

(3) 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 2.0 mL を加える (40 ppm 以下)。

(4) 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)。

(5) 遊離リン酸 本品約 0.25 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とし、試料溶液とする。試料溶液及びリン酸標準液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれを 25 mL のメスフラスコに入れ、七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 2.5 mL 及び 1-アミノ-2-ナフトール-4-スルホン酸試液 1 mL を加えて振り混ぜ、水を加えて正確に 25 mL とし、 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ で 30 分間放置する。これらの液につき、水 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。試料溶液及びリン酸標準液から得たそれぞれの液の波長 740 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定するとき、遊離リン酸の量は 1.0 % 以下である。

$$\text{遊離リン酸 (H}_3\text{PO}_4\text{) の含量 (\%)} = \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{W} \times 257.8$$

W : 乾燥物に換算した本品の量 (mg)

(6) 遊離ヒドロコルチゾン 本品 0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にヒドロコルチゾン標準品を 105°C で 3 時間乾燥し、その 0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μL 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う。それぞれの液のヒドロコルチゾンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、 A_T は A_S より大きくない。

操作条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相、流量及びカラムの選定は定量法の操作条件を準用する。

検出感度：標準溶液 20 μL から得たヒドロコルチゾンのピーク高さがフルスケールの約 10 % になるように調整する。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 減圧, 80°C , 5 時間)。

定量法 本品及びリン酸ヒドロコルチゾンナトリウム標準品 (別途乾燥減量を測定しておく) 約 0.02 g ずつを精密に量り、それぞれを移動相 50 mL に溶かし、次に内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、移動相を加えて 200 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 20 μL 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リン酸ヒドロコルチゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{リン酸ヒドロコルチゾンナトリウム (C}_{21}\text{H}_{29}\text{Na}_2\text{O}_6\text{P) の量 (mg)} \\ = \text{乾燥物に換算したリン酸ヒドロコルチゾンナトリウム} \\ \text{標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液：パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液 (3 \rightarrow 5000)

操作条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ約 25 cm のステンレス管

に 7 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：pH 2.6 の 0.05 mol/L リン酸二水素ナトリウム試液/メタノール混液 (1 : 1)

流量：リン酸ヒドロコルチゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

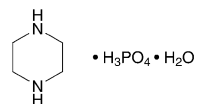
カラムの選定：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、リン酸ヒドロコルチゾン、パラオキシ安息香酸イソプロピルの順に溶出し、その分離度が 8 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

リン酸ピペラジン

Piperazine Phosphate

ピペラジンリン酸塩



$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 202.15

Piperazine monophosphate monohydrate [18534-18-4]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ピペラジン ($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{N}_2 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4$: 184.13) 98.5 % 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、わずかに酸味がある。

本品はギ酸にやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、酢酸 (100) に極めて溶けにくく、メタノール、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。

本品は希塩酸に溶ける。

融点：約 222°C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) 3 mL にライネック塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 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。

(3) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 100) はリン酸塩の定性反応 (1) 及び (3) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 g に希硝酸 6 mL 及び水を加えて溶かし、50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.018 % 以下)。

(2) 重金属 本品 2.0 g をとり、希塩酸 5 mL, 水 30 mL 及び希酢酸 2 mL を加えて溶かし、水酸化ナトリウム試液を加え、pH を 3.3 に調整し、更に水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g を水 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、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セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/アンモニア水 (28) /アセトン/エタノール (99.5) 混液 (8 : 3 : 3 : 2) 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 4-ジメチルアミノシナムアルデヒド試液を均等に噴霧した後、15 分間放置するとき、試料溶液から得た主スポット及び原点の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 8.0 ~ 9.5 % (0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、ギ酸 10 mL に溶かし、酢酸 (100) 60 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 9.207 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4$

貯法 容器 密閉容器。

リン酸ピペラジン錠

Piperazine Phosphate Tablets

ピペラジンリン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するリン酸ピペラジン ($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$: 202.15) を含む。

製法 本品は「リン酸ピペラジン」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「リン酸ピペラジン」0.1 g に対応する量を取り、水 10 mL を加え、10 分間加温しながら振り混ぜた後、放冷し、ろ過する。ろ液 3 mL にライネック塩試液 3 滴を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

崩壊試験 試験を行うとき、これに適合する。ただし、試験時間は 10 分間とする。

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。リン酸ピペラジン ($C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$) 約 0.15 g に対応する量を精密に量り、ギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、遠心分離して上澄液をとる。残留物にギ酸 5 mL を加えて 5 分間振り混ぜ、再び遠心分離して上澄液をとる。更に酢酸 (100) 5 mL を用いて同じ操作を 2 回繰り返す、全上澄液を合わせ、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

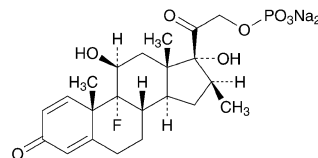
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL
= 10.107 mg $C_4H_{10}N_2 \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$

貯法 容器 気密容器。

リン酸ベタメタゾンナトリウム

Betamethasone Sodium Phosphate

ベタメタゾンリン酸エステルナトリウム



$C_{22}H_{28}FN_2O_5P$: 516.40

Disodium 9-fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 β -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione 21-phosphate [151-73-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸ベタメタゾンナトリウム ($C_{22}H_{28}FN_2O_5P$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末又は塊で、おいはない。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (95) に溶けにくく、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。

融点: 約 213 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 2 mg を硫酸 2 mL に溶かすとき、液は褐色を呈し、徐々に黒褐色に変わる。

(2) 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 (2) を呈する。

(3) 本品 0.04 g を白金るつばにとり、加熱して炭化する。冷後、硝酸 5 滴を加え、強熱し、灰化する。残留物に薄めた硝酸 (1 \rightarrow 50) 10 mL を加えて数分間煮沸する。冷後、アンモニア試液を加えて中性とし、必要ならばろ過し、試料溶液とする。試料溶液はナトリウム塩及びリン酸塩の定性反応を呈する。

(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又は乾燥したリン酸ベタメタゾンナトリウム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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +99 ~ +105 ° (脱水物換算, 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.10 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 7.5 ~ 9.0 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 遊離リン酸 本品約 0.02 g を精密に量り、水 20 mL に溶かし、試料溶液とする。別にリン酸標準液 4 mL を正確に量り、水 20 mL を加えて標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液それぞれに希硫酸 7 mL、モリブデン酸アン