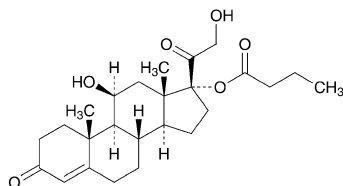


## 酪酸ヒドロコルチゾン

Hydrocortisone Butyrate

ヒドロコルチゾン酪酸エステル

 $C_{25}H_{36}O_6$  : 432.5511 $\beta$ , 17, 21-Trihydroxypregn-4-ene-3, 20-dione 17-butyrate  
[13609-67-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、酪酸ヒドロコルチゾン ( $C_{25}H_{36}O_6$ ) 96.0 ~ 104.0 % を含む。

性状 本品は白色の粉末で、においはない。

本品はテトラヒドロフラン、クロロホルム又は 1,2-ジクロロエタンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、エタノール (99.5) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点：約 200 °C (分解)。

## 確認試験

(1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、液は初め帯黄緑色の蛍光を発生し、徐々にだいたい黄色を経て暗赤色に変わる。この液に紫外線 (主波長 254 nm) を照射するとき、強い淡緑色の蛍光を発生する。また、この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液は黄色からだいたい黄色に変わり、淡緑色の蛍光を発生し、黄褐色綿状の浮遊物を生じる。

(2) 本品 0.01 g にメタノール 1 mL を加え、加温して溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、だいたい色へ赤色の沈殿を生じる。

(3) 本品 0.05 g に水酸化カリウム・エタノール試液 2 mL を加え、水浴上で 5 分間加熱する。冷後、薄めた硫酸 (2 → 7) 2 mL を加え 1 分間穏やかに煮沸するとき、酪酸エチルのにおいを発生する。

(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  $[\alpha]_D^{25}$  : +48 ~ +52° (乾燥後, 0.1 g, クロロホルム, 10 mL, 100 mm)。

## 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) 他のステロイド 本品 0.025 g をテトラヒドロフラン 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、テトラヒドロフランを加えて正確に 20 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  $\mu$ 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 1,2-ジクロロエタン/メタノール/水混液 (470 : 30 : 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、2 個以下であり、標準溶液から得たスポットより濃くない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105 °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 0.05 g を精密に量り、エタノール (99.5) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する。

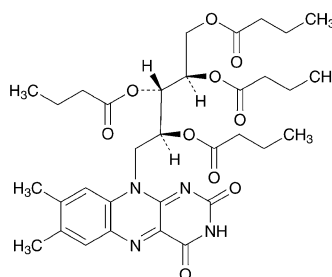
$$\begin{aligned} & \text{酪酸ヒドロコルチゾン } (C_{25}H_{36}O_6) \text{ の量 (mg)} \\ & = \frac{A}{375} \times 25000 \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

## 酪酸リボフラビン

Riboflavin Butyrate

リボフラビン酪酸エステル

ビタミン B<sub>2</sub> 酪酸エステル $C_{33}H_{44}N_4O_{10}$  : 656.72(2R, 3S, 4S)-5-(3, 4-Dihydro-7, 8-dimethyl-2, 4-dioxobenzo-  
[g]pteridin-10(2H)-yl)-2, 3, 4-tris(butyryloxy)pentyl  
butyrate [752-56-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、酪酸リボフラビン ( $C_{33}H_{44}N_4O_{10}$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品はだいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はメタノール、エタノール (95) 又はクロロホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品は光によって分解する。

## 確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100000) は淡黄緑色で、強い帯黄緑色の蛍光を発生し、この蛍光は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液を加えるとき消える。

(2) 本品 0.01 g をエタノール (95) 5 mL に溶かし、水酸化ナトリウム溶液 (3 → 20)/塩酸ヒドロキシアニモニウ

ム溶液 (3 → 20) 混液 (1 : 1) 2 mL を加え、よく振り混ぜた後、塩酸 0.8 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 0.5 mL を加え、更にエタノール (95) 8 mL を加えるとき、液は濃赤褐色を呈する。

(3) 定量法の試料溶液につき、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 146 ~ 150 °C

#### 純度試験

(1) 塩化物 本品 2.0 g をメタノール 10 mL に溶かし、希硝酸 24 mL 及び水を加えて 100 mL とする。よく振り混ぜ 10 分間放置した後、ろ過し、初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL をとり、水を加えて 50 mL とし、硝酸銀試液 1 mL を加えて 5 分間放置するとき、液の混濁は、次の比較液より濃くない。

比較液：試料溶液 25 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え、10 分間放置した後、ろ過する。沈殿を水 5 mL で 4 回洗い、洗液はろ液に合わせ、0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL 及び水を加えて 50 mL とし、更に水 1 mL を追加して混和する (0.021 % 以下)。

(2) 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)。

(3) 遊離酸 本品 1.0 g に新たに煮沸して冷却した水 50 mL を加え、振り混ぜてろ過する。ろ液 25 mL をとり、0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.50 mL 及びフェノールフタレイン試液 2 滴を加えるとき、液の色は赤色である。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 20 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/2-プロパノール混液 (9 : 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 (1 g, 減圧, シリカゲル, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本操作は直射日光を避け、遮光した容器を用いて行う。本品を乾燥し、その約 0.04 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 500 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にリボフラビン標準品を 105 °C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 g を精密に量り、薄めた酢酸 (100) (2 → 75) 150 mL に加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に 500 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、エタノール (95) を加えて正確に 50 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 445 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

酪酸リボフラビン ( $C_{33}H_{44}N_4O_{10}$ ) の量 (mg)

$$= \text{リボフラビン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times 1.7449 \times \frac{1}{2}$$

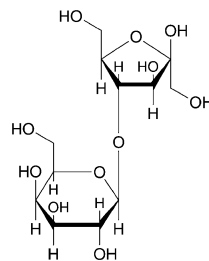
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ラクツロース

Lactulose



$C_{12}H_{22}O_{11}$  : 342.30

4-O-β-D-Galactopyranosyl-D-fructose [4618-18-2]

本品は乳糖をアルカリの存在下で異性化し、イオン交換樹脂を用いて精製して得た水溶液である。

本品は定量するとき、ラクツロース ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ) 50.0 ~ 56.0 % を含む。

性状 本品は無色～淡黄色澄明の粘性の液で、においはなく、味は甘い。

本品は水又はホルムアミドと混和する。

#### 確認試験

(1) 本品 0.7 g に水 10 mL, セモリブデン酸六アンモニウム四水和物溶液 (1 → 25) 10 mL 及び酢酸 (100) 0.2 mL を加え、5 ~ 10 分間水浴中で加熱するとき、液は青色を呈する。

(2) 本品 0.3 g と水 30 mL を混和し、0.5 mol/L ヨウ素試液 16 mL を加え、直ちに 8 mol/L 水酸化ナトリウム試液 2.5 mL を加えて 7 分間放置した後、薄めた硫酸 (3 → 20) 2.5 mL を加える。この液に液の色が淡黄色になるまで亜硫酸ナトリウム七水和物飽和溶液を加え、次にメチルオレンジ試液 3 滴を加え、水酸化ナトリウム溶液 (4 → 25) で中和し、更に水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり、フェーリング試液 5 mL を加えて 5 分間煮沸するとき、赤色の沈殿を生じる。

pH 本品 2.0 g を水 15 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 5.5 である。

比重  $d_{20}^{20}$  : 1.320 ~ 1.360

#### 純度試験

(1) 重金属 本品 5.0 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 2.5 mL を加える (5 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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)。