

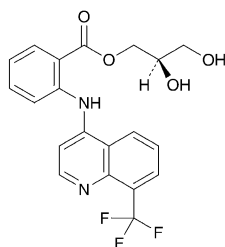
$$\begin{aligned} & \text{プレドニゾロン (C}_{21}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{プレドニゾロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times \frac{1}{5} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルのメタノール溶液
(1 → 2000)

貯法 容器 気密容器。

フロクタフェニン

Floctafenine



及び鏡像異性体

C₂₀H₁₇F₃N₂O₄ : 406.36

(*RS*)-2,3-Dihydroxypropyl 2-[8-(trifluoromethyl)-quinoline-4-ylamino]benzoate [23779-99-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、フロクタフェニン (C₂₀H₁₇F₃N₂O₄) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) 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。

本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) 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に同様の強度の吸収を認める。

融点 176 ~ 180 °C

純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 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) 類縁物質 本品 0.020 g を移動相 50 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 20 μL 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、試料溶液のフロクタフェニン以

外のピークの合計面積は、標準溶液のフロクタフェニンのピーク面積より大きくない。

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：224 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 5 μm 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：メタノール/水/リン酸混液 (240 : 160 : 1) に水酸化ナトリウム試液を加えて pH 3.5 に調整する。

流量：フロクタフェニンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定：本品 0.01 g 及びパラオキシ安息香酸エチル 0.05 g を移動相 250 mL に溶かす。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、フロクタフェニン、パラオキシ安息香酸エチルの順に溶出し、その分離度が 7 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たフロクタフェニンのピーク高さがフルスケールの 5 ~ 15 % になるように調整する。

面積測定範囲：フロクタフェニンの保持時間の約 4 倍の範囲

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g, 白金つぼ)。

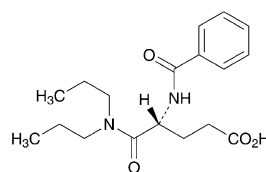
定量法 本品を乾燥し、その約 0.6 g を精密に量り、酢酸 (100) 30 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 40.64 mg C₂₀H₁₇F₃N₂O₄

貯法 容器 気密容器。

プログルミド

Proglumide



及び鏡像異性体

C₁₈H₂₆N₂O₄ : 334.41

(*RS*)-4-Benzoylamino-*N,N*-dipropylglutaramic acid [6620-60-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、プログルミド (C₁₈H₂₆N₂O₄) 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。

本品はメタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水に極めて溶けにくい。

本品のメタノール溶液 (1 → 10) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品 0.5 g を丸底アンプルにとり、塩酸 5 mL を加え、アンプルを熔封し、注意して 120 °C で 3 時間加熱する。冷後、析出する結晶をろ取し、冷水 50 mL で洗った後、得られた結晶を 100 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 121 ~ 124 °C である。

(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 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (225 nm) : 384 ~ 414 (乾燥後, 4 mg, メタノール, 250 mL).

融点 148 ~ 150 °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) ヒ素 本品 1.0 g をとり、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 及び過酸化水素水 1.5 mL を加え、エタノールに点火した後、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) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 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 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 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。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸 (100) /メタノール混液 (50 : 18 : 5 : 4) 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 0.10 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

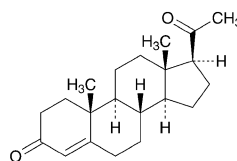
定量法 本品を乾燥し、その約 0.16 g を精密に量り、メタノール 40 mL に溶かし、水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 33.441 \text{ mg } \text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$$

貯法 容器 密閉容器。

プロゲステロン

Progesterone



$\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$: 314.46

Pregn-4-ene-3,20-dione [57-83-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロゲステロン ($\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$) 97.0 ~ 103.0 % 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。

本品はメタノール、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又は 1,4-ジオキサンにやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.05 g をとり、塩酸ヒドロキシアノンモニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をエタノール (95) 5 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、2 時間煮沸し、エタノールを蒸発して 3 mL とした後、水 10 mL を加える。生じた沈殿を吸引ろ取し、水少量で洗い、希エタノールから再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 235 ~ 240 °C である。

(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プロゲステロ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、本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール (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 $[\alpha]_D^{20}$: +174 ~ +182 ° (乾燥後, 0.2 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm)。

融点 128 ~ 133 °C 又は 120 ~ 122 °C。

純度試験 他のステロイド 本品 0.080 g をメタノール 2 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 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 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/ジエチルアミン混液 (19 : 1) 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、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, 酸化リン (V), 4 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタ