

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 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

(1) 溶状 本品 0.020 g にエタノール(95) 10 mL 及び水 3 mL を加え、加温して溶かし、冷後水を加えて 100 mL とした液は、無色澄明である。

(2) 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。別にデスラノシド標準品 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 $[\alpha]_D^{20}$: +6.5 ~ +8.5° (乾燥後, 0.5 g, 無水ピリジン, 25 mL, 100 mm)。

乾燥減量 8.0 % 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 本品及びデスラノシド標準品を乾燥し、その約 0.012 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノール 20 mL に溶かし、水を加えて正確に 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、それぞれを遮光した 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、薄めたメタノール(1 → 4)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、薄めたメタノール(1 → 5) 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。

$$\begin{aligned} & \text{デスラノシド (C}_{47}\text{H}_{74}\text{O}_{19}) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{デスラノシド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

デスラノシド注射液

Deslanoside Injection

本品は水性の注射剤で、定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するデスラノシド(C₄₇H₇₄O₁₉: 943.08)を含む。

製法 本品は「デスラノシド」をとり、10 vol% エタノールに溶かし、注射剤の製法により製する。本品は「グリセリン」を加えることができる。ただし、本品は 10 vol% エタ

ノールの代わりに「エタノール」及び「注射用水」適量を用いて製することができる。

性状 本品は無色澄明の液である。

pH: 5.0 ~ 7.0

確認試験

(1) 本品の表示量に従い「デスラノシド」2 mg に対応する容量を分液漏斗にとり、この液 1 mL につき塩化ナトリウムを 0.2 g の割合で加え、クロロホルム 10 mL ずつで 3 回抽出する。全クロロホルム抽出液を合わせ、均一に混和する。この液 15 mL をとり、減圧でクロロホルムを留去し、残留物につき、「デスラノシド」の確認試験を準用する。

(2) (1)の残りのクロロホルム抽出液につき、減圧でクロロホルムを留去し、残留物をメタノール 5 mL に溶かし、試料溶液とする。別にデスラノシド標準品 1 mg をメタノール 5 mL に溶かし、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、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。

定量法 本品のデスラノシド(C₄₇H₇₄O₁₉)約 3 mg に対応する容量を正確に量り、メタノール 5 mL 及び水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。以下「デスラノシド」の定量法を準用する。

$$\begin{aligned} & \text{デスラノシド (C}_{47}\text{H}_{74}\text{O}_{19}) \text{の量 (mg)} \\ & = \text{デスラノシド標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{4} \end{aligned}$$

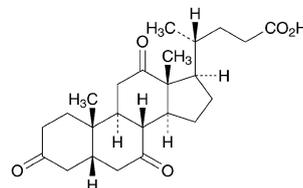
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密封容器。

デヒドロコール酸

Dehydrocholic Acid



C₂₄H₃₄O₅: 402.52

3, 7, 12-Trioxo-5 β -cholan-24-oic acid [8I-23-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、デヒドロコール酸(C₂₄H₃₄O₅) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 g に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし、5 分間放置する。これに水 5 mL を加えるとき、液は黄色を呈し、青緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.02 g にエタノール (95) 1 mL を加えて振り混ぜ、これに 1,3-ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 8) 0.5 mL を加えて放置するとき、液は紫色～赤紫色を呈し、徐々に褐色に変わる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +29 ~ +32° (乾燥後, 0.2 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

融点 233 ~ 242°C

純度試験

(1) におい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、2 分間煮沸するとき、においはない。

(2) 溶状 本品を乳鉢で粉末とし、その 0.10 g をエタノール (95) 30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき、液は無色澄明である。

(3) 塩化物 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え、水浴中で 6 分間加熱し、冷後、ろ過し、澄明なろ液を得る。残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (3) の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え、水浴中で 6 分間加熱し、冷後、ろ過し、澄明なろ液を得る。残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(5) 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)。

(6) バリウム (1) の液に塩酸 2 mL を加え、2 分間煮沸し、冷後、ろ過し、ろ液が 100 mL となるまで水で洗う。この液 10 mL に希硫酸 1 mL を加えるとき、液は混濁しない。

乾燥減量 1.0 % 以下 (1 g, 105°C, 2 時間)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

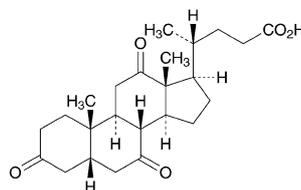
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 40 mL 及び水 20 mL を加え、加温して溶かし、フェノールフタレイン試液 2 滴を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定し、終点近くで新たに煮沸して冷却した水 100 mL を加えて更に滴定する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 40.25 mg $C_{24}H_{34}O_5$

貯法 容器 密閉容器。

精製デヒドロコール酸

Purified Dehydrocholic Acid



$C_{24}H_{34}O_5$: 402.52

3, 7, 12-Trioxo-5 β -cholan-24-oic acid [81-23-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、デヒドロコール酸 ($C_{24}H_{34}O_5$: 402.52) 99.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は 1,4-ジオキサンにやや溶けにくく、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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 5 mg に硫酸 1 mL 及びホルムアルデヒド液 1 滴を加えて溶かし、5 分間放置する。これに水 5 mL を加えるとき、液は黄色を呈し、青緑色の蛍光を発する。

(2) 本品 0.02 g にエタノール (95) 1 mL を加えて振り混ぜ、これに 1,3-ジニトロベンゼン試液 5 滴及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 8) 0.5 mL を加えて放置するとき、液は紫色～赤紫色を呈し、徐々に褐色に変わる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +29 ~ +32° (乾燥後, 0.2 g, 1,4-ジオキサン, 10 mL, 100 mm).

融点 237 ~ 242°C

純度試験

(1) におい 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、2 分間煮沸するとき、においはない。

(2) 溶状 本品を乳鉢で粉末とし、その 0.10 g をエタノール (95) 30 mL に 10 分間振り混ぜて溶かすとき、液は無色澄明である。

(3) 塩化物 本品 2.0 g に水 100 mL を加えて 5 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 25 mL に希硝酸 6 mL を加え、水浴中で 6 分間加熱し、冷後、ろ過し、澄明なろ液を得る。残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(4) 硫酸塩 (3) の試料溶液 25 mL に希塩酸 1 mL を加え、水浴中で 6 分間加熱し、冷後、ろ過し、澄明なろ液を得る。残留物を水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液を合わせ、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 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.048 % 以下)。

(5) 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