

事務連絡
平成24年5月31日

各都道府県衛生主管部（局）
薬務主管課 御中

厚生労働省医薬食品局審査管理課

鎮痒消炎薬の規格及び試験方法について

「鎮痒消炎薬の製造販売承認事務の取扱について」については、平成24年1月19日付け薬食審査発0119第1号厚生労働省医薬食品局審査管理課長通知により通知したところですが、今般、別添のとおり基準収載成分であって日本薬局方等の公定書に収載されていない成分の規格及び試験方法を取りまとめましたので、審査の際の参考として送付します。



鎮痒消炎薬の規格及び試験方法

平成 24 年 5 月 3 1 日

厚生労働省医薬食品局審査管理課

この資料は、地方委任された鎮痒消炎薬の有効成分の規格及び試験方法についてまとめたものである。下記の事項に留意の上、審査の際の参考とされたい。

記

1. 地方委任された鎮痒消炎薬の有効成分の第十六改正日本薬局方（日局 16）、日本薬局方外医薬品成分規格（局外規）への収載状況は別紙Ⅰのとおりであること。
2. 日局 16、局外規に収載されている成分は、原則としてその規格のものを使用させること。
3. 日局 16、局外規に収載されていない有効成分の規格及び試験方法を別紙のⅡに参考として示したが、本規格及び試験方法は承認前例を調査検討の上まとめたものであり、この資料の内容に適合しないものでも、承認前例のあるものについては、内容を検討の上、認めて差し支えないこと。

別紙

目次

I. 日局 16、局外規への収載状況	1
II. 日局 16、局外規に収載されていない有効成分の規格及び試験方法	
1. クロルフェニラミン	3
2. グリチルリチン酸	5
3. グリチルリチン酸-アンモニウム	7
4. イソプロピルメチルフェノール	9
5. オキシポリエトキシドデカン	12
6. ジブカイン	14
7. リドカイン塩酸塩	16
8. d-ボルネオール	18

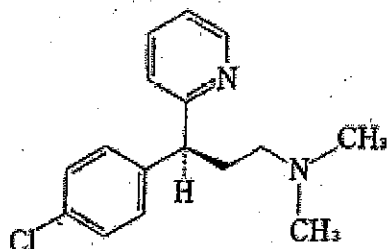
I. 日局 16、局外規への収載状況

区分		有効成分	規格
I 欄	1 項	コルチゾン酢酸エステル	日局
		デキサメタゾン酢酸エステル	局外規
		デキサメタゾン	日局
		ヒドロコルチゾン酢酸エステル	日局
		ヒドロコルチゾン	日局
		プレドニゾン酢酸エステル	日局
		プレドニゾン	日局
	2 項	ヒドロコルチゾン酪酸エステル	日局
		プレドニゾン吉草酸エステル酢酸エステル	局外規
	II 欄	1 項	イソチペンジル塩酸塩
クロルフェニラミン			別紙規格
クロルフェニラミンマレイン酸塩			日局
ジフェンヒドラミン			日局
2 項		ジフェンヒドラミン塩酸塩	日局
III 欄	クロタミトン	局外規	
IV 欄	グリチルリチン酸及びその塩類		
		グリチルリチン酸	別紙規格
		グリチルリチン酸一アンモニウム	別紙規格
		グリチルリチン酸二カリウム	局外規
	グリチルレチン酸	局外規	
V 欄	サリチル酸グリコール		局外規
	サリチル酸メチル		日局
VI 欄	アラントイン		局外規
VII 欄	イソプロピルメチルフェノール		別紙規格

		ベンザルコニウム塩化物	日局
		ベンゼトニウム塩化物	日局
VIII欄		カラミン	局外規
		酸化亜鉛	日局
IX欄		アミノ安息香酸エチル	日局
		オキシポリエトキシドデカン	別紙規格
		ジブカイン	別紙規格
		ジブカイン塩酸塩	日局
		リドカイン	日局
		リドカイン塩酸塩	別紙規格
X欄	1項	d - カンフル	日局
		d l - カンフル	日局
	2項	ハッカ油	日局
		d l - メントール	日局
		l - メントール	日局
	3項	d - ボルネオール	別紙規格
X I 欄		アンモニア水	日局
X II 欄	1項	トコフェロール	日局
		トコフェロール酢酸エステル	日局
	2項	パンテノール	局外規
	3項	ビタミンA油	日局
		レチノールパルミチン酸エステル	日局

