

を風乾する。これにアルカリ性ブルーテトラゾリウム試液を均等に噴霧するとき、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 本品及び酢酸ヒドロコルチゾン標準品を乾燥し、その約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、次に内標準溶液 10 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 20 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ヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{酢酸ヒドロコルチゾン (C}_{23}\text{H}_{32}\text{O}_6\text{) の量 (mg)} \\ = \text{酢酸ヒドロコルチゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液 (1 \rightarrow 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 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：室温

移動相：水/アセトニトリル混液 (13 : 7)

流量：酢酸ヒドロコルチゾンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

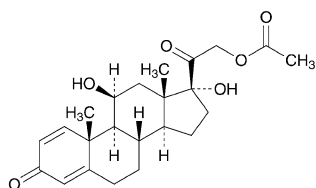
カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸ヒドロコルチゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 4 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

酢酸プレドニゾロン

Prednisolone Acetate

プレドニゾロン酢酸エステル



C₂₃H₃₀O₆ : 402.48

11 β , 17, 21-Trihydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione 21-acetate [52-21-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸プレドニゾロン (C₂₃H₃₀O₆) 96.0~102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール, エタノール (95), エタノール (99.5) 又はクロロホルムに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点：約 235 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、2~3 分の後、液は濃赤色を呈し、蛍光を発しない。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。

(2) 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プレドニゾロン標準品のスペクトルを 4000 ~ 650 cm⁻¹ の範囲で比較するとき、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、本品及び酢酸プレドニゾロン標準品をそれぞれエタノール (99.5) 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 $[\alpha]_D^{25}$: +128 ~ +137° (乾燥後, 0.07 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本品 0.20 g にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 10 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にプレドニゾロン, 酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン 0.020 g ずつをとり、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 10 mL を正確に加えて溶かす。この液 1 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 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 5 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。次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液 (385 : 75 : 40 : 6) を展開溶媒として約 15 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、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濃くない。また、試料溶液には、主スポット、プレドニゾロン, 酢酸コルチゾン及び酢酸ヒドロコルチゾン以外のスポットを認めない。

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 本品及び酢酸プレドニゾロン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノール 60 mL に溶かし、次に内標準溶液 2 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高さに対する酢酸プレドニゾロンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{酢酸プレドニゾロン (C}_{23}\text{H}_{30}\text{O}_6\text{) の量 (mg)} \\ = \text{酢酸プレドニゾロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

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 \rightarrow 1000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 5 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（3：2）

流量：酢酸プレドニゾロンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

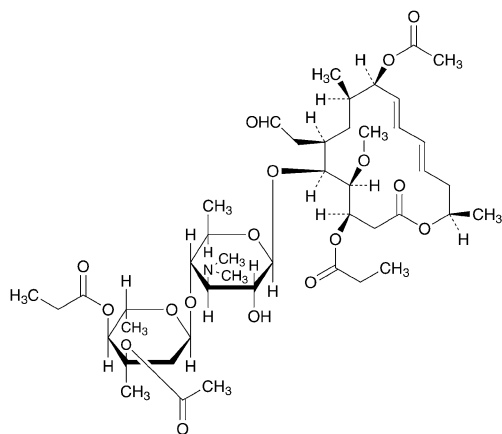
カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、酢酸プレドニゾロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 10 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

酢酸ミデカマイシン

Midecamycin Acetate

ミデカマイシン酢酸エステル



$C_{46}H_{71}NO_{17}$: 898.04

(3*R*, 4*S*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-9-Acetoxy-5-[4-*O*-(3-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-4-*O*-propionyl- α -*L*-ribo-hexopyranosyl)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- β -*D*-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-propionyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide [55881-07-7]

本品は定量するとき、換算した乾燥物 1 mg 当たり 920 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、酢酸ミデカマイシン ($C_{46}H_{71}NO_{17}$) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 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又は酢酸ミデカマイシン標準品について同様に操作して得られた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ミデカマイシ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。

純度試験 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 (30 ppm 以下)。

乾燥減量 2.0 % 以下 (1.0 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.20 % 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 *Micrococcus luteus* ATTC 9341 を用いる。

(2) 培地 培地 (1) の 3) の i を用いる。

(3) 標準溶液 酢酸ミデカマイシン標準品を乾燥し、その約 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とし、標準原液とする。標準溶液は 5 ~ 15 °C に保存し、7 日以内に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg (力価) 及び 5 μg (力価) を含む溶液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

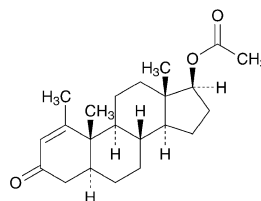
(4) 試料溶液 本品約 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 50 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液で 1 mL 中に 20 μg (力価) 及び 5 μg (力価) を含む溶液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

酢酸メテノロン

Metenolone Acetate

メテノロン酢酸エステル



$C_{22}H_{32}O_3$: 344.49

1-Methyl-3-oxo-5 α -androst-1-en-17 β -yl acetate

[434-05-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、酢酸メテノロン ($C_{22}H_{32}O_3$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、おおいはない。

本品はアセトン、1,4-ジオキサン又はクロロホルムに溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテル又はゴマ油にやや溶けにくく、ヘキサン又は石油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 1 mg を硫酸/エタノール (95) 混液 (1:1) 5 mL に溶かし、水浴中で 30 分間加熱するとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 0.01 g に希水酸化カリウム・エタノール試液