

に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 200 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ヒドロクロロチアジドのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ヒドロクロロチアジド (C}_7\text{H}_9\text{ClN}_3\text{O}_4\text{S}_2) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ヒドロクロロチアジド標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのアセトニトリル溶液 (9 \rightarrow 2000)

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 25 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：pH 3.0 の 0.1 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/アセトニトリル混液 (9 : 1)

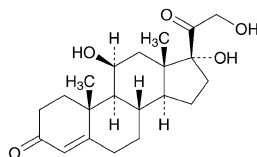
流量：ヒドロクロロチアジドの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ヒドロクロロチアジド、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 密閉容器。

ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone



$\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_6$: 362.46

11 β , 17, 21-Trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione [50-23-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、ヒドロコルチゾン ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_6$) 97.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール (95) 又は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく、クロロホルムに溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

融点：212 ~ 220 $^{\circ}$ C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、直ちに黄緑色の蛍光を発生し、液の色はだいたい色を経て徐々に暗赤色に変わる。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色を経てだいたい黄色に変わり、緑色の蛍光を発生し、少量の綿状の浮遊物を生じる。

(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、赤色の沈殿を生

じる。

(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ヒドロ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、本品及びヒドロコルチゾン標準品の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 $[\alpha]_D^{25}$: +150 ~ +156 $^{\circ}$ (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 0.020 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 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 50 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。次にクロロホルム/エタノール (95) 混液 (17 : 3) 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 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品及び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、それぞれをクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 20 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて 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 5 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。

$$\begin{aligned} & \text{ヒドロコルチゾン (C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_6) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ヒドロコルチゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 プレドニゾンのクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 溶液 (9 \rightarrow 10000)

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 25 cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用シリカゲルを充てんする。

カラム温度：20 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：クロロホルム/メタノール/酢酸 (100) 混液 (1000 : 20 : 1)

流量：ヒドロコルチゾンの保持時間が約 15 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：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ヒドロコルチゾンの順に溶出し、その分離度は 7 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条

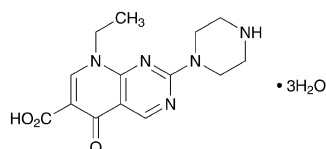
件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ピペミド酸三水和物

Pipemidic Acid Trihydrate

ピペミド酸三水和物



$C_{14}H_{17}N_5O_3 \cdot 3H_2O$: 357.36

8-Ethyl-5, 8-dihydro-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)pyrido-[2, 3-d]pyrimidine-6-carboxylic acid trihydrate
[51940-44-4, 無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき、ピペミド酸 ($C_{14}H_{17}N_5O_3$: 303.32) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はエタノール (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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点 : 約 250 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱後、冷却する。この液 2 mL をとり、フェノールフタレイン試液 1 滴を加え、希酢酸を用いて中和し、更に希酢酸 1 mL を加えた後、*p*-ベンゾキノン のメタノール溶液 (1 → 1000) 4 mL を加え、穏やかに煮沸するとき、液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、水を加えて 200 mL とする。この液 1 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、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。

(3) 本品につき、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数のところに同様の強度の吸収を認める。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 mL 及び水を加え

て 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 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 (10 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) 類縁物質 本品 0.10 g を薄めた酢酸 (100) (1 → 20) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めた酢酸 (100) (1 → 20) を加え、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 5 μL 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。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/トリエチルアミン混液 (25 : 15 : 5 : 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 14.5 ~ 16.0 % (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 40 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 = 30.332 mg $C_{14}H_{17}N_5O_3$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。