II. 日局 16、局外規に記載されていない有効成分の規格及び試験方法

1. クロルフエニラミン



$C_{16}H_{19}ClN_2$: 274.80

本品は定量するときクロルフエニラミン ($C_{16}H_{19}ClN_2$) 98.0% 以上を含む。

性状

本品は淡黄色油状の液体で、わずかに特異なにおいを有する。本品は水にほとんど溶けない。エタノール (99.5)、ジエチルエーテルに混和する。

屈折率 n^{20}_D : 約 1.56。

沸点 195°C (減圧 0.67 kPa)。

確認試験

- (1) 本品 0.1 g に薄めた希塩酸 (1→10) を加え微に酸性とした後、ライネック塩試液を加える時、淡紅色の沈殿を生じる。
- (2) 本品につき、炎色反応試験 (2) を行うとき、緑色を呈する。
- (3) 本品 0.5 g をあらかじめ 65°C に加温した 2, 4, 6-トリニトロフェノールの飽和エタノール溶液 20 mL に加え、 65°C に 20 分間保ち、エタノール 20 mL を加え、更に 65°C に 10 分間以上放置するとき、黄色の沈殿を生じる。これをろ過し、乾燥して得た黄色結晶の融点は $197\sim 200^\circ\text{C}$ である。

純度試験

- (1) 本品 0.3 g をエタノール 2 mL に溶かし、クロロホルム 5 滴、水酸化カリウム試液 0.5 mL を加え加熱するとき、液は赤色を呈するが、イソシアニド臭を発してはならない。
- (2) 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)。

強熱残分 0.1% 以下 (1 g)。

定量法

本品約 0.3 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 = 13.74 mg $C_{16}H_{19}ClN_2$

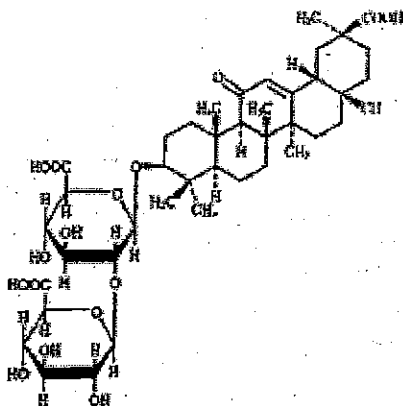
貯法

保存条件 遮光して、ほとんど全満して保存する。

容器 気密容器

(注) 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

2. グリチルリチン酸



$C_{42}H_{62}O_{16}$: 822.93

本品は定量するとき、換算した脱水物に対して、グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) 95.0%以上を含む。

性状

本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、特異な甘味がある。

本品はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

- (1) 本品0.5gを水酸化ナトリウム試液5mLに溶かし、1mol/L塩酸試液15mLを加え、10分間穏やかに煮沸し、冷後、沈殿をろ取し、水で洗い、105℃で1時間乾燥する。乾燥物のエタノール (95) 溶液 (1→1000) 1mLに2,6-ジエーテールブチルクレゾール試液0.5mL及び水酸化ナトリウム溶液 (1→5) 1mLを加え、水浴上で30分間加熱するとき、赤紫色～紫色の浮遊物を生じる。
- (2) (1)のろ液1mLにナフトレゾルシン (*) 0.01g及び塩酸5滴を加え、1分間煮沸した後、5分間放置し、直ちに冷却する。この液に酢酸エチル5mLを加えて振り混ぜるとき、酢酸エチル層は赤紫色を呈する。

pH

本品の水/エタノール (95) 混液 (1:1) 溶液 (1→100) のpHは2.5～3.5である。

純度試験

- (1) 溶状 本品1.0gにエタノール20mLを加えて溶かすとき、液は無色またはわずかに黄色で澄明である。
- (2) アンモニア 本品0.2gに熱湯20mLを加えてよく振り混ぜた後、水酸化ナトリウム試液5mLを加えて加熱するとき、発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない。
- (3) 重金属 本品2.0gをとり、第4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).

(4) ヒ素 本品 0.5 g をとり, 第 4 法により検液を調製し, 試験を行う (4 ppm 以下).

水分 6.0% 以下 (1 g, 105°C, 1 時間).

強熱残分 0.2% (1 g).

