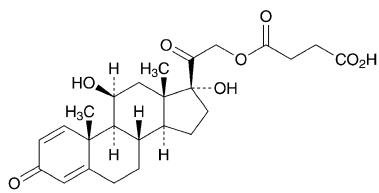


コハク酸プレドニゾロン

Prednisolone Succinate

プレドニゾロンコハク酸エステル

 $C_{25}H_{32}O_8$: 460.5211 β , 17, 21-Trihydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione
21-(hydrogen succinate) [2920-86-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、コハク酸プレドニゾロン ($C_{25}H_{32}O_8$) 97.0 ~ 103.0 % を含む。
性状 本品は白色の微細な結晶性の粉末で、においはない。
 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けやすく、水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。
融点: 約 205 °C (分解)。

確認試験

- (1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、2 ~ 3 分の後、液は濃赤色を呈し、蛍光を発しない。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。
- (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又はコハク酸プレドニゾロ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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +114 ~ +120 ° (乾燥後、0.067 g, メタノール, 10 mL, 100 mm).

純度試験 他のステロイド 本品 0.10 g をメタノールに溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別にプレドニゾロン 0.030 g をメタノールに溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 10 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。次に酢酸エチル/エタノール (95) 混液 (2 : 1) を展開浴媒として約 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, 酸化リン (V), 60 °C, 6 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品及びコハク酸プレドニゾロン標準品を乾燥し、その約 0.01 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 100 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 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 242

nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

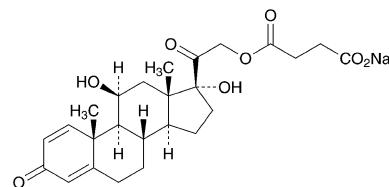
$$\text{コハク酸プレドニゾロン } (C_{25}H_{32}O_8) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{コハク酸プレドニゾロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S}$$

貯 法 容 器 気密容器。

注射用コハク酸プレドニゾロンナトリウム

Prednisolone Sodium Succinate for Injection

注射用プレドニゾロンコハク酸エスチルナトリウム

 $C_{25}H_{31}NaO_8$: 482.50Monosodium 11 β , 17, 21-trihydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione 21-succinate [1715-33-9]

本品は用時溶解して用いる注射剤で、定量するとき、コハク酸プレドニゾロンナトリウム ($C_{25}H_{31}NaO_8$: 482.50) 72.4 ~ 83.2 % を含み、表示量の 90 ~ 110 % に対応するプレドニゾロン ($C_{21}H_{28}O_5$: 360.44) を含む。

本品はプレドニゾロン ($C_{21}H_{28}O_5$) の量で表示する。

製 法 本品は「コハク酸プレドニゾロン」をとり、「乾燥炭酸ナトリウム」又は「水酸化ナトリウム」を加え、注射剤の製法により製する。

ただし、適当な緩衝剤を加える。

性 状 本品は白色の粉末又は多孔質の軽い塊である。

本品は水に溶けやすい。

本品は吸湿性である。

確認試験

- (1) 本品 2 mg に硫酸 2 mL を加えるとき、2 ~ 3 分の後、液は濃赤色を呈し、蛍光を発しない。この液に注意して水 10 mL を加えるとき、液の濃赤色は退色し、灰色の綿状の沈殿を生じる。
- (2) 本品 0.01 g をメタノール 1 mL に溶かし、フェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき、だいだい色～赤色の沈殿を生じる。
- (3) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 2 mL に溶かし、10 分間放置する。析出した沈殿をろ過し、ろ液に希塩酸 1 mL を加えて振り混ぜ、必要ならばろ過し、薄めたアンモニア試液 (1 → 10) を加えて pH 約 6 に調整し、塩化鉄 (III) 試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、褐色の沈殿を生じる。
- (4) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.2 である。

純度試験 溶状 本品 0.25 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

乾燥減量 2.0 % 以下 (0.15 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C,

3 時間).

定量法 本品につき、プレドニゾロン ($C_{21}H_{28}O_5$) 約 0.10 g に対応する量の個数をとり、それぞれの内容物を薄めたメタノール (1 → 2) に溶かし、100 mL のメスフラスコに移す。各々の容器は、薄めたメタノール (1 → 2) で洗い、洗液は先の液に合わせ、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、試料溶液とする。別にコハク酸プレドニゾロン標準品をデシケーター（減圧、酸化リン（V）、60 °C）で 6 時間乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、メタノールに溶かし、正確に 25 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、薄めたメタノール (1 → 2) を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 5 mL を正確に加えて振り混ぜ、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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コハク酸プレドニゾロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} \text{コハク酸プレドニゾロンナトリウム} & (C_{25}H_{31}NaO_8) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{コハク酸プレドニゾロン標準品の量 (mg)} \\ & \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5 \times 1.0477 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{プレドニゾロン} & (C_{21}H_{28}O_5) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{コハク酸プレドニゾロンナトリウム} (C_{25}H_{31}NaO_8) \text{ の量} \\ & (\text{mg}) \times 0.7470 \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの薄めたメタノール (1 → 2) 溶液 (1 → 25000)

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 5 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：臭化テトラ *n*-ブチルアンモニウム 0.32 g、リン酸水素二ナトリウム十二水和物 3.22 g 及びリン酸二水素カリウム 6.94 g を水 1000 mL に溶かす。この液 840 mL にメタノール 1160 mL を加える。

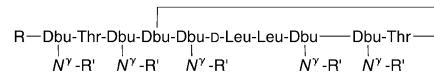
流量：コハク酸プレドニゾロンの保持時間が約 15 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、コハク酸プレドニゾロン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 6 以上のものを用いる。

貯 法 容 器 密封容器。

コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム

Colistin Sodium Methanesulfonate



コリスチンAメタンスルホン酸ナトリウム： R = 6-メチルオクタン酸
Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸
R' = 

コリスチンBメタンスルホン酸ナトリウム： R = 6-メチルヘプタン酸
Dbu = L-α, γ-ジアミノ酪酸
R' = 

[8068-28-8, コリスチンメタンスルホン酸ナトリウム]

本品はコリスチン A メタンスルホン酸ナトリウム及びコリスチン B メタンスルホン酸ナトリウムの混合物であり、本品を乾燥したものは、定量するとき 1 mg 当たり 10000 単位以上を含む。ただし、本品の力価は、コリスチン A (R = 6-メチルオクタン酸, R' = H, $C_{63}H_{100}N_{16}O_{13}$: 1168.46) としての量を単位で示す。

性 状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、振り混ぜながら硫酸銅 (II) 試液 5 滴を加えるとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品 0.04 mg を 1 mol/L 塩酸試液 1 mL に溶かし、希ヨウ素試液 0.5 mL を加えるとき、ヨウ素液の色は消失する。

(3) 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考スペクトル又は乾燥したコリスチンメタンスルホン酸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。

(4) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、30 分間放置したときの pH は 6.5 ～ 8.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.16 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 重金属 本品 1.0 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 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第4法により調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(4) 遊離コリスチン 本品 0.08 g を水 3 mL に溶かし、ケイタングステン酸二十六水和物溶液 (1 → 10) 0.05 mL を加え、直ちにプラスチック製医薬品容器試験法の参考乳濁液と比較するとき、比較液より濃くない (0.25 % 以下)。

乾燥減量 3.0 % 以下 (0.1 g, 減圧, 60 °C, 3 時間)。

定量法 次の条件に従い、微生物質の生物学的力価試験法

I. 円筒平板法により試験を行う。