

し、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを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。次に四塩化炭素/酢酸（100）混液（9：1）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（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（0.5 g, 減圧, 60 °C, 24 時間）。

強熱残分 0.14 % 以下（1 g）。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、エタノール（95）25 mL に溶かし、水 25 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する（指示薬：フェノールフタレイン試液 3 滴）。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 25.428 mg $C_{66}H_{106}O_{10}$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

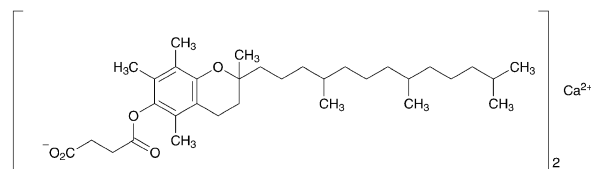
容器 気密容器。

コハク酸トコフェロールカルシウム

Tocopherol Calcium Succinate

トコフェロールコハク酸エステルカルシウム

ビタミン E コハク酸エステルカルシウム



$C_{66}H_{106}CaO_{10}$: 1099.62

Monocalcium bis[3-[2,5,7,8-tetramethyl-2-(4,8,12-trimethyltridecyl)chroman-6-yloxy]propanoate]
[14638-18-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、コハク酸 *dl*- α -トコフェロールカルシウム ($C_{66}H_{106}CaO_{10}$) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末で、においはない。

本品はクロロホルム又は四塩化炭素に溶けやすく、水、エタノール（95）又はアセトンにほとんど溶けない。

本品 1 g に酢酸（100）7 mL を加えて振り混ぜるとき、溶け、しばらく放置すると濁りを生じる。

本品は酢酸（100）に溶ける。

本品は旋光性を示さない。

確認試験

（1）本品 0.05 g を酢酸（100）1 mL に溶かし、エタノール（99.5）9 mL を混和する。これに発煙硝酸 2 mL を

加え、75 °C で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいたい色を呈する。

（2）本品を乾燥し、その 0.08 g を四塩化炭素 0.2 mL に溶かす。この液につき、赤外吸収スペクトル測定法の液膜法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、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認める。

（3）本品 5 g をクロロホルム 30 mL に溶かし、塩酸 10 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、水層を分取し、これをアンモニア試液で中和した液は、カルシウム塩の定性反応を呈する。

吸光度 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (286 nm) : 36.0 ~ 40.0 (0.01 g, クロロホルム, 100 mL)。

純度試験

（1）溶状 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：塩化鉄（Ⅲ）の色と比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。

（2）アルカリ 本品 0.20 g にジエチルエーテル 10 mL、水 2 mL、フェノールフタレイン試液 1 滴及び 0.1 mol/L 塩酸 0.10 mL を加えて振り混ぜるとき、水層は赤色を呈しない。

（3）塩化物 本品 0.10 g を酢酸（100）4 mL に溶かし、水 20 mL 及びジエチルエーテル 50 mL を加え、よく振り混ぜた後、水層を分取する。ジエチルエーテル層に水 10 mL を加え、振り混ぜ、水層を分取する。水層を合わせ、これに希硝酸 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。比較液は本品の代わりに 0.01 mol/L 塩酸 0.60 mL を用い、同様に操作して製する（0.212 % 以下）。

（4）重金属 本品 1.0 g 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 を用いる（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）。

（6） α -トコフェロール 本品 0.10 g をとり、クロロホルム 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にトコフェロール標準品 0.050 g をとり、クロロホルムに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10 mL 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にトルエン/酢酸（100）混液（19：1）を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに塩化鉄（Ⅲ）六水和物のエタノール（99.5）溶液（1 → 500）を均等に噴霧した後、更に 2,2'-ビピリジルのエタノール（99.5）溶液（1 → 200）を均等に噴霧して 2 ~ 3 分間放置するとき、標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液のスポットより大きくなく、かつ濃くない。

乾燥減量 2.0 % 以下（1 g, 減圧, 酸化リン（Ⅴ）, 24 時間）。

定量法 本品及びコハク酸トコフェロール標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) / 薄めた酢酸 (100) (1 → 5) 混液 (9 : 1) に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液のコハク酸トコフェロールのピーク高さ H_T 及び H_S を測定する。

$$\text{コハク酸トコフェロールカルシウム (C}_{66}\text{H}_{106}\text{CaO}_{10}) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{コハク酸トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{H_T}{H_S} \times \frac{1099.6}{1061.6}$$

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：284 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 μ m の液体クロマトグラフ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：室温

移動相：メタノール/水/酢酸 (100) 混液 (97 : 2 : 1)

流量：コハク酸トコフェロールの保持時間が約 8 分になるように調整する。

カラムの選定：コハク酸トコフェロール及びトコフェロール 0.05 g ずつをエタノール (99.5) / 薄めた酢酸 (100) (1 → 5) 混液 (9 : 1) 50 mL に溶かす。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、コハク酸トコフェロール、トコフェロールの順に溶出し、その分離度が 2.0 以上のものを用いる。

試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき、試験を 5 回繰り返すとき、コハク酸トコフェロールのピーク高さの相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

貯法

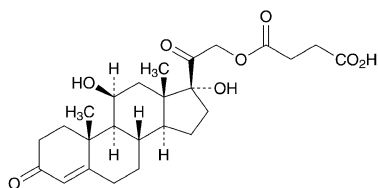
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

コハク酸ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone Succinate

ヒドロコルチゾンコハク酸エステル



$\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{O}_8$: 462.53

11 β , 17, 21-Trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione 21-(hydrogen succinate) [2203-97-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、コハク酸ヒドロコルチゾン ($\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{O}_8$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白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 (99.5) に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 3 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を発生し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液は紫外線を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発生する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発生し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したコハク酸ヒドロコルチゾン標準品のスペクトルを比較するとき、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認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びコハク酸ヒドロコルチゾン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +147 ~ +153 $^\circ$ (乾燥後, 0.1 g, エタノール (99.5), 10 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.025 g をとり、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にヒドロコルチゾン 0.025 g をとり、メタノール 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 50 mL 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法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 3 μ L ずつを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/エタノール (99.5)/ギ酸混液 (150 : 10 : 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 (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 2.0 % 以下 (0.5 g, 105 $^\circ$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及びコハク酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、メタノールを加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L につき、次の条件で液体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コハク酸ヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

コハク酸ヒドロコルチゾン ($\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{O}_8$) の量 (mg)

$$= \text{コハク酸ヒドロコルチゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシン安息香酸プテルのメタノール溶液 (1 → 2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 30 cm のステンレス管に 10 μ m の液体クロマトグラフ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：25 $^\circ$ C 付近の一定温度

移動相：pH 4.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液/アセトニトリル混液 (3 : 2)