定量法

本品を乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 希エタノールを加えて正確に 250 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, 希エタノールを加えて正確に 100 mL とし試料溶液とする. 別にニコチン酸アミド標準品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥した後, その約 0.05 g を精密に量り, 希エタノールを加えて正確に 250 mL とする. この液 10 mL を正確に量り, 希エタノールを加えて正確に 100 mL とし標準溶液とする. 試料溶液につき, 波長 252 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_T , 標準溶液につき, 波長 262 nm 付近における吸収の極大波長における吸光度 A_S をそれぞれ測定する.

グリチルリチン酸 ($C_{42}H_{62}O_{16}$) の量 (%)

$$= 2 \times A_T / (A_S \times 1.151) \times M_S / M_T \times 100$$

M_S : ニコチン酸アミド標準品の秤取量 (mg)

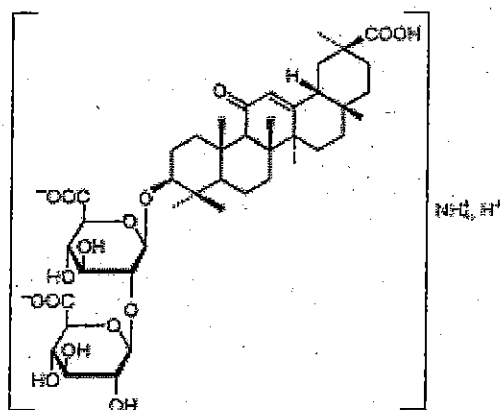
M_T : 本品の秤取量 (mg)

貯法 容器 気密容器

(*) ナフトレゾルシン: 薬添基 ナフトレゾルシン

(注) 本規格及び試験方法は, 別に規定するもののほか, 日局の通則及び一般試験法を準用する.

3. グリチルリチン酸一アンモニウム



$C_{42}H_{65}NO_{16}$: 839.96

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、グリチルリチン酸一アンモニウム ($C_{42}H_{65}NO_{16}$) 95.0%以上を含む。

性状

本品は白色の粉末で、特異な甘味がある。本品は水にやや溶けやすく、希エタノールにやや溶けにくい。

確認試験

- (1) 本品0.5gに1mol/L塩酸試液10mLを加え、10分間煮沸し、冷後、沈殿をろ取し、水で洗い、105℃で1時間乾燥する。乾燥物のエタノール(99.5)溶液(1→1000)1mLに2,6-ジエチルピリドン試液0.5mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5)1mLを加え、水浴上で30分間加熱するとき、赤紫色～紫色の浮遊物を生じる。
- (2) 本品0.2gに水5mL及び塩酸3mLを加えて蒸留し、留液に2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・エタノール試液2～3滴を加えるとき、だいたい赤色の沈殿を生ずる。
- (3) 本品の熱水溶液(1→100)はアンモニウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

- (1) 溶状 本品0.2gに希エタノール30mLを加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 重金属 強熱残分で得た残留物に希酢酸2mLを加えて溶かし、水を加え、必要ならばろ過し50mLとする。これを検液とし、第2法により操作し、試験を行う。比較液は鉛標準液1.0mLを加える(10ppm以下)。
- (3) ヒ素 本品0.5gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(4ppm以下)。
- (4) 塩化物 本品0.50gをとり希硝酸3mL及び希エタノールを加えて30mLと

する。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.01mol/L塩酸0.20mLを加える(0.014%以下)。

- (5) 硫酸塩 本品0.50gをとり希エタノールを加えて溶かし30mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸0.30mLを加える(0.029%以下)。

乾燥減量

5.0%以下(1g, 105℃, 1時間)。

強熱残分

0.2%以下(1g)。

定量法

本品約0.1gを精密に量り、水を加え、加温して溶かす。冷後、アンモニア試液を滴下しpH6.0~6.5に調整し、水を加えて正確に1000mLとし、この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし、試料溶液とする。別にニコチン酸アミド標準品をデシケータ(減圧, シリカゲル)で4時間乾燥した後、その約50mgを精密に量り、水を加えて正確に1000mLとし、この液10mLを正確に量り、水を加えて正確に25mLとし標準溶液とする。試料溶液について波長257nmにおける吸光度 A_T 、標準溶液について波長261nmにおける吸光度 A_S をそれぞれ測定する。

グリチルリチン酸-アンモニウム($C_{42}H_{65}NO_{16}$)の量(%)

$$= 2 \times A_T / (A_S \times 1.127) \times M_S / M_T \times 100$$

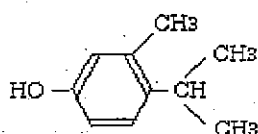
M_S : ニコチン酸アミド標準品の秤取量(mg)

