

菌後の pH は 6.0 ~ 6.1 とする。

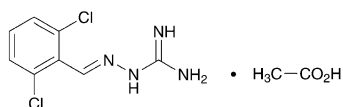
(3) 標準溶液 サイクロセリン標準品を 60 °C で 3 時間減圧 (0.67 kPa 以下) 乾燥し、その約 0.040 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液は 5 °C 以下に保存し、24 時間以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 100 μg (力価) 及び 50 μg (力価) を含むように正確に薄め、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

(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

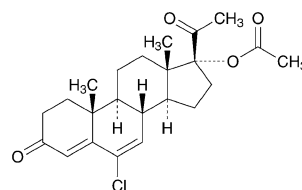
保存条件 遮光して保存する。

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。

確認試験

- (1) 本品 2 mg をエタノール (95) 1 mL に溶かし, 1,3-ジニトロベンゼン試液 1 mL 及び水酸化カリウム溶液 (1 → 5) 1 mL を加えるとき, 液は赤紫色を呈する。
- (2) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え, 水浴上で 5 分間煮沸する。冷後, 薄めた硫酸 (2 → 7) 2 mL を加え, 1 分間穏やかに煮沸するとき, 酢酸エチルのおいを発する。
- (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酢酸クロルマジノ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。
- (4) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: $-10.0 \sim -14.0^\circ$ (乾燥後, 0.2 g, アセトニトリル, 10 mL, 100 mm)。

融点 $211 \sim 215^\circ\text{C}$

純度試験

- (1) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。
- (2) 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)。
- (3) 他のステロイド 本品 0.020 g をアセトニトリル 10 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, アセトニトリルを加えて正確に 100 mL とし, 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき, 試料溶液の酢酸クロルマジノン以外のピークの合計面積は, 標準溶液の酢酸クロルマジノンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 236 nm)

カラム: 内径約 6 mm, 長さ約 15 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: 30°C 付近の一定温度

移動相: アセトニトリル/水混液 (13 : 7)

流量: 酢酸クロルマジノンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品 8 mg 及びパラオキシ安息香酸ブチル 2 mg をアセトニトリル 100 mL に溶かす。この液 10 μL につき上記の条件で操作するとき, パラオキシ安息香酸ブチル, 酢酸クロルマジノンの順に溶出し, その分離度が 8 以上のものを用いる。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後から酢酸クロルマジノンの保持時間の約 1.5 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び酢酸クロルマジノン標準品を乾燥し, その約 0.02 g ずつを精密に量り, それぞれをエタノール (95)

に溶かし, 正確に 100 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り, それぞれにエタノール (95) を加えて正確に 100 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につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 285 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{酢酸クロルマジノン (C}_{23}\text{H}_{30}\text{ClO}_6) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{酢酸クロルマジノン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

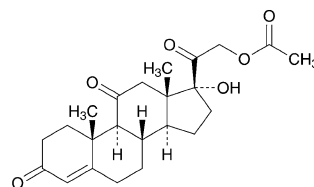
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

酢酸コルチゾン

Cortisone Acetate

コルチゾン酢酸エステル



$\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$: 402.48

17, 21-Dihydroxypregn-4-ene-3, 11, 20-trione 21-acetate

[50-04-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, 酢酸コルチゾン ($\text{C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく, メタノール, アセトン又は 1,4-ジオキサソランにやや溶けにくく, エタノール (95) に溶けにくく, ジエチルエーテルに極めて溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点: 約 240°C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき, 少時の後, 帯黄緑色を呈し, 徐々に黄だいたい色に変わる。紫外線を照射するとき, 液は淡緑色の蛍光を発する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき, 液の黄だいたい色は退色し, 澄明となる。
- (2) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし, フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき, だいたい色へ赤色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え, 水浴上で 5 分間加熱する。冷後, 薄めた硫酸 (2 → 7) 2 mL を加え, 1 分間穏やかに煮沸するとき, 酢酸エチルのおいを発する。
- (4) 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酢酸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