定量法　ナイカルバジン（$C_{19}H_{18}N_6O_6$）約0.125gを含む量の本品を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、200mLの全量フラスコに入れ、ジメチルホルムアミド150mLを加え、水浴上で15分間加温し、15分間振り混ぜる。放冷した後、ジメチルホルムアミドを標線まで加えて200mLとし、よく混和した後、５分間遠心分離する。この上澄液をとり、試料原液とする。別に、ナイカルバジン標準品を乾燥し、その約0.05gを0.0001gの桁まで量り、その数値を記録し、ジメチルホルムアミドを加え、加温溶解し、放冷した後、100mLの全量フラスコに入れ、ジメチルホルムアミドを標線まで加えて100mLとし、標準原液とする。

４，４′-ジニトロカルバニリド　試料原液４mLを全量ピペットを用いて量り、250mLの全量フラスコに入れ、エタノールを標線まで加えて250mLとする。この溶液15mLを全量ピペットを用いて量り、25mLの全量フラスコに入れ、水酸化カリウムのエタノール溶液（１→100）５mLを全量ピペットを用いて加えた後、エタノールを標線まで加えて25mLとし、よく混和した後、試料溶液とする。別に、標準原液５mLを全量ピペットを用いて量り、250mLの全量フラスコに入れ、エタノールを標線まで加えて250mLとする。この溶液15mLを全量ピペットを用いて量り、以下試料溶液の場合と同様に操作して標準液とする。試料溶液及び標準液につき、水酸化カリウムのエタノール溶液（１→500）を対照液として、波長430nm付近の極大波長における吸光度A_T及びA_Sを測定する。

ナイカルバジン（$C_{19}H_{18}N_6O_6$）の量（mg）

＝ナイカルバジン標準品の量（mg）$\times\frac{A_T}{A_S}\times 2.5$

2-ヒドロキシ-４，６-ジメチルピリミジン　試料原液４mLを全量ピペットを用いて量り、250mLの全量フラスコに入れ、ジメチルホルムアミド・エタノール混液（１：１）を標線まで加えて250mLとする。この溶液10mLを全量ピペットを用いて量り、50mLの共栓付試験管に入れ、新たに調製したスルファニルアミド試液10mLを加え、混和する。これに新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液（１→50）２mLを加え、密栓し、混和し、65℃の水浴中で15分間加温した後、流水で冷却して20分間放置し、試料溶液とする。別に、標準原液５mLを全量ピペットを用いて量り、250mLの全量フラスコに入れ、ジメチルホルムアミド・エタノール混液（１：１）を標線まで加えて250mLとし、以下試料溶液の場合と同様に操作して標準液とする。別に、ジメチルホルムアミド・エタノール混液（１：１）10mLを試料溶液の場合と同様に操作し、空試験液とする。標準液及び試料溶液につき、空試験液を対照液として、波長540nm付近の極大波長における吸光度A_S及びA_Tを測定する。

ナイカルバジン（$C_{19}H_{18}N_6O_6$）の量（mg）

＝ナイカルバジン標準品の量（mg）$\times\frac{A_T}{A_S}\times 2.5$

(イ)　保存の方法の基準

遮光した密閉容器に保存すること。

(128)　ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウム

ア　製造用原体

(ア)　成分規格

含量　本品は、乾燥した後、定量するとき、ハロフジノンポリスチレンスルホン酸カルシウム（$C_{16}H_{17}BrClN_3O_3$・Calcium Polystyrenesulfonate）95.0%以上を含む。

物理的・化学的性質　本品は、淡黄褐色～茶褐色の粉末で、臭いはほとんどない。

確認試験

①　本品0.2g（0.15～0.24g）を量り、６mol/L塩酸試液20mLを加え、30分間かき混ぜた後、遠心分離する。上澄液10mLを量り、メタノール10mLを加え、試料溶液とする。別に、臭化水素酸ハロフジノン20mg（19.5～20.4mg）を量り、６mol/L塩酸試液・メタノール混液（１：１）100mLを加えて溶かし、標準液とする。試料溶液及び標準液それぞれ10μLずつを量り、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、クロロホルム・メタノール・アンモニア水混液（90：10：１）を展開溶媒として約15cm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、試料溶液及び標準液から得たスポットは、濃紫色を呈し、これらのRf値は等しい。

②　本品0.2g（0.15～0.24g）を量り、６mol/L塩酸試液５mLを加え、５分間かき混ぜた後、ろ過し、アンモニア試液を加えて中和した溶液は、カルシウム塩の定性反応③を呈する。

③　本品20mg（19.5～20.4mg）を量り、６mol/L塩酸試液５mLを加え、５分間かき混ぜた後、遠心分離し、その上澄液を除く。さらに、残留物に水10mLを加えて振り混ぜた後、遠心分離し、その上澄液を除く。この残留物に硫酸銅溶液（１→10）２mLを加え、よく振り混ぜた後、遠心分離し、その上澄液を除く。次に、この残留物に水10mLを加え、振り混ぜた後、遠心分離し、その上澄液を除く。この残留物にアンモニア試液２mLを加え、１分間振り混ぜるとき、濃青色を呈する。

④　本品0.5g（0.45～0.54g）を量り、６mol/L塩酸試液10mLを加え、15分間かき混ぜた後、ろ過する。ろ液１mLに水25mLを加えた溶液につき、吸収スペクトルを測定するとき、波長241～245nmに吸収の極大を示す。

純度試験

①　重金属　本品1.0g（0.95～1.04g）を量り、重金属試験法第２法により試料溶液を調製し、鉛標準液2.0mLを用いて比較液を調製して重金属の試験を行うとき、試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない（20μg/g以下）。

②　ヒ素　本品1.0g（0.95～1.04g）を量り、ヒ素試験法第３法により試料溶液を調製し、装置Aを用いる方法によりヒ素の試験を行うとき、吸収液の色は、標準色より濃くてはならない（２μg/g以下）。

③　ハロフジノン　本品を乾燥し、その0.5g（0.45～0.54g）を量り、ジメチルスルホキシド50mLを全量ピペットを用いて加え、30分間かき混ぜた後、遠心分離し、この上澄液１mLを全量ピペットを用いて量り、50mLの全量フラスコに入れ、塩酸（１→100）を標線まで加えて50mLとし、試料溶液とする。別に、臭化水素酸ハロフジノン17mg（16.5～17.4mg）を量り、塩酸（１→100）を加えて溶かし、500mLの全量フラスコに入れ、更に塩酸（１→100）を標線まで加えて500mLとする。この溶液１mLを全量ピペットを用いて量り、200mLの全量フラスコに入れ、塩酸（１→100）を標線まで加えて200mLとし、標準液とする。試料溶液及び標準液100μLずつを量り、次の条件で、液体クロマトグラフ法により試験を行うとき、試料溶液中のハロフジノンの示すピーク面積は、標準液中のハロフジノンの示すピーク面積以下でなければならない（0.1%以下）。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：243nm）

カラム：内径４～６mm、長さ250mmのステンレス管に充塡剤として、オクタデシルシリル化した約５μmのシリカゲルを充塡する。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム4.2g（4.15～4.24g）に水約200mLを加えて溶かし、これに酢酸6.4mLを加え、水を加えて1,000mLとする。この溶液700mLを量り、アセトニトリル300mLを加える。

流量：毎分1.5mL