M_T : 本品の秤取量(mg)

貯法 容器 気密容器

(注) 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日本薬局方通則及び一般試験法を準用する。

4. イソプロピルメチルフェノール



$C_{10}H_{14}O$: 150.22

本品は、定量するとき、イソプロピルメチルフェノール ($C_{10}H_{14}O$) として97.0%以上を含む。

性状

本品は、無色又は白色の針状結晶で、においはほとんどない。

確認試験

- (1) 本品に等量のカンフルを加えてすり混ぜるとき、液となる。
- (2) 本品の小片をとり、酢酸(100)1 mLを加えて溶かし、硫酸6滴及び硝酸1滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。
- (3) 本品50 mgにエタノール(99.5)を加えて溶かし、100 mLとする。この液5 mLをとり、エタノール(99.5)を加えて50 mLとした液につき、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277~281 nmに吸収の極大を示す。

融点

110~113℃

純度試験

- (1) 溶状 本品3.0 gにエタノール(99.5)10 mLを加えて溶かすとき、液は、澄明である。
- (2) 有機性不純物 本品1.0 gにエタノール(99.5)50 mLを加えて溶かす。この液10 μ Lを薄層板上にスポットし、ヘキサン/エタノール(99.5)混液(20:1)を展開溶媒として薄層クロマトグラフィーにより試験を行う。展開溶媒を揮散させた後、ヨウ素蒸気中に数分間放置してから観察するとき、2個以上の黄色又は黄褐色のスポットを認めない。
- (3) 重金属 本品2.0 gをとり、第3法により試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10 ppm以下)。
- (4) ヒ素 本品1.0 gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(2 ppm以下)。

定量法

本品約0.1 gを精密に量り、エタノール(99.5)を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確にとり、エタノール(99.5)を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用イソプロピルメチルフェノール(*)約0.1 gを精密にと

り、エタノール（99.5）を加えて正確に100mLとする。この液5mLを正確にとり、エタノール（99.5）を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。

試料溶液、標準溶液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長279nm付近の吸収極大波長におけるそれぞれの吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

イソプロピルメチルフェノール（ $C_{10}H_{14}O$ ）の量（%）
 $= A_T / A_S \times M_S / M_T \times 100$

M_S ：定量用イソプロピルメチルフェノールの秤取量（g）

M_T ：本品の秤取量（g）

貯法 容器 密閉容器

（*）定量用イソプロピルメチルフェノール

4-イソプロピル-3-メチルフェノール1gをとり、100mLのリグロイン（試薬1級）を加え、還流冷却器を付けて水浴上で60～70℃に加温して溶解する。この液に少量の薬用炭を加えて、更に約10分間煮沸還流させた後、温時ガラスフィルター（1G-4）を用いてろ過し、ろ液を冷却して析出した結晶をガラスフィルター（1G-4）を用いてろ取する。得られた結晶につき、更に先の操作を2回繰り返す。得られた結晶をシリカゲルを乾燥剤としたデシケータ中で減圧乾燥を行い、標準品とする。

〔定量用標準品の規格値〕

融点 111.5～112.5℃

液体クロマトグラフィーによる確認

得られた結晶物0.1gをとり、メタノールに溶かして50mLとし試料溶液とする。試料溶液10 μ Lを下記の条件で液体クロマトグラフィーにより試験を行う。各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりイソプロピルメチルフェノールの量を求めるとき、99.0%以上である。

〔試験条件〕

検出器 : 紫外吸光度計（測定波長：279nm）

カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に、5 μ mの液体クロマトグラフィー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：40℃付近の一定温度

移動相 : アセトニトリル/水混液（1：1）

流量 : イソプロピルメチルフェノールの保持時間が約10分になるように調整する。

面積測定範囲：イソプロピルメチルフェノールの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

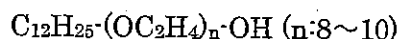
検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 5 mL とする。この液 10 μ L から得たイソプロピルメチルフェノールのピーク面積が、試料溶液のイソプロピルメチルフェノールのピーク面積の 15～25% になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、イソプロピルメチルフェノールのピークの理論段数は 3000 段以上である。

システムの再現性：試料溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、イソプロピルメチルフェノールのピーク面積の相対標準偏差は 1.5% 以下である。

