

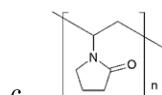
1 ポビドン

2 次のように改める。

3 Povidone

4 ポリビドン

5 ポリビニルピロリドン

7 $(C_6H_9NO)_n$

8 Poly[1-(2-oxopyrrolidin-1-yl)ethylene]

9 [9003-39-8]

10
11 本医薬品各条は、三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品
12 各条である。

13 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに
14 より示す。

15 本品は1-ビニル-2-ピロリドンの直鎖重合物である。

16 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、窒素(N：
17 14.01) 11.5～12.8%を含む。

18 本品のK値は10～120である。

19 本品はそのK値を表示する。

20 ◆性状 本品は白色又はわずかに黄味を帯びた細かい粉末で、
21 においはないか、又はわずかに特異なにおいがある。

22 本品は水、メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

23 本品は吸湿性である。◆

24 確認試験

25 (1) 本品0.5 gに水10 mLを加えて振り混ぜるとき、溶け
26 る。

27 (2) 本品を105℃で6時間乾燥し、赤外吸収スペクトル測
28 定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品
29 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はポビドン標準品
30 (105℃で6時間乾燥したもの)のスペクトルを比較するとき、
31 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
32 認める。

33 pH (2.54) 本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは、表示
34 のK値が30又はそれ以下のものについては3.0～5.0であり、
35 表示のK値が30を超えるものについては4.0～7.0である。

36 純度試験

37 ◆(1) 溶状 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は無色
38 ～微黄色又は微赤色澄明である。◆

39 ◆(2) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第2法により操作
40 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
41 ppm以下)。◆

42 (3) アルデヒド 本品約1 gを精密に量り、pH 9.0の0.05
43 mol/Lピロリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。
44 密栓し、60℃で60分間加温した後、室温になるまで放冷し、
45 試料溶液とする。別にアセトアルデヒドアンモニアトリマー
46 三水和物0.140 gをとり、水に溶かし、正確に200 mLとする。
47 この液1 mLを正確に量り、pH 9.0の0.05 mol/Lピロリン酸
48 塩緩衝液を加え、正確に100 mLとし、標準溶液とする。試

49 料溶液、標準溶液及び水0.5 mLずつを正確に量り、別々の
50 層長1 cmのセルに入れ、pH 9.0の0.05 mol/Lピロリン酸塩
51 緩衝液2.5 mL及びβ-ニコチンアミドアデニンジヌクレオ
52 チド試液0.2 mLを加え、かき混ぜた後、密栓し、22±2℃
53 で2～3分間放置する。これらの液につき、水を対照とし、
54 紫外可視吸光度測定法(2.24)により波長340 nmにおける吸
55 光度を測定し、それぞれの液の吸光度を A_{T1} 、 A_{S1} 及び A_{B1} と
56 する。更にそれぞれの液にアルデヒドデヒドロゲナーゼ試液
57 0.05 mLを加え、かき混ぜた後、密栓し、22±2℃で5分間
58 放置し、同様に操作して吸光度を測定し、それぞれの液の吸
59 光度を A_{T2} 、 A_{S2} 及び A_{B2} とする。次式によりアルデヒドの量
60 を求めるとき、500 ppm以下である。

61 アルデヒド[アセトアルデヒド(CH_3CHO)として]の量(ppm)

$$62 = C/M \times \{(A_{T2} - A_{T1}) - (A_{B2} - A_{B1})\} / \{(A_{S2} - A_{S1}) - (A_{B2}$$

$$63 - A_{B1})\} \times 100000$$

64 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

65 C : 標準溶液中のアセトアルデヒド濃度(mg/mL)。但しア
66 セトアルデヒドアンモニアトリマー三水和物からアセト
67 アルデヒドへの換算係数は0.72を用いる。

68 (4) 1-ビニル-2-ピロリドン 本品約0.25 gを精密に量
69 り、水/アセトニトリル混液(9:1)に溶かし、正確に10 mL
70 とし、試料溶液とする。別に1-ビニル-2-ピロリドン50
71 mgをとり、水/アセトニトリル混液(9:1)に溶かし、正確
72 に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、水/アセトニ
73 トリル混液(9:1)を加えて正確に100 mLとする。この液5
74 mLを正確に量り、水/アセトニトリル混液(9:1)を加えて
75 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
76 液20 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ
77 ィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の1-ビニル-
78 2-ピロリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。次式によ
79 り1-ビニル-2-ピロリドンの量を求めるとき、10 ppm以
80 下である。

81 1-ビニル-2-ピロリドンの量(ppm)

$$82 = 1/M \times A_T/A_S \times 2.5$$

83 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

84 試験条件

85 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 235 nm)

86 カラム: 内径4.0 mm、長さ10 mm及び内径4.6 mm、
87 長さ150 mmのそれぞれステンレス管に5 μmの液体
88 クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲ
89 ルを充填し、それぞれプレカラム及び分離カラムとす
90 る。

91 カラム温度: 40℃付近の一定温度

92 移動相: 水/アセトニトリル混液(9:1)

