

融点：84～88℃ 本品を毛細管に入れ、デシケーター（減圧・2.67 kPa 以下）で3時間乾燥した後、毛細管を直ちに融封し、予想した融点の約10℃下の温度に加熱した浴中に入れ、1分間に3℃上昇するように加熱し、測定する。

確認試験

(1) 本品0.5 mg をクロロホルム5 mL に溶かし、無水酢酸0.3 mL 及び硫酸0.1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤色を呈し、直ちに紫色及び青色を経て緑色に変わる。

(2) 本品につき、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コレカルシフェロール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。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265 nm) : 450～490 (0.01 g, エタノール(95), 1000 mL).

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +103～+112° (0.05 g, エタノール(95), 10 mL, 100 mm). この試験は開封後30分以内に溶かし、溶液調製後30分以内に測定する。

純度試験 7-デヒドロコレステロール 本品0.010 g を薄めたエタノール(9→10) 2.0 mL に溶かし、ジギトニン0.020 g を薄めたエタノール(9→10) 2.0 mL に溶かした液を加え、18時間放置するとき、沈殿を生じない。

定量法 本品及びコレカルシフェロール標準品約0.03 g ずつを精密に量り、それぞれイソオクタンに溶かし、正確に50 mL とする。この液10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液3 mL を正確に加えた後、移動相を加えて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 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レカルシフェロールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。ただし、操作はできるだけ空気又は酸化剤との接触を避け、遮光容器を用いて行う。

$$\begin{aligned} & \text{コレカルシフェロール (C}_{27}\text{H}_{44}\text{O) の量 (mg)} \\ & = \text{コレカルシフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ジメチルのイソオクタン溶液(1→100)

操作条件

検出器：紫外吸光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径約4 mm、長さ10～30 cm のステンレス管に5～10 μm の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：常温

移動相：ヘキサン/*n*-アミルアルコール混液(997:3)

流量：コレカルシフェロールの保持時間が約25分になるように調整する。

カラムの選定：コレカルシフェロール標準品0.015 g をイソオクタン25 mL に溶かす。この液をフラスコに移し、還流冷却器を付け、油浴中で2時間加熱し、速やかに室温まで冷却する。この液を石英試験管に移し、短波長ランプ（主波長254 nm）及び長波長ランプ（主波長365 nm）を用いて3時間照射する。この液10 mL に移動相を加えて50 mL とする。この

液10 μL につき、上記の条件で操作するとき、コレカルシフェロールの保持時間に対するプレビタミンD₃、トランス-ビタミンD₃及びタチステロール₃の保持時間の比は、約0.5、約0.6及び約1.1であり、またプレビタミンD₃とトランス-ビタミンD₃及びコレカルシフェロールとタチステロール₃の分離度がそれぞれ1.0以上のものを用いる。

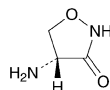
貯法

保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換し、冷所に保存する。

容器 密封容器。

サイクロセリン

Cycloserine



C₅H₈N₂O₂ : 102.09

(4R)-4-Aminoisoxazolidin-3-one [68-41-7]

本品は定量するとき、換算した乾燥物1 mg 当たり900 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価はサイクロセリン(C₅H₈N₂O₂)としての量を質量(力価)で示す。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくい。

確認試験 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サイクロセリ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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +108～+114° (乾燥物に換算したもの2.5 g, 2 mol/L 水酸化ナトリウム試液, 50 mL, 100 mm).

pH 本品1.0 g を水20 mL に溶かした液のpHは5.0～7.4である。

純度試験

(1) 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 を加える(20 ppm 以下)。

(2) 縮合生成物 本品0.02 g をとり、水酸化ナトリウム試液に溶かし、正確に50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長285 nm における吸光度は、0.8 以下である。

乾燥減量 1.5 % 以下(0.5 g, 減圧, 60℃, 3時間)。

強熱残分 0.5 % 以下(1 g)。

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 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる。

(2) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、減

菌後の pH は 6.0 ~ 6.1 とする。

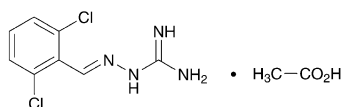
(3) 標準溶液 サイクロセリン標準品を 60 °C で 3 時間減圧 (0.67 kPa 以下) 乾燥し、その約 0.040 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液は 5 °C 以下に保存し、24 時間以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg (力価) 及び 50 μg (力価) を含むように正確に薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

(4) 試料溶液 本品約 0.040 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とする。この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 100 μg (力価) 及び 50 μg (力価) を含むように正確に薄め、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 密閉容器。

酢酸グアナベンズ

Guanabenz Acetate
グアナベンズ酢酸塩



$C_8H_5Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$: 291.13

(E)-(2,6-Dichlorobenzylideneamino)guanidine monoacetate
[23256-50-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸グアナベンズ ($C_8H_5Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光によって徐々に変化する。

融点: 約 190 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 5 mL に、尿素 16 g 及び 1-ナフトール 0.2 g を薄めたエタノール (5 → 6) 100 mL に溶かした液 0.5 mL を加え、次に N-プロモスクシンイミド試液 1 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (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し、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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(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 0.1 g をとり、水 5 mL 及びアンモニア試液 1 mL を加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液を希塩酸で中和した液は酢酸塩の定性反応 (3) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品 0.05 g をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 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 5 μL 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/メタノール/アンモニア水 (28) 混液 (80 : 20 : 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。更に、この薄層板をヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき、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 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 50 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.25 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 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 = 29.113 mg $C_8H_5Cl_2N_4 \cdot C_2H_4O_2$

貯法

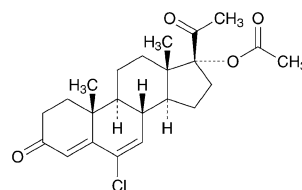
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

酢酸クロルマジノン

Chlormadinone Acetate

クロルマジノン酢酸エステル



$C_{23}H_{29}ClO_4$: 404.93

6-Chloro-3,20-dioxopregna-4,6-dien-17-yl acetate
[302-22-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸クロルマジノン ($C_{23}H_{29}ClO_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で、おいはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、アセトニトリルにやや溶けやすく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。