(注) 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局通則及び日局一般試験法を準用するものとする。

5. オキシポリエトキシドデカン



分子量：約600

本品を定量するとき、オキシポリエトキシドデカン $[C_{12}H_{25}-(OC_2H_4)_n-OH]$ 90.0～110.0%を含む。

性状

本品は無色～淡黄色の澄明な液又は白色ワセリンのような固体で、特異なおいがある。本品はメタノール、エタノール(99.5)、アセトン、ジエチルエーテル、石油エーテルに極めて溶けやすく、水に溶けやすい。

融点：約25℃

確認試験

- (1) 本品の水溶液(1→10) 5 mLにチオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(II)試液5 mL及びジクロロメタン5 mLを加え、密栓して振り混ぜた後、放置するとき、ジクロロメタン層は青色を呈する。
- (2) 本品の水溶液(1→100) 3 mLにタンニン酸試液0.2 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。この沈殿はアンモニア試液0.1 mLを加えると溶ける。
- (3) 本品の水溶液(1→100)を加温するとき、約80℃で混濁を生じ、温度が下降すれば消失する。

屈折率 n_D^{20} : 1.452～1.457

酸価 2.0以下

けん化価 5.0以下

水酸基価 95～105

純度試験

- (1) 溶状 本品1 mLに水20 mLを加えて溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品1.0 gをとり、試験を行う。比較液には0.01 mol/L塩酸0.4 mLを加える(0.014%以下)。
- (3) 硫酸塩 本品1.0 gをとり、試験を行う。比較液には0.005 mol/L硫酸0.35 mLを加える(0.017%以下)。
- (4) 重金属 本品1.0 gをとり、試験を行う。比較液には鉛標準液2 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、試験を行う(2 ppm以下)。

強熱残分 0.3%以下(1 g)。

定量法

本品約0.7 gを精密に量り、200 mLのメスフラスコに入れ、薄めた硫酸(3→40)100 mLを加えて40℃に加温して溶かす。次にヘキサシアノ鉄(II)酸カリウム試液

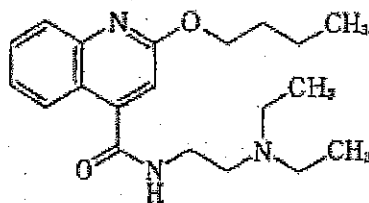
25 mL を正確に加えて振り混ぜ、更に薄めた硫酸（3→4.0）を加えて正確に200 mLとし、よく振り混ぜて1時間放置した後、ろ過する。最初のろ液20 mLを捨て、次のろ液100 mLを正確に量りとり、水50 mLを加え、0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定する。終点は、液の色が黄緑色から黄赤色に変わったときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム試液 1 mL = 51.40 mg
 $C_{12}H_{25}(OC_2H_4)_n \cdot OH$

貯法 容器 気密容器

（注）本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局通則及び一般試験法を準用する。

6. ジブカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$: 343.47

本品を乾燥したものは定量する時、ジブカイン ($C_{20}H_{29}N_3O_2$) 98.0%以上を含む。

性状

本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール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溶けやすく、水にほとんど溶けない。本品は酢酸 (100)、希塩酸又は希硝酸に溶ける。

本品は光によって変化する。

確認試験

- (1) 本品0.1gを希硝酸5mLに溶かし、2, 4, 6-トリニトロフェノール試液3mLを加えて振り混ぜるとき、黄色の沈殿又は混濁を生じる。
- (2) 本品の1mol/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するとき、波長244～248nm及び317～323nmに吸収の極大を示す。

融点 63～66℃

純度試験

- (1) 溶状 本品1.0gをエタノール (95) 10mLに溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品1.0gをとり、試験を行う。比較液には0.01mol/L塩酸1.0mLを加える (0.036%以下)。
- (3) 硫酸塩 本品1.0gに希塩酸3mL及び水を加えて溶かし、50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は0.005mol/L硫酸1.0mLに希塩酸3mL及び水を加えて50mLとする (0.048%以下)。
- (4) 重金属 本品1.0gをエタノール (95) 30mLに溶かし、以下、第1法により試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLを加える (20ppm以下)。
- (5) 類縁物質 本品0.10gをエタノール (95) 10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、水を加えて正確に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ィーにより試験を行う。試料溶液及び標準溶液10μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル (蛍光剤入り) を用いて調製した薄層板にスポットする。次にアセトン/エタノール (95) /イソブ

ロピルアミン混液（140：60：1）を展開溶媒として約10cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線（主波長254nm）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、標準溶液から得られたスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0%以下（1g、減圧、シリカゲル、3時間）