93 流量: 毎分1.0 mLシステム適合性

94 システムの性能: 1-ビニル-2-ピロリドン10 mg及び
95 酢酸ビニル0.5 gをメタノール100 mLに溶かす。この
96 液1 mLをとり、水/アセトニトリル混液(9:1)を加
97 えて100 mLとする。この液20 μLにつき、上記の条
98 件で操作するとき、1-ビニル-2-ピロリドン、酢

99 酸ビニルの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。
100 システムの再現性：標準溶液20 μL につき、上記の条件
101 で試験を6回繰り返すとき、1-ピロリド-2-ピロリド
102 ンのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

103 (5) 過酸化水素 本品の換算した脱水物4.0 gに対応する量
104 を正確に量り、水に溶かし、正確に100 mLとし、試料溶液
105 とする。この液25 mLに塩化チタン(III)・硫酸試液2 mLを
106 加え、かき混ぜた後、30分間放置する。この液につき、試
107 料溶液25 mLに13 %硫酸2 mLを加えた液を対照とし、紫外
108 可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長405
109 nmにおける吸光度は0.35以下である(過酸化水素として400
110 ppm以下)。

111 (6) ヒドラジン 本品の換算した脱水物2.5 gに対応する量
112 を正確に量り、容量50 mLの遠心沈殿管に入れ、水25 mLを
113 加え、かき混ぜて溶かす。サリチルアルデヒドのメタノール
114 溶液(1→20) 500 μL を加え、かき混ぜ、60 $^{\circ}\text{C}$ の水浴中で15
115 分間加温する。冷後、トルエン2.0 mLを加え、密栓して2分
116 間激しく振り混ぜ、遠心分離し、上層のトルエン液を試料溶
117 液とする。別にサリチルアルデヒド90 mgをトルエンに溶か
118 し、正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、トル
119 エンを加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これら
120 の液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を
121 行う。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを薄層クロマトグラ
122 フィー用ジメチルシリル化シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて
123 調製した薄層板にスポットする。次にメタノール/水混液
124 (2:1)を展開溶媒として薄層板の長さの約3/4の距離を展開
125 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長365 nm)
126 を照射するとき、標準溶液から得たR値約0.3の蛍光を発す
127 るスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットの蛍
128 光は、標準溶液のそれより濃くない(1 ppm以下)。

129 (7) ギ酸 本品約2 gを精密に量り、水に溶かし、正確に
130 100 mLとし、試料原液とする。あらかじめ水に懸濁したカ
131 ラムクロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(H型)を内
132 径8 mmのクロマトグラフィー管に入れ、充填層高約20 mm
133 の常に強酸性イオン交換樹脂層が水に浸されているクロマト
134 グラム柱を作る。水5 mLをクロマトグラム柱に入れ、毎分
135 約1 mLの流速で流出するように調節する。水面が強酸性イ
136 オン交換樹脂層の上面に近くなったとき、試料原液を加え、
137 最初の流出液2 mLを除き、次の流出液1.5 mLをとり、試料
138 溶液とする。別にギ酸約0.1 gを精密に量り、水に溶かして
139 正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、水を加え
140 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
141 溶液50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
142 フィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のギ酸のピー
143 ク面積 A_T 及び A_S を測定する。次式によりギ酸の量を求め
144 るとき、0.5 %以下である。

$$145 \text{ギ酸の量}(\%) = M_S / M_T \times A_T / A_S$$

146 M_S : ギ酸の秤取量(g)

147 M_T : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

148 試験条件

149 検出器：紫外吸光度計(測定波長：210 nm)

150 カラム：内径7.8 mm、長さ300 mmのステンレス管に

151 10 μm の液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換
152 樹脂を充填する。

153 カラム温度：35 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

154 移動相：薄めた過塩素酸(1→700)

155 流量：毎分1.0 mL

156 システム適合性

157 システムの再現性：標準溶液50 μL につき、上記の条件
158 で試験を6回繰り返すとき、ギ酸のピーク面積の相対
159 標準偏差は2.0 %以下である。

160 (8) 2-ピロリドン 本品約0.5 gを精密に量り、水/液体
161 クロマトグラフィー用メタノール混液(19:1)に溶かし、正
162 確に100 mLとし、試料溶液とする。別に2-ピロリドン
163 0.150 gをとり、水/液体クロマトグラフィー用メタノール
164 混液(19:1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mL
165 を正確に量り、水/液体クロマトグラフィー用メタノール混
166 液(19:1)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試
167 料溶液及び標準溶液50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液
168 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ
169 れの液の2-ピロリドンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。次
170 式により2-ピロリドンの量を求めるとき、3.0 %以下であ
171 る。

$$172 \text{2-ピロリドンの量}(\%) = 1 / M \times A_T / A_S \times 0.3$$

173 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

174 試験条件

175 検出器：紫外吸光度計(測定波長：205 nm)

176 カラム：内径4.0 mm、長さ10 mm及び内径4.6 mm、
177 長さ150 mmのそれぞれステンレス管に5 μm の液体
178 クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲ
179 ルを充填し、それぞれプレカラム及び分離カラムとす
180 る。

