

(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

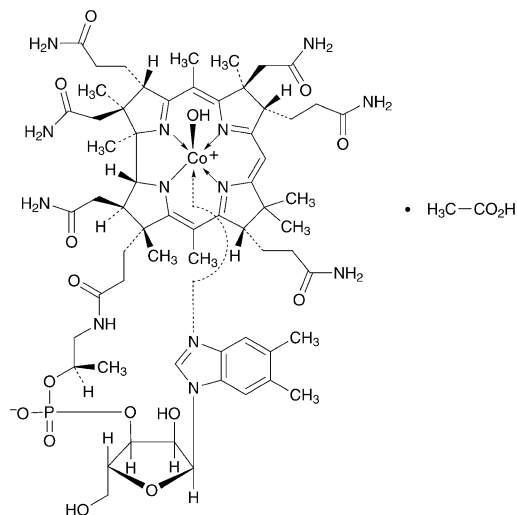
保存条件 遮光して保存する。

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

液の一方にチオシアン酸カリウム試液 0.15 mL を加え、30 分間放置し、試料溶液 (1) とする。他方にシアン化カリウム試液 0.10 mL を加え、30 分間放置し、試料溶液 (2) とする。別にシアノコバラミン標準品 3.0 mg をとり、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 10 mL を正確に加えて溶かし、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 (1)、試料溶液 (2) 及び標準溶液 20 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、原線に沿って約 10 mm の間隔で、それぞれ長さ 25 mm にスポットする。次に水飽和 2-ブタノールを展開溶媒として、薄層板を水平面から約 15° の角度に傾斜させて 18 時間展開した後、風乾する。標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液 (1) から得たスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。また、試料溶液 (2) から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液のスポットより濃くない。

乾燥減量 12 % 以下 (0.05 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 酸化リン (V), 100 °C, 6 時間)。

定量法 本品約 0.02 g を精密に量り、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、50 mL のメスフラスコに入れ、シアン化カリウム溶液 (1 \rightarrow 1000) 1 mL を加え、常温で 30 分間放置した後、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にシアノコバラミン標準品 (別途「シアノコバラミン」と同様の方法で乾燥減量を測定しておく) 約 0.02 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、pH 5.0 の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、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 361 nm における紫外可視吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

酢酸ヒドロキシコバラミン ($C_{22}H_{30}CoN_{15}O_{15}P \cdot C_2H_4O_2$) の量 (mg)
= 乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の量 (mg)
 $\times \frac{A_T}{A_S} \times 1.0377$

貯法

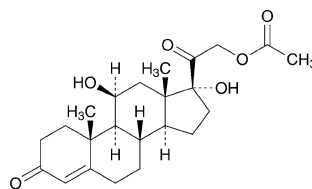
保存条件 遮光して、冷所に保存する。

容器 気密容器。

酢酸ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone Acetate

ヒドロコルチゾン酢酸エステル



$C_{23}H_{32}O_6$: 404.50

11 β , 17, 21-Trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione 21-acetate
[50-03-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸ヒドロコルチゾン ($C_{23}H_{32}O_6$) 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 1, 4-ジオキササンにやや溶けにくく、メタノール、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けにくく、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 220 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を発生し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液は紫外線を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発生する。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発生し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、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~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 \rightarrow 7) 2 mL を加え、1 分間穏やかに煮沸するとき、酢酸エチルのにおいを発生する。

(4) 本品及び酢酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、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測定し、両者のスペクトルを比較するとき、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、それぞれをエタノール (95) に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +158 ~ +165° (乾燥後, 0.05 g, 1, 4-ジオキササン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.040 g をクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 25 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 5 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。次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液 (160 : 30 : 8 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板