強熱残分 0.10%以下（1g）

定量法

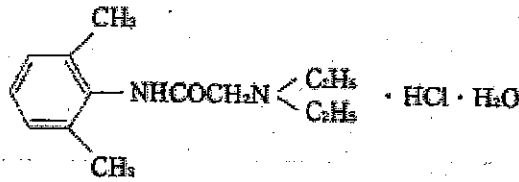
本品を乾燥し、その約0.2gを精密に量り、酢酸（100）50mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する（電位差滴定法）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL=17.17mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$

貯法 容器 気密容器

（注）本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局通則及び一般試験法を準用する。

7. リドカイン塩酸塩



$C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl \cdot H_2O : 288.82$

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リドカイン塩酸塩 ($C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$) 99.0%以上を含む。

性状

本品は白色の結晶性の粉末である。

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

確認試験

- (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法の塩化カリウム錠剤法により測定するとき、波数 2484 cm^{-1} 、 1656 cm^{-1} 、 1544 cm^{-1} 及び 788 cm^{-1} 付近に吸収を認める。
- (2) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応を呈する。

融点

74～79℃

純度試験

- (1) 酸 本品0.1gを新たに煮沸し冷却した水10mLに溶かし、メチルレッド試液1滴を加え、0.02mol/L水酸化ナトリウム液で滴定するとき、その消費量は0.25mL以下である。
- (2) 硫酸塩 本品0.5gをとり、試験を行う。比較液には0.005mol/L硫酸1.0mLを加える(0.096%以下)。
- (3) 重金属 本品1.0gを水30mLに溶かし、希酢酸2mL及び水を加えて50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0mLに希酢酸2mLを加える(20ppm以下)。

水分

5.0～7.5% (0.3g, 容量滴定法, 直接滴定)

強熱残分

0.1%以下(1g)

定量法

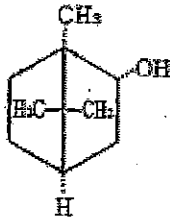
本品約0.3gを精密に量り、無水酢酸80mLに溶かし、0.1mol/L過塩素酸で滴定する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い補正する。

0.1mol/L過塩素酸1mL = 27.08mg $C_{14}H_{22}N_2O \cdot HCl$

貯法 容器 密閉容器

(注) 本規格及び試験方法は、別に規定するもののほか、日局の通則及び一般試験法を準用する。

8. d-ボルネオール



$C_{10}H_{18}O : 154.25$

本品は、定量するとき、d-ボルネオール ($C_{10}H_{18}O$) 95.0%以上を含む。

性状

本品は、白色の結晶、結晶性の粉末又は塊で、特異臭がある。

確認試験

- (1) 本品を等量のチモールとすり混ぜるとき、液状となる。
- (2) 本品0.5gにジエチルエーテル2～3滴を加えて溶かし、二クロム酸カリウム溶液(1→5)4mL及び硫酸0.3mLを加えて振り混ぜながら温湯中で加温するとき、液は、赤褐色を呈し、リュウノウのようなにおいはなくなり、カンフルのにおいを発する。

融点

205～210℃

旋光度

$[\alpha]_D^{20} : +16.0 \sim +37.0^\circ$ (2.5g, エタノール25mL, 10mm)

重金属

本品2.0g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2.0mLを加える(10ppm以下)。

ヒ素

本品0.25gをとり、第3法により検液を調製し、試験を行う(4ppm以下)。

定量法

本品約1gを精密に量り、200mLの共栓フラスコに入れ、無水酢酸・ピリジン試液5mLを正確に加え、還流冷却器を付け、すり合わせの部分に2～3滴のピリジンでぬらし、水浴中で3時間加熱する。冷後、冷却器を通じて水10mLで洗い込み、常温まで冷却する。更に、水10mLを加え、栓をしてよく振り混ぜた後、中和エタノール5mLですり合わせの部分及びフラスコの内壁を洗い込み、0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液で滴定する(指示薬 クレゾールレッド・チモールブルー(*) 試液10滴)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.5mol/L水酸化カリウム・エタノール液1mL = 77.13mg $C_{10}H_{18}O$

(*) クレゾールレッド・チモールブルー溶液：クレゾールレッド0.1g及びチモールブルー0.3gをとり、エタノール(95)100mLを加えて溶かし、更に水を加えて400mLとする。必要ならばろ過する。

貯法 容器 気密容器

(注) 本品の規格及び試験方法は別に規定するもののほか日本薬局方の通則及び一般試験法を準用する。