

純度試験

- (1) 液性 本品 1.5 g に水 30 mL を加え、5 分間振り混ぜてろ過するとき、液は中性である。
- (2) 塩化物 (1) のろ液 10 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.028 % 以下)。
- (3) 硫酸塩 (1) のろ液 10 mL をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える (0.038 % 以下)。
- (4) 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)。
- (5) ヒ素 本品 0.5 g をとり、水酸化ナトリウム試液 5 mL を加えて溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (4 ppm 以下)。
- (6) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 A より濃くない。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 80 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

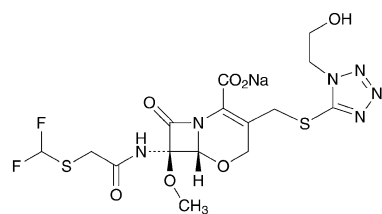
定量法 本品を乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、300 mL の三角フラスコに入れ、水酸化ナトリウム試液 40 mL を加え、還流冷却器を付け、20 分間穏やかに煮沸する。冷後、水 30 mL を用いて還流冷却器の下部及び三角フラスコの口部を洗い、洗液を三角フラスコの液と合わせ、硝酸 5 mL 及び正確に 0.1 mol/L 硝酸銀液 30 mL を加え、過量の硝酸銀を 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定する (指示薬: 硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 2 mL)。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 硝酸銀液 1 mL = 22.307 mg $C_6H_{11}BrN_3O_2$

貯法 容器 密閉容器。

フロモキシセフナトリウム

Flomoxef Sodium



$C_{15}H_{17}F_2N_6NaO_7S_2$: 518.45

Monosodium (6*R*, 7*R*)-7-(2-

difluoromethylsulfanylacetyl-amino)-3-[1-(2-hydroxyethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-7-methoxy-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate [92823-03-5]

本品は日本抗生物質医薬品基準のフロモキシセフナトリウムの条に適合する。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である。

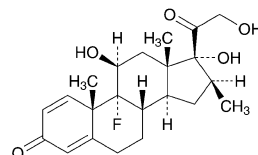
本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶

けない。

ベタメタゾン

Betamethasone

ベタメサゾン



$C_{22}H_{29}FO_6$: 392.46

9-Fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 β -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione [378-44-9]

本品を乾燥したものは定量するとき、ベタメタゾン ($C_{22}H_{29}FO_6$) 96.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、おいはない。

本品はメタノール、エタノール (95)、アセトン又は 1, 4-ジオキサンにやや溶けにくく、ジエチルエーテル又はクロロホルムに極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 約 240 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg をエタノール (95) 40 mL に溶かし、2, 6-ジ-*o*-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、還流冷却器を付け、水浴上で 20 分間加熱するとき、液は緑色を呈する。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、直ちにフェーリング試液 1 mL を加えるとき、赤褐色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.01 g をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 0.5 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フッ化物の定性反応を呈する。

(4) 本品 1.0 mg をエタノール (95) 10 mL に溶かす。この液 2.0 mL に塩酸フェニルヒドラジニウム試液 10 mL を加え、振り混ぜた後、60 °C の水浴中で 20 分間加熱する。冷後、この液につき、エタノール (95) 2.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、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又はベタメタゾン標準品について同様に操作して得られた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。

(5) 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ベタ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、本品及びベタメタゾン標準品をそれぞれアセトンに溶かした後、アセトンを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +115 ~ +121° (乾燥後, 0.1 g, 1,4-ジオキサン, 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 0.010 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 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 5 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. 次にジクロロメタン/ジエチルエーテル/メタノール/水混液 (385:75:40:6) 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.

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 0.5 % 以下 (0.1 g, 白金るつぼ).

定量法 本品及びベタ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 5 mL ずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液 5 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 10 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ベタメタゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.

$$\begin{aligned} & \text{ベタメタゾン (C}_{20}\text{H}_{28}\text{FO}_6) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ベタメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルのメタノール溶液 (2 → 3500).

操作条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 240 nm)

カラム: 内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 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: 室温

移動相: 水/アセトニトリル混液 (3:2)

流量: ベタメタゾンの保持時間が約 4 分になるように調整する.

カラムの選定: 標準溶液 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ベタメタゾン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度が 10 以上のものを用いる.

貯法

保存条件 遮光して保存する.

容器 気密容器.

ヘパリンナトリウム

Heparin Sodium

本品は健康な食用獣の肝, 肺又は腸粘膜から得たもので, 血液の凝固を遅延する作用があり, 肝又は肺から製したものは 1 mg 中 110 ヘパリン単位以上, 腸粘膜から製したものは 1 mg 中 130 ヘパリン単位以上を含むものである.

本品は定量するとき, 換算した乾燥物に対し, 表示単位の 90 ~ 110 % を含む.

本品は原料に用いた器官名を表示する.

性状 本品は白色~帯灰褐色の粉末又は粒で, においはない.

本品は水にやや溶けやすく, エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である.

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 20 mL に溶かすとき, 液は無色~淡黄色澄明である.

(2) バリウム 本品は 0.03 g を水 3.0 mL に溶かし, 試料溶液とする. 試料溶液 1.0 mL に希硫酸 3 滴を加え, 10 分間放置するとき, 液は混濁しない.

(3) 総窒素 本品を 60°C で 3 時間減圧乾燥し, その約 0.1 g を精密に量り, 窒素定量法によって試験を行うとき, 窒素 (N:14.01) の量は 3.0 % 以下である.

(4) たん白質 (2) の試料溶液 1.0 mL にトリクロロ酢酸溶液 (1 → 5) 5 滴を加えるとき, 液は沈殿又は混濁を生じない.

乾燥減量 10 % 以下 (0.02 g, 減圧, 60°C, 3 時間).

強熱残分 40 % 以下 (乾燥後, 0.02 g).

発熱性物質 ウサギの体重 1 kg につき, 本品の表示単位に従い, 1 mL 中 1000 単位を含むように生理食塩液を加えて調製した液 2.0 mL を注射し, 試験を行うとき, これに適合する.

定量法

(i) 標準溶液 ヘパリンナトリウム標準品を水に溶かし, その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し, それぞれ高用量標準溶液 S_H 及び低用量標準溶液 S_L とする.

(ii) 試料溶液 本品の表示単位に従い, その適量を精密に量り, 水に溶かし, その 1 mL 中に正確に 2.00 単位及び 1.60 単位を含むように調製し, それぞれ高用量試料溶液 T_H 及び低用量試料溶液 T_L とする.

(iii) 硫酸塩・全血液 新鮮なウシの血液 250 mL を硫酸ナトリウム十水和物溶液 (9 → 50) 50 mL を入れた広口の共栓ポリエチレン瓶に入れ, 1 ~ 4°C で保存する. 用時凝固物があるときは除いて用いる.

(iv) アセトン乾燥牛脳 新鮮な牛脳から血管及び結合組織などを除き, 細切して 10 倍容量のアセトン中に入れて脱水する. 次にその 30 g を乳鉢にとり, すりつぶしながらアセトン 75 mL ずつを加えて完全に脱水し, 37°C で 2 時間乾燥し, アセトンを除く.

(v) トロンボキナーゼ抽出液 アセトン乾燥牛脳 1.5 g