065 g を精密に量り、分解瓶に入れ、アジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を加え、密栓し、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、加熱器を用い 150 °C で 5 分ごとに振り混ぜながら、30 分間加熱し、更に 30 分間加熱を続ける。冷後、その質量を精密に量り、減量が 10 mg 以下のものの上層を試料溶液とする。別にアジピン酸 0.065 g, 内標準溶液 2.0 mL 及びヨウ化水素酸 2.0 mL を分解瓶にとり、密栓し、その質量を精密に量り、定量用ヨウ化イソプロピル 50 μL を加え、その質量を精密に量る。分解瓶を 30 秒間振り混ぜた後、上層を標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガス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ヨウ化イソプロピルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

ヒドロキシプロポキシ基 ($C_3H_7O_2$) の量 (%)

$$= \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{W_S}{\text{試料の量 (mg)}} \times 44.17$$

W_S : 標準溶液中のヨウ化イソプロピルの量 (mg)

内標準溶液 *n*-オクタン-*o*-キシレン溶液 (1 → 25)

操作条件

検出器: 熱伝導度型検出器又は水素炎イオン化検出器。

カラム: 内径約 3 mm, 長さ約 3 m のガラス管に、ガスクロマトグラフ用メチルシリコンポリマーを 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 20 % の割合で被覆させたものを充てんする。

カラム温度: 100 °C 付近の一定温度

キャリアーガス: 熱伝導度型検出器を用いる場合はヘリウム、水素炎イオン化検出器を用いる場合はヘリウム又は窒素

流量: 内標準物質の保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、ヨウ化イソプロピル、内標準物質の順に流出し、それぞれのピークが完全に分離するものを用いる。

貯法 容器 密閉容器。

低置換度ヒドロキシプロピルセルロース

Low Substituted Hydroxypropylcellulose

本品はセルロースの低置換度ヒドロキシプロピルエーテルである。

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロキシプロポキシ基 ($-OC_3H_6OH$: 75.09) 5.0 ~ 16.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末又は粒で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はエタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) に溶け、粘稠性のある液となる。

本品に水、炭酸ナトリウム試液又は 2 mol/L 塩酸試液を加えるとき、膨潤する。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 2 mL を加え、振り混ぜて懸濁液とした後、アントロン試液 1 mL を穏やかに加えるとき、接界面は青色～青緑色を呈する。

(2) 本品 0.1 g に水 10 mL を加え、かき混ぜて懸濁させた後、水酸化ナトリウム 1 g を加え、更にかき混ぜ、均質となった液を試料溶液とする。試料溶液 0.1 mL をとり、薄めた硫酸 (9 → 10) 9 mL を加え、よく振り混ぜ、水浴中で正確に 3 分間加熱した後、直ちに氷水浴中で冷却し、ニンヒドリン試液 0.6 mL を注意して加え、振り混ぜて 25 °C で放置するとき、液は初め紅色を呈し、100 分間以内に紫色に変わる。

(3) (2) の試料溶液 5 mL をとり、アセトン/メタノール混液 (4:1) 10 mL を加え、振り混ぜるとき、白色綿状の沈殿を生じる。

pH 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加え、振り混ぜた液の pH は 5.0 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に熱湯 30 mL を加え、よくかき混ぜ、水浴上で 10 分間加熱した後、熱時傾斜して上澄液より順次ろ過し、残留物を熱湯 50 mL でよく洗い、洗液はろ液に合わせ、冷後、水を加えて 100 mL とする。この液 5 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.355 % 以下)。

(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 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 6.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 1 時間)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

定量法

(i) 装置 分解瓶: 5 mL のガラス製耐圧ねじ口瓶で、底部の内側が円すい状となっており、外径 20 mm, 首部までの高さが 50 mm, 高さ約 30 mm までの容積が 2 mL で、栓は耐熱性樹脂製、内栓又はシールはフッ素樹脂製のもの。