

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

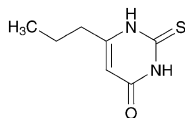
システムの性能：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、プロピオン酸ベクロメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

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。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

プロピルチオウラシル($C_7H_{10}N_2OS$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= W_s \times \frac{A_r}{A_s} \times \frac{1}{C} \times 90$$

W_s : 定量用プロピルチオウラシルの量 (mg)

C : 1 錠中のプロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) の表示量 (mg)

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。プロピルチオウラシル ($C_7H_{10}N_2OS$) 約 0.3 g に対応する量を精密に量り、ソックスレー抽出器に入れ、アセトン 100 mL を用いて 4 時間抽出する。抽出液を水浴上で加温してアセトンを留去し、残留物に水 30 mL を加え、以下「プロピルチオウラシル」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 水酸化ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 8.512 \text{ mg } C_7H_{10}N_2OS \end{aligned}$$

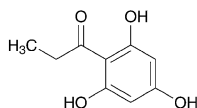
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。

フロプロピオン

Flopropione



$C_9H_{10}O_4$: 182.17

1-(2, 4, 6-Trihydroxyphenyl)propan-1-one [2295-58-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、フロプロピオン ($C_9H_{10}O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～微黄褐色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、メタノール、エタノール (99.5) 又はジエチルエーテルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (99.5) 溶液 (1 → 200) 1 mL に水 4 mL 及び硝酸鉄 (III) 試液 1 mL を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品のエタノール (99.5) 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、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 177 ~ 181 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かすとき、液は澄明で、その液の色は色の比較液 H より濃くない。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。

(3) 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)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をエタノール (99.5) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (99.5) 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 μ L 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。次にヘキサン/エタノール (99.5) /酢酸 (100) 混液 (40 : 20 : 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。これに噴霧用 4-ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧し、冷風で約 5 分間乾燥するとき、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。

水分 4.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 30 mL に溶かし、0.1 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 } 1 \text{ mL} \\ & = 18.217 \text{ mg } C_9H_{10}O_4 \end{aligned}$$

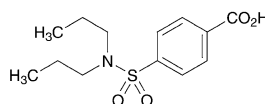
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

プロベネシド

Probenecid



$C_{13}H_{19}NO_4S$: 285.36

4-(Dipropylaminosulfonyl)benzoic acid [57-66-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロベネシド ($C_{13}H_{19}NO_4S$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は初めわずかに苦く、後に不快な苦みになる。

本品はエタノール (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。

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。

融点: 198 ~ 200 °C

確認試験

(1) 本品を強熱するとき、二酸化イオウのにおいを発する。

(2) 本品のエタノール (95) 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