

3 時間)。

定量法 本品につき、ブレドニゾロン (C₂₁H₂₆O₅) 約 0.10 g に対応する量の個数を取り、それぞれの内容物を薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、100 mL のメスフラスコに移す。各々の容器は、薄めたメタノール (1 → 2) で洗い、洗液は先の液に合わせ、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。別にコハク酸ブレドニゾロン標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V), 60 °C) で 6 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL 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ブレドニゾロンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

コハク酸ブレドニゾロンナトリウム (C₂₆H₃₁NaO₆) の量 (mg)
 = コハク酸ブレドニゾロン標準品の量 (mg)
 × $\frac{Q_r}{Q_s}$ × 5 × 1.0477

ブレドニゾロン (C₂₁H₂₆O₅) の量 (mg)
 = コハク酸ブレドニゾロンナトリウム (C₂₆H₃₁NaO₆) の量 (mg) × 0.7470

内標準溶液 バラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 25000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm 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 °C 付近の一定温度

移動相：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 0.32 g, リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及びリン酸二水素カリウム 6.94 g を水 1000 mL に溶かす。この液 840 mL にメタノール 1160 mL を加える。

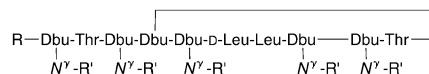
流量：コハク酸ブレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、コハク酸ブレドニゾロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯法 容器 密封容器。

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム

Colistin Sodium Methanesulfonate



コリスチンAメタンスルホン酸ナトリウム：R = 6-メチルオクタン酸
 Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸
 R' = SO_3Na

コリスチンBメタンスルホン酸ナトリウム：R = 6-メチルヘプタン酸
 Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸
 R' = SO_3Na

[8068-28-8, コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム]

本品はコリスチン A メタンスルホン酸ナトリウム及びコリスチン B メタンスルホン酸ナトリウムの混合物であり、本品を乾燥したものは、定量するとき 1 mg 当たり 10000 単位以上を含む。ただし、本品の力価は、コリスチン A (R = 6-メチルオクタン酸, R' = H, C₃₃H₁₀₀N₁₆O₁₃ : 1168.46) としての量を単位で示す。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、振り混ぜながら硫酸銅 (II) 試液 5 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.04 mg を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし、希ヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき、ヨウ素液の色は消失する。

(3) 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リスチンメタンスルホン酸ナトリウム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。

(4) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、30 分間放置したときの pH は 6.5 ~ 8.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.16 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 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 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離コリスチン 本品 0.08 g を水 3 mL に溶かし、ケイタングステン酸二十六水和物溶液 (1 → 10) 0.05 mL を加え、直ちにプラスチック製医薬品容器試験法の参照乳濁液と比較するとき、比較液より濃くない (0.25 % 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

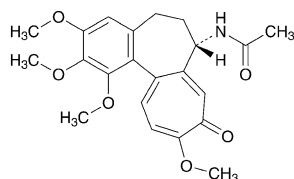
定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 I. 円筒平板法により試験を行う。

- (1) 試験菌 *Escherichia coli* NIHJ を用いる。
- (2) 培地 ペプトン 10.0 g, 塩化ナトリウム 30.0 g, 肉エキス 3.0 g 及びカンテン 20.0 g をとり, 水 1000 mL を加え, 水酸化ナトリウム試液を用いて滅菌後の pH が 6.5 ~ 6.6 となるように調整した後, 滅菌し, 種層用カンテン培地及び基層用カンテン培地とする。
- (3) 標準溶液 コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム標準品を乾燥し, その適量を精密に量り, pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし, 1 mL 中に 100000 単位を含む液を調製し, 標準原液とする。標準原液は, 10 °C 以下に保存し, 7 日以内に使用する。用時, 標準原液適量を正確に量り, pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め, 高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。
- (4) 試料溶液 本品を乾燥し, その適量を精密に量り, pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし, 1 mL 中に約 100000 単位を含む液を調製し, 試料原液とする。試料原液適量を正確に量り, pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 10000 単位及び 2500 単位を含むように薄め, 高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

コルヒチン

Colchicine



$C_{22}H_{25}NO_6$: 399.44

N-[(7*S*)-(5, 6, 7, 9-Tetrahydro-1, 2, 3, 10-tetramethoxy-9-oxobenzo[*a*]heptalen-7-yl)]acetamide [64-86-8]

本品を乾燥したものは定量するとき, コルヒチン ($C_{22}H_{25}NO_6$) 96.0 % 以上を含む。

性状 本品は帯黄類白色の粉末で, においはない。

本品は無水酢酸又はエタノール (95) に溶けやすく, 水にやや溶けにくく, ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品は光によって着色する。

確認試験

- (1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 20) 1 mL に塩化鉄 (III) 試液 1 滴を加えるとき, 液は暗い赤みのだいたい色を呈する。
- (2) 本品 1 mg を磁製皿にとり, 硫酸 2 滴を加えて溶かすとき, 液は黄色を呈する。この液に硝酸 1 滴を加えるとき, 青緑色を経て, 紫色に変わり, 次に黄色になる。更に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えるとき, 液は赤みを帯びる。
- (3) 本品 0.01 g に希塩酸 0.5 mL 及び水 10 mL を加えて溶かし, 還流冷却器を付け, 1 時間煮沸する。これに温湯 40 mL を加えて振り混ぜた後, 温時ろ過する。冷後, ろ

液をクロロホルム 20 mL で抽出する。クロロホルム抽出液をろ過し, ろ液を水浴上で蒸発乾固する。残留物を 1,4-ジオキサン 0.5 mL に溶かし, ジエチルエーテル 10 mL を加え, 析出した結晶をろ取し, 少量のジエチルエーテルで洗った後, 105 °C で 1 時間乾燥するとき, その融点は 176 ~ 179 °C である。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: -230 ~ -245 ° (乾燥後, 0.1 g, エタノール (95), 10 mL, 100 mm)。

純度試験

- (1) クロロホルム 本品 0.010 g に水酸化ナトリウム試液 2 mL 及びアニリン 1 滴を加え, 振り混ぜながら加熱するとき, フェニルイソシアニド (有毒) のにおいを発生しない。
- (2) コルヒセイン 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし, その 5 mL に塩化鉄 (III) 試液 2 滴を加えるとき, 液は明らかに認められる緑色を帯びない。
- (3) 他のアルカロイド 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かし, その 2.0 mL に 2,4,6-トリニトロフェノール試液 0.5 mL を加えるとき, 液は澄明である。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し, その約 0.4 g を精密に量り, 無水酢酸 25 mL に溶かし, 0.05 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。

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 19.972 mg $C_{22}H_{25}NO_6$

貯法

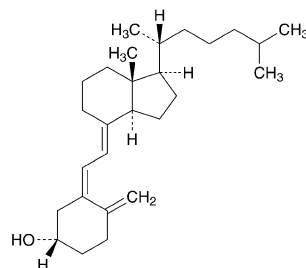
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

コレカルシフェロール

Cholecalciferol

ビタミン D₃



$C_{27}H_{44}O$: 384.64

(3*S*, 5*Z*, 7*E*)-9, 10-Secosteroid-5, 7, 10(19)-trien-3-ol [67-97-0]

本品は定量するとき, コレカルシフェロール ($C_{27}H_{44}O$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶で, においはない。

本品はエタノール (95), クロロホルム, ジエチルエーテル又はイソオクタンに溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

本品は空気又は光によって変化する。