

mL とする (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) 類緑物質 本品 0.40 g をメタノール 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 400 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  $\mu$ 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-ブタノール/水/アンモニア水 (28) 混液 (45 : 4 : 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 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 80 °C, 2 時間).

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g).

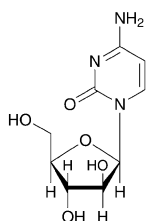
定量法 本品約 0.25 g を精密に量り, 酢酸 (100) 30 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 16.974 mg  $C_{21}H_{29}N_3O_5$

貯法 容器 気密容器.

## シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$  : 243.22

4-Amino-1- $\beta$ -D-arabinofuranosylpyrimidin-2(1H)-one

[147-94-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, シタラビン ( $C_9H_{13}N_3O_5$ ) 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.

本品は水に溶けやすく, 酢酸 (100) にやや溶けやすく, エタノール (95) に極めて溶けにくく, ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

融点 : 約 214 °C (分解).

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  1000) 1 mL に臭素試液 1 滴を加え, 10 分間放置した後, 空気を送りながら過量の臭素を除き, L-アスコルビン酸溶液 (1  $\rightarrow$  5000) 1 mL 及びニヒドリン試液 1 mL を加え, 水浴中で 30 分間加熱するとき, 液は紫色を呈する.

(2) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  100) 1 mL にオルシン・塩化鉄

(III) 試液 1 mL を加え, 水浴中で 30 分間加熱するとき, 液は緑色を呈する.

吸光度  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  (282 nm) : 530 ~ 570 (乾燥後, 2 mg, 0.1 mol/L 塩酸試液, 200 mL).

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +154 ~ +160° (乾燥後, 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm).

pH 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 8.0 である.

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき, 液は無色澄明である.

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり試験を行う. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.009 % 以下).

(3) 重金属 本品 1.0 g をとり, 第 1 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).

(4) 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).

(5) 類緑物質 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 200 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  $\mu$ 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. 次に水飽和 1-ブタノールを展開溶媒として約 12 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. また, この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき, 主スポット以外のスポットを認めない.

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間).

強熱残分 0.5 % 以下 (1 g).

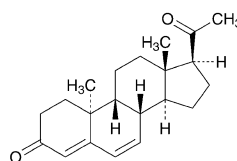
定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 50 mL に溶かし, 0.05 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

0.05 mol/L 過塩素酸 1 mL = 12.161 mg  $C_9H_{13}N_3O_5$

貯法 容器 気密容器.

## ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$  : 312.45

9 $\beta$ , 10 $\alpha$ -Pregna-4, 6-diene-3, 20-dione [152-62-5]

本品を乾燥したものは定量するとき, ジドロゲステロン

( $C_{21}H_{28}O_2$ ) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄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、アセトニトリルにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、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 5 mg に 4-メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液 5 mL 及び硫酸 2 ~ 3 滴を加え、水浴中で 2 分間加熱するとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 200000) 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、同一波長のところと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長のところと同様の強度の吸収を認める。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ : -470 ~ -500° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

融点 167 ~ 171°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) 他のステロイド 本品 0.010 g を移動相 200 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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、試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は、標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない。

#### 操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 280 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 3  $\mu$ 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: 40°C 付近の一定温度

移動相: 水/エタノール (95) /アセトニトリル混液 (53 : 26 : 21)

流量: ジドロゲステロンの保持時間が約 12 分になるように調整する。

カラムの選定: 本品及びプロゲステロン 1 mg ずつを移動相 20 mL に溶かす。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ジドロゲステロン、プロゲステロンの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。ただし、測定波長は、265 nm とする。

検出感度: 標準溶液 10  $\mu$ L から得たジドロゲステロンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲: 溶媒のピークの後からジドロゲステロンの保持時間の約 2 倍の範囲

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 24 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 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 100 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 286 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する。

$$\text{ジドロゲステロン (C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} = \frac{A}{845} \times 100000$$

貯法 容器 気密容器。

## ジドロゲステロン錠

Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するジドロゲステロン ( $C_{21}H_{28}O_2$ : 312.45) を含む。

製法 本品は「ジドロゲステロン」をとり、錠剤の製法により製する。

#### 確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ジドロゲステロン」0.05 g に対応する量を取り、メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 5 mL を水浴上で蒸発乾固する。残留物につき、「ジドロゲステロン」の確認試験 (1) を準用する。

(2) (1) のろ液 1 mL をとり、メタノールを加えて 200 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 284 ~ 288 nm に吸収の極大を示す。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に水 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、ろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター (減圧, 酸化リン (V)) で 24 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 296 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

$$\begin{aligned} \text{ジドロゲステロン (C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{) の表示量に対する溶出率 (\%)} \\ = W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times 9 \\ W_s: \text{定量用ジドロゲステロンの量 (mg)} \\ C: 1 \text{ 錠中のジドロゲステロン (C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{) の表示量 (mg)} \end{aligned}$$

定量法 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。ジドロゲステロン ( $C_{21}H_{28}O_2$ ) 約 0.01 g に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL を加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液をろ過し、初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液 5 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、