

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

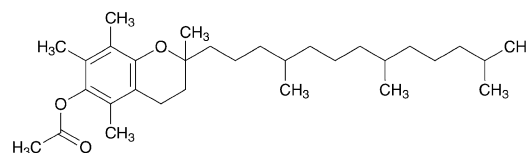
酢酸トコフェロール

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



$C_{31}H_{52}O_3$: 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 ($C_{31}H_{52}O_3$) 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)。

(3) α -トコフェロール 本品 0.10 g をとり、ヘキサン 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、ヘキサンに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、ヘキサンを加えて正確に 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 \rightarrow 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 \rightarrow 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。

定量法 本品及び酢酸トコフェロール標準品約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれをエタノール (99.5) 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い、それぞれの液の酢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。

$$\begin{aligned} & \text{酢酸トコフェロール (C}_{31}\text{H}_{52}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{酢酸トコフェロール標準品の量 (mg)} \times \frac{H_T}{H_S} \end{aligned}$$

操作条件

検出器：紫外分光光度計 (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/水混液 (49 : 1)

流量：酢酸トコフェロールの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及びトコフェロール 50 mg ずつをエタノール (99.5) 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、トコフェロール、酢酸トコフェロールの順に溶出し、その分離度が 2.6 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、酢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

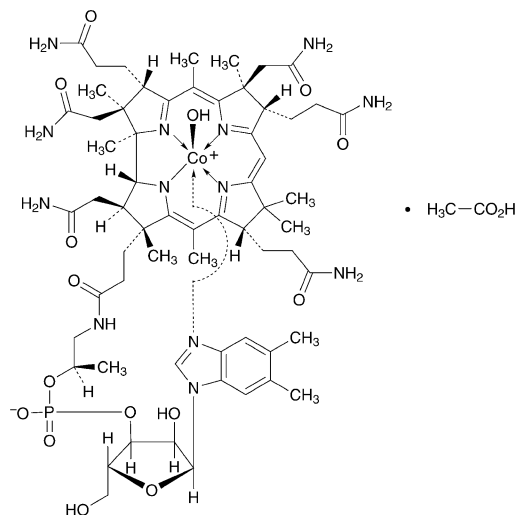
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

酢酸ヒドロキソコバラミン

Hydroxocobalamin Acetate

ヒドロキソコバラミン酢酸塩



$\text{C}_{62}\text{H}_{89}\text{CoN}_{15}\text{O}_{15}\text{P} \cdot \text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2 : 1406.41$

$\text{Co } \alpha\text{-}[\alpha\text{-}(5, 6\text{-Dimethylbenz-}1\text{H-imidazol-}1\text{-yl)]\text{-Co } \beta\text{-hydroxocobamide monoacetate}$
[13422-51-0, ヒドロキソコバラミン]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、酢酸ヒドロキソコバラミン ($\text{C}_{62}\text{H}_{89}\text{CoN}_{15}\text{O}_{15}\text{P} \cdot \text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は暗赤色の結晶又は粉末で、においはない。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品の pH 4.5 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液溶液 (1 \rightarrow 50000) 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。

(2) 本品 1 mg に硫酸水素カリウム 0.05 g を混ぜ、強熱して融解する。冷後、融解物をガラス棒で碎き、水 3 mL を加え、煮沸して溶かし、フェノールフタレイン試液 1 滴を加えた後、液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し、酢酸ナトリウム三水和物 0.5 g、希酢酸 0.5 mL 及び 1-ニトロソ-2-ナフトール-3,6-ジスルホン酸二ナトリウム溶液 (1 \rightarrow 500) 0.5 mL を加えるとき、液は直ちに赤色〜だいたい赤色を呈し、塩酸 0.5 mL を追加し、1 分間煮沸しても液の赤色は消えない。

(3) 本品 0.02 g にエタノール (99.5) 0.5 mL 及び硫酸 1 mL を加えて加熱するとき、酢酸エチルにおおいを発する。

純度試験 シアノコバラミン及び着色不純物 本品 0.050 g ずつを 2 本の試験管にとり、それぞれに pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 mL を正確に加えて溶かす。この