

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

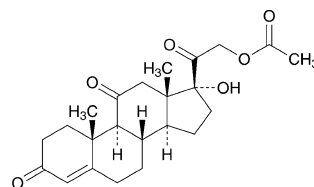
保存条件 遮光して保存する。

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

を認めるときは、本品及び酢酸コルチゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +208 ~ +217° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をクロロホルム/メタノール混液 (9:1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルム/メタノール混液 (9:1) を加えて正確に 100 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 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液 (470:30:1) 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 1.0 % 以下 (0.5 g, 105°C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び酢酸コルチゾン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノール 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、メタノールを加えて 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 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酢酸コルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{酢酸コルチゾン (C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{酢酸コルチゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (3 → 5000)

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 4.6 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°C 付近の一定温度

移動相: 水/アセトニトリル混液 (13:7)

流量: 酢酸コルチゾンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能: 酢酸コルチゾン 0.01 g をメタノール 50 mL に溶かし、次にパラオキシ安息香酸プロピルのメタノール溶液 (3 → 5000) 5 mL を加えた後、メタノールを加えて 100 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、パラオキシ安息香酸プロピル、酢酸コルチゾンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対する酢酸コルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 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

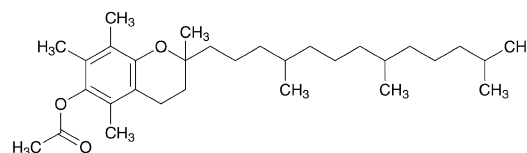
酢酸トコフェロール

Tocopherol Acetate

トコフェロール酢酸エステル

ビタミン E 酢酸エステル

酢酸 *dl*- α -トコフェロール



C₃₁H₅₂O₃: 472.74

2, 5, 7, 8-Tetramethyl-2-(4, 8, 12-trimethyltridecyl)chroman-6-yl acetate [7695-91-2]

本品は定量するとき、酢酸 *dl*- α -トコフェロール (C₃₁H₅₂O₃) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は無色～黄色澄明の粘性の液で、においはない。

本品はエタノール (99.5), アセトン, クロロホルム, ジエチルエーテル, ヘキサン又は植物油と混和する。

本品はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

本品は旋光性を示さない。

本品は空気及び光によって変化する。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、硝酸 2 mL を加え、75°C で 15 分間加熱するとき、液は赤色～だいだい色を呈する。

(2) 本品につき、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又は酢酸トコ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 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (284 nm): 41.0 ~ 45.0 (0.01 g, エタノール (99.5), 100 mL)。

屈折率 n_D^{20} : 1.494 ~ 1.499

比重 d_4^{20} : 0.952 ~ 0.966

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をエタノール (99.5) 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) の色の比較原液 0.5 mL に 0.5 mol/L 塩酸試液を加えて 100 mL とする。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させる。冷後、硫酸 1 mL を加え、以下第 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)。