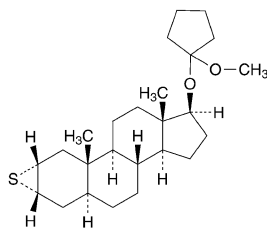


メピチオスタン

Mepitiostane

C₂₅H₄₀O₂S : 404.652 α , 3 α -Epithio-17 β -(1-methoxycyclopentyloxy)-5 α -androstane [21362-69-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、メピチオスタン (C₂₅H₄₀O₂S) 96.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はトリエチルアミン、クロロホルム、ジエチルエーテル又はシクロヘキサンの溶けやすく、ジエチレングリコールジメチルエーテル又は石油エーテルにやや溶けやすく、アセトンにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は湿った空气中で加水分解する。

確認試験

(1) 本品 1 mg をメタノール 1 mL に溶かし、塩化パラジウム (II) 試液 0.5 mL を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。これに水 1 mL 及びクロロホルム 2 mL を加え、よく振り混ぜて放置するとき、クロロホルム層はだいたい色を呈する。

(2) 本品 0.1 g をジエチレングリコールジメチルエーテル 2 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液 1 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン・ジエチレングリコールジメチルエーテル試液 1.5 mL 及び薄めたエタノール (2 → 3) 1.5 mL を加えるとき、だいたい黄色の沈殿を生じる。この沈殿をろ取り、エタノール (99.5) から再結晶し、デシケーター (減圧、酸化リン (V)) で 4 時間乾燥するとき、その融点は 144 ~ 149 °C である。

(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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +20 ~ +23° (0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g を石油エーテル 4 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 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)。

(3) 他のステロイド 本品 0.020 g をとり、アセトン/トリエチルアミン混液 (1000 : 1) 5 mL を正確に加えて溶か

し、試料溶液とする。別にエピチオスタンノール標準品 0.010 g をとり、アセトン/トリエチルアミン混液 (1000 : 1) に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL 及び 3 mL をそれぞれ正確に量り、それぞれにアセトン/トリエチルアミン混液 (1000 : 1) を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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、標準溶液 (1) 及び標準溶液 (2) 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、ヘキサン/アセトン混液 (3 : 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。これに薄めた硫酸 (1 → 5) を均等に噴霧し、120 ~ 130 °C で 5 分間加熱した後、紫外線 (主波長 365 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のうち、標準溶液と同じ R_f 値のスポットは、標準溶液 (2) から得たスポットより濃くなく、その他の主スポット以外のスポットは、標準溶液 (1) から得たスポットより濃くない。

水分 0.7 % 以下 (0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.3 g を精密に量り、シクロヘキサンの溶かし、正確に 10 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (99.5) 10 mL を加え、これに 0.01 mol/L 塩酸試液及び内標準溶液 2 mL ずつを正確に加えて振り混ぜた後、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、常温で 30 分間放置し、試料溶液とする。別にエピチオスタンノール標準品約 0.045 g を精密に量り、内標準溶液 2 mL を正確に加えて溶かした後、エタノール (99.5) を加えて 20 mL とし、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エピチオスタンノールのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

メピチオスタン (C₂₅H₄₀O₂S) の量 (mg)

$$= \text{脱水物に換算したエピチオスタンノール標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \times 1.3202$$

内標準溶液 n-オクチルベンゼンのエタノール (99.5) 溶液 (1 → 300)

操作条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 265 nm)

カラム : 内径約 4 mm, 長さ約 15 cm のステンレス管に 10 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 °C 付近の一定温度

移動相 : メタノール/水混液 (20 : 3)

流量 : エピチオスタンノールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

カラムの選定 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、エピチオスタンノール、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

保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換し、冷所に保存する。

容器 密封容器。