

保っておく。

(iii) 標準溶液 プロピオン酸ドロスタノロン標準品をデシケーター(減圧, 酸化リン(V), 50°C)で2時間乾燥し, その約0.025 gを精密に量り, 内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かす。

(iv) 試料原液 本品のプロピオン酸ドロスタノロン(C₂₈H₃₆O₃)約0.05 gに対応する容量を正確に量り, ヘキサンを加えて正確に20 mLとする。

(v) 操作法 試料原液5 mLを正確に量り, 準備したクロマトグラフ柱に入れ, 海砂面まで液を流出させる。次いでヘキサン5 mLずつでクロマトグラフ管の内壁を2回洗い, 同様にヘキサンを海砂面まで流出させた後, ヘキサン/酢酸エチル混液(50:1)を1分間に7~8 mLの速度で120 mL流出させ, 流出液は捨てる。次にヘキサン/酢酸エチル混液(20:1)を1分間に7~8 mLの速度で150 mL流出させ, 流出液を集める。流出が終わったクロマトグラフ管の下部を少量のヘキサンで洗い, 洗液は流出液と合わせ, 30°C以下で溶媒を留去する。残留物に内標準溶液5 mLを正確に加え, 試料溶液とする。試料溶液及び標準溶液2 μLにつき, 以下「プロピオン酸ドロスタノロン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸ドロスタノロン (C}_{28}\text{H}_{36}\text{O}_3\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{プロピオン酸ドロスタノロン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 2 \end{aligned}$$

内標準溶液 コレステロールのクロロホルム溶液(1→400)

貯法

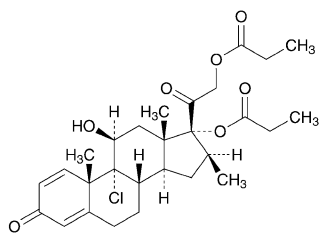
保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができない。

プロピオン酸ベクロメタゾン

Beclometasone Dipropionate

ベクロメタゾンプロピオン酸エステル



C₂₈H₃₇ClO₇: 521.04

9-Chloro-11β, 17, 21-trihydroxy-16β-methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione 17, 21-dipropionate [5534-09-8]

本品を乾燥したものは定量するとき, プロピオン酸ベクロメタゾン(C₂₈H₃₇ClO₇)97.0~103.0%を含む。

性状 本品は白色~微黄色の粉末で, においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく, メタノールにやや溶けやすく, エタノール(95)又は1,4-ジオキサランにやや溶け

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。

融点: 約208°C(分解)。

確認試験

(1) 本品2 mgを硫酸2 mLに溶かすとき, 液は初め帯黄色を呈し, 徐々にだいたい色を経て暗赤褐色に変わる。この液に注意して水10 mLを加えるとき, 液は帯青緑色に変わり, 綿状の沈殿を生じる。

(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~赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品0.02 gをとり, 水酸化ナトリウム試液1 mL及び水20 mLの混液を吸収液とし, 酸素フラスコ燃焼法により得た検液は塩化物の定性反応を呈する。

(4) 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ピオン酸ベクロメタ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, 本品及びプロピオン酸ベクロメタゾ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 $[\alpha]_D^{20}$: +88~+94°(乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサラン, 10 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品0.5 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1.5 mLを加える(30 ppm以下)。

(2) 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)5 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5 μL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1, 2-ジクロロエタン/メタノール/水混液(475:25:1)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 0.5%以下(0.5 g, 105°C, 3時間)。

強熱残分 0.1%以下(0.5 g)。

定量法 本品及びプロピオン酸ベクロメタ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, 正確に50 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後, メタノールを加えて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い, 内標準物質のピーク面積に対するプロピオン酸ベクロメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{プロピオン酸ベクロメタゾン (C}_{28}\text{H}_{37}\text{ClO}_7\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{プロピオン酸ベクロメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 プロピオン酸テストステロンのメタノール溶液 (1 → 4000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 20 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：アセトニトリル/水混液 (3 : 2)

流量：プロピオン酸ベクロメタゾンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

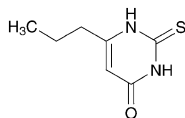
システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロピオン酸ベクロメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL 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プロピオン酸ベクロメタ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。

プロピルチオウラシル

Propylthiouracil



C₇H₁₀N₂OS : 170.23

2,3-Dihydro-6-propyl-2-thioxopyrimidin-4(1H)-one
[51-52-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品はエタノール (95) にやや溶けにくく、水又ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品は水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に臭素試液 7 mL を加え、1 分間よく振り混ぜ、試液の色が消えるまで加熱し、冷後、ろ過し、ろ液に水酸化バリウム試液 10 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、沈殿は 1 分間以内に紫色に変わらない。

(2) 本品の熱飽和水溶液 5 mL にペンタシアノアンミン鉄 (II) 酸ナトリウム *n* 水和物溶液 (1 → 100) 2 mL を加えるとき、液は緑色を呈する。

融点 218 ~ 221 °C

純度試験

(1) 硫酸塩 本品を乳鉢を用いて微細な粉末とし、その 0.75 g に水 25 mL を加え、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、ろ過し、ろ液が 30 mL となるまで水で洗い、ろ液 10 mL に希塩酸 1 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.077 % 以下)。

(2) チオ尿素 本品 0.30 g に水 50 mL を加え、還流冷却器を付け、5 分間加熱して溶かし、冷後、ろ過する。ろ液 10 mL にアンモニア試液 3 mL を加えてよく振り混ぜた後、硝酸銀試液 2 mL を加えるとき、液の色は次の比較液より濃くない。

比較液：チオ尿素 0.060 g を正確に量り、水に溶かし正確に 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、この液 10 mL をとり、以下同様に操作する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 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、水 30 mL を加え、ビュレットから 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を加え、沸騰するまで加熱し、かき混ぜて溶かす。フラスコの壁に付いた固形物を少量の水で洗い込み、かき混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀液 50 mL を加え、5 分間穏やかに煮沸した後、プロモチモールブルー試液 1 ~ 2 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で液が持続する青緑色を呈するまで滴定を続け、前後の 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液の消費量を合わせる。

$$0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 8.512 \text{ mg C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{OS}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

プロピルチオウラシル錠

Propylthiouracil Tablets

本品は定量するとき、表示量の 93 ~ 107 % に対応するプロピルチオウラシル (C₇H₁₀N₂OS : 170.23) を含む。

製法 本品は「プロピルチオウラシル」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「プロピルチオウラシル」0.3 g に対応する量を取り、アンモニア試液 5 mL を加え、時々振り混ぜながら 5 分間放置した後、水 10 mL を加えて遠心分離する。上澄液に酢酸 (31) を加え、生じた沈殿をろ取り、水から再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 218 ~ 221 °C である。また、このものにつき、「プロピルチオウラシル」の確認試験を準用する。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 75 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、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に定量用プロピルチオウラシルを 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、薄めた pH 6.8 のリン酸塩緩衝液 (1 → 2) に溶かして正確に 1000 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 274 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。