181 カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 付近の一定温度

182 移動相：水/液体クロマトグラフィー用メタノール混液
183 (19:1)

184 流量：毎分0.8 mL

185 システム適合性

186 システムの再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験
187 を6回繰り返すとき、2-ピロリドンのピーク面積の
188 相対標準偏差は2.0 %以下である。

189 水分(2.48) 5.0 %以下(0.5 g、容量滴定法、直接滴定)。

190 強熱残分(2.44) 0.1 %以下(1 g)。

191 K 値 本品の表示 K 値に応じて、換算した脱水物の以下の表に
192 示す量に対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に100
193 mLとした後、60分間放置し、試料溶液とする。試料溶液及
194 び水につき、25 $^{\circ}\text{C}$ で粘度測定法第1法(2.53)により試験を
195 行い、次式により K 値を求める。表示の K 値が15以下もの
196 については表示 K 値の85.0~115.0 %であり、表示の K 値が15
197 を超えるものについては表示 K 値の90.0~108.0 %である。

$$198 K = \frac{1.5 \log v_{\text{rel.}} - 1}{0.15 + 0.003c} + \frac{\sqrt{300 \log v_{\text{rel.}} + (c + 1.5 \log v_{\text{rel.}})^2}}{0.15c + 0.003c^2}$$

199 c : 溶液100 mL中の換算した脱水物の質量(g)

200 $v_{\text{rel.}}$: 水の動粘度に対する試料溶液の動粘度の比

表示のK値	換算した脱水物の量(g)
18以下	5.00
18を超え95以下	1.00
95を超えるもの	0.10

201 **定量法** 本品約0.1 gを精密に量り、ケルダールフラスコに入
 202 れ、これに硫酸カリウム33 g、硫酸銅(II)五水和物1 g及び酸
 203 化チタン(IV) 1 gの混合物を粉末とし、その5 gを加え、フラ
 204 スコの首に付着した試料を少量の水で洗い込み、更にフラス
 205 コの内壁に沿って硫酸7 mLを加える。フラスコを徐々に加
 206 熱し、液が黄緑色澄明になり、フラスコの内壁に炭化物を認
 207 めなくなつてから更に45分間加熱を続ける。冷後、水20
 208 mLを注意しながら加える。次にフラスコを、あらかじめ水
 209 蒸気を通じて洗った蒸留装置に連結する。受器にはホウ酸溶
 210 液(1→25) 30 mL及びプロモクレゾールグリーン・メチルレ
 211 ッド試液3滴を入れ、適量の水を加え、冷却器の下端をこの
 212 液に浸す。漏斗から水酸化ナトリウム溶液(2→5) 30mLを加
 213 え、注意して水10 mLで洗い込み、直ちにピンチコック付き
 214 ゴム管のピンチコックを閉じ、水蒸気を通じて留液80~100
 215 mLを得るまで蒸留する。冷却器の下端を液面から離し、少
 216 量の水でその部分で洗い込み、0.025 mol/L硫酸で滴定
 217 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が微灰青色を
 218 経て微灰赤紫色に変わるときとする。同様の方法で空試験を
 219 行い、補正する。

220 0.025 mol/L硫酸 1 mL=0.700 mg N

221 ◆貯法 容器 気密容器. ◆

222 -----

223 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する.

224 **2-ピロリドン** C₄H₇NO 無色~微黄色の澄明な液又は白色
 225 ~微黄色の結晶性の固体である。においはない。

226 **凝固点** (2.42) 22~26 °C

227 **純度試験** 本品約1 gを精密に量り、メタノールに溶かし、
 228 正確に10 mLとし、試料溶液とする。この液1 µLにつき、
 229 次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行
 230 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
 231 率法により2-ピロリドンの量を求めるとき、98.0 %以上で
 232 ある。

233 **試験条件**

234 検出器：水素炎イオン化検出器

235 カラム：内径0.53 mm、長さ30 mのガラス製の中空毛
 236 管カラムの内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチ
 237 レングリコール20Mを厚さ1.0 µmで被覆する。

238 カラム温度：80 °Cで1分間保持し、その後毎分10 °Cで
 239 190 °Cになるまで昇温し、190 °Cを20分間保持する。

240 試料気化室温度：200 °C付近の一定温度

241 キャリヤーガス：ヘリウム

242 流量：2-ピロリドンの保持時間が約10分になるように
 243 調整する。

244 スプリット比：1：20

245 面積測定範囲：2-ピロリドンの保持時間の約2倍の範
 246 囲

247 **水分** (2.48) 0.2 %以下。

248 **アセトアルデヒドアンモニアトリマー三水和物** (C₂H₅N)₃ ·
 249 3H₂O 無色又は白色~わずかにうすい黄色の結晶又は粉末
 250 である。

251 **含量** 95.0 %以上。 **定量法** 本品約0.9 gを精密に量り、
 252 水50 mLに溶かし、1 mol/L塩酸で滴定 (2.50) する(電位差
 253 滴定法)。

254 1 mol/L塩酸1 mL=61.08 mg (C₂H₅N)₃ · 3H₂O

255

256

257