

1000 mL とし、標準溶液とする。以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{シアノコバラミン (C}_{88}\text{H}_{88}\text{CoN}_{14}\text{O}_{14}\text{P) の量 (mg)} \\ & = \text{乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{10} \end{aligned}$$

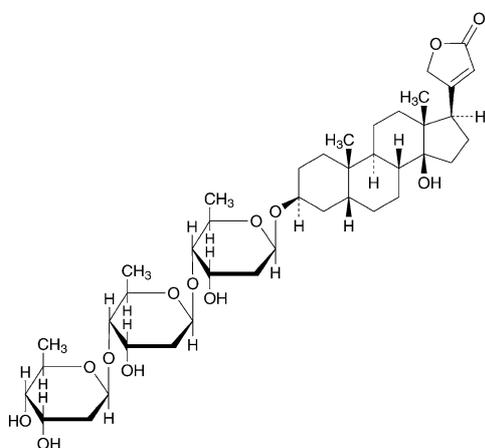
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

## ジギトキシン

Digitoxin



$\text{C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{13}$  : 764.94

3 $\beta$ -[O-2,6-Dideoxy- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-O-2,6-dideoxy- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyl-(1 $\rightarrow$ 4)-2,6-dideoxy- $\beta$ -D-ribo-hexopyranosyloxy]-14-hydroxy-5 $\beta$ ,14 $\beta$ -card-20(22)-enolide [71-63-6]

本品を乾燥したものは定量するとき、ジギトキシン ( $\text{C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{13}$ ) 90.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (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。

#### 確認試験

(1) 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  $\rightarrow$  10000) 1 mL に溶かし、硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とすると、境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ、その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり、次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる。

(2) 本品 2 mg に新たに調製した 1,3-ジニトロベンゼンのエタノール (95) 溶液 (1  $\rightarrow$  100) 25 mL を加え、振り混ぜて溶かす。この液 2 mL をとり、テトラメチルアンモニウムヒドロキシドのエタノール (95) 溶液 (1  $\rightarrow$  200) 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は徐々に赤紫色を呈し、次

に退色する。

(3) 本品及びジギトキシン標準品 1 mg ずつをエタノール (95) /クロロホルム混液 (1 : 1) 50 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。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  $\mu$ 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 10 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  $^{\circ}$ 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の  $R_f$  値は等しい。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : +16 ~ +18  $^{\circ}$  (乾燥後, 0.5 g, クロロホルム, 20 mL, 200 mm)。

純度試験 ジギトニン 本品 0.010 g をとり、かき傷のない試験管に入れ、エタノール (95) 2 mL に溶かし、コレステロールのエタノール (95) 溶液 (1  $\rightarrow$  200) 2 mL を加えて穏やかに混ぜ、10 分間放置するとき、液は混濁しない。

乾燥減量 1.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 100  $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及びジギトキシン標準品を乾燥し、その約 0.02 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 200 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水 12.5 mL を加えた後、メタノールを加えて 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 50  $\mu$ 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ジギトキシンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ジギトキシン (C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{13}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ジギトキシン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 アセナフテンのメタノール溶液 (3  $\rightarrow$  1000000)

#### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ 15 ~ 20 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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：室温

移動相：メタノール/水混液 (3 : 1)

流量：ジギトキシンの保持時間が約 5 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 50  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、ジギトキシン、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

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## ジギトキシン錠

Digitoxin Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するジギトキシン ( $\text{C}_{41}\text{H}_{64}\text{O}_{13}$  : 764.94) を含む。