

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、水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。

確認試験 本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり、塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物の酢酸 (100) 溶液 (1 → 10000) 1 mL を加えて溶かし、硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とするとき、境界面に褐色の輪帯を生じ、その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり、次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる。

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g をとり、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にラナトシド C 標準品 1.0 mg をとり、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、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 20 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。次にジクロロメタン/メタノール/水混液 (84 : 15 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧した後、110 °C で 10 分間加熱するとき、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大きくなく、かつ濃くない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +32 ~ +35° (乾燥後, 0.5 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

乾燥減量 7.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及びラナトシド C 標準品を乾燥し、その約 0.05 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 25 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 100 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 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ、2, 4, 6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて 25 mL とし、18 ~ 22 °C で 25 分間放置する。これらの液につき、メタノール 5 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試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ラナトシド C (C}_{49}\text{H}_{76}\text{O}_{20}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ラナトシド C 標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ラナトシド C 錠

Lanatoside C Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するラナトシド C (C₄₉H₇₆O₂₀; 985.12) を含む。

製法 本品は「ラナトシド C」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラナトシド C」1 mg に対応する量を取り、ジエチルエーテル 3 mL を加え、振り混ぜてろ過し、残留物はジエチルエーテル 3 mL ずつで 2 回洗った後、風乾する。これにクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 10 mL を加え、振り混ぜてろ過し、残留物は更にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発し、液が少量となったとき、内径約 10 mm の小試験管に移し、更に水浴上で蒸発乾固し、以下「ラナトシド C」の確認試験を準用する。

(2) 定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき、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 25 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。次にジクロロメタン/メタノール/水混液 (84 : 15 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、110 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、黒色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 5 mL を加えて加温して崩壊させ、エタノール (95) 30 mL を加え、超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、1 mL 中にラナトシド C (C₄₉H₇₆O₂₀) 約 5 μ g を含む液となるようにエタノール (95) を加えて正確に V mL とし、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。別にラナトシド C 標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水 10 mL 及びエタノール (95) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び薄めたエタノール (17 → 20) 2 mL ずつを正確に量り、あらかじめ 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液を正確に 10 mL ずつ入れた褐色の共栓試験管 T, S 及び B に加え、直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後、25 ~ 30 °C の一定温度で 40 分間放置する。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、励起の波長 355 nm, 蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T , F_S 及び F_B を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ラナトシド C (C}_{49}\text{H}_{76}\text{O}_{20}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ラナトシド C 標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V}{5000} \end{aligned}$$

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液は適当な方法で脱気した薄めた塩酸 (3 → 500) 500 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL をとり、孔径 0.8 μ m 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。別にラナトシド C 標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、表示量の 100 倍量を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 500 mL とし、37 ± 0.5 °C で 60 分間加温した後、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び試験液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれを褐色共栓試験

管 T, S 及び B に入れる。これらに 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液 10 mL ずつを正確に加え、振り混ぜる。直ちに薄めた過酸化水素試液 (1 → 100) 0.2 mL ずつを正確に加え、よく振り混ぜ、30 ~ 37 °C の一定温度で 45 分間放置する。これらの液につき、直ちに蛍光光度法により試験を行い、励起の波長 355 nm, 蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T , F_S 及び F_B を測定する。

本品 6 個の 60 分間の個々の溶出率が 65 % 以上のときは適合とする。

本品には再試験の規定を適用しない。

ラナトシド C ($C_{49}H_{76}O_{20}$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_s \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{1}{C}$$

W_s : ラナトシド C 標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のラナトシド C ($C_{49}H_{76}O_{20}$) 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。ラナトシド C ($C_{49}H_{76}O_{20}$) 約 5 mg に対応する量を精密に量り、遮光した 100 mL のメスフラスコに入れ、エタノール (95) 50 mL を加えて 15 分間振り混ぜた後、エタノール (95) を加えて 100 mL とし、ろ過する。初めのろ液 20 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にラナトシド C 標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 5 mg を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれを遮光した共栓試験管に入れ、アルカリ性 2,4,6-トリニトロフェノール試液 3 mL を正確に加えてよく振り混ぜ、22 ~ 28 °C で 25 分間放置する。これらの液につき、エタノール (95) 5 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試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 490 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ラナトシド C (} C_{49}H_{76}O_{20} \text{) の量 (mg)} \\ & = \text{ラナトシド C 標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

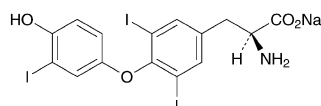
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

リオチロニンナトリウム

Liothyronine Sodium



$C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$: 672.96

Monosodium *O*-(4-hydroxy-3-iodophenyl)-3,5-diiodo-L-tyrosinate [55-06-1]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、リオチロニンナトリウム ($C_{15}H_{11}I_3NNaO_4$) 95.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡褐色の粉末で、においはない。

本品はエタノール (95) にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテル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。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 1000) 5 mL にニンヒドリン試液 1 mL を加え、水浴中で 5 分間加温するとき、液は紫色を呈する。

(2) 本品 0.02 g に硫酸数滴を加えて直火で加熱するとき、紫色のガスを発生する。

(3) 本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 10000) 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。

(4) 本品 0.02 g を強熱して炭化し、冷後、残留物に水 5 mL を加えて振り混ぜ、ろ過した液はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +18 ~ +22° [乾燥物に換算したもの 0.2 g, エタノール (95) /1 mol/L 塩酸試液混液 (4:1), 10 mL, 100 mm].

純度試験

(1) 可溶性ハロゲン化物 本品 0.010 g に水 10 mL 及び希硝酸 1 滴を加え、5 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液に水を加えて 10 mL とし、硝酸銀試液 3 滴を加えて混和するとき、液の混濁は次の比較液より濃くない。

比較液: 0.01 mol/L 塩酸 0.35 mL に希硝酸 1 滴及び水を加えて 10 mL とし、硝酸銀試液 3 滴を加える。

(2) ヨウ素及びヨウ化物 本品 0.10 g に希水酸化ナトリウム試液 10 mL 及び水 15 mL を加えて溶かした後、希硫酸 5 mL を加え、時々振り混ぜ 10 分間放置する。次にろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、クロロホルム 10 mL 及びヨウ素酸カリウム溶液 (1 → 100) 3 滴を加え、30 秒間振り混ぜた後、静置するとき、クロロホルム液の色は次の比較液より濃くない。

比較液: ヨウ化カリウム 0.111 g を正確に量り、水に溶かし 1000 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、希水酸化ナトリウム試液 10 mL, 水 14 mL 及び希硫酸 5 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液をネスラー管に入れ、以下同様に操作する。

(3) 類縁物質 本品 0.15 g を薄めたアンモニア試液 (1 → 3) 5 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めたアンモニア試液 (1 → 3) 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 1 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 *t*-ブチルアルコール/ *n*-アミルアルコール/水/アンモニア水 (28) /2-ブタノン混液 (59:32:17:15:7) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン 0.3 g を 1-ブタノール/酢酸 (100) 混液 (97:3) 100 mL に溶かした液を均等に噴霧し、100 °C で 3 分間加熱するとき、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。