

(2) 本品の水溶液 (1 → 10) 5 mL に *p*-トルエンスルホン酸一水和物溶液 (1 → 10) 5 mL を加え、振り混ぜて 30 分間放置するとき、沈殿を生じる。沈殿をろ取し、水 10 mL ずつで 2 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 262 ~ 267 °C (分解) である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.40 mL を加える (0.014 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g を水 30 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸 12 mL 及び水を加えて 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)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 1 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) 硫酸呈色物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。液の色は無色である。

(6) シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸
本品 0.10 g を水酸化ナトリウム試液 2.5 mL に溶かし、氷水中で冷却し、振り混ぜながら無水酢酸 0.18 mL を 5 分間で滴加する。次に氷水中で 30 分間放置した後、1 mol/L 塩酸試液 2.5 mL を加え、40 ~ 50 °C の水浴中で 15 ~ 20 分間減圧で蒸発乾固する。残留物にメタノール 10 mL を加え、更に塩化チオニル 0.10 mL を器壁に沿って静かに加えた後、80 ~ 90 °C の水浴中で 20 分間還流冷却器を付けて加熱する。冷後、振り混ぜながら粉末とした無水炭酸ナトリウム約 0.2 g を徐々に加えて中和した後、40 ~ 50 °C の水浴中、減圧で蒸発乾固する。残留物にアセトン 8 mL を加え、よくかき混ぜた後、ガラスろ過器 (G4) で吸引ろ過し、更にアセトン 8 mL ずつを用いて 2 回この操作を繰り返す。ろ液を合わせ、40 ~ 50 °C の水浴中、減圧で蒸発乾固する。残留物をデシケーター (減圧、シリカゲル) で 12 時間乾燥した後、メタノール 1.0 mL に溶かし、この液に内標準溶液 1 mL を正確に加え、試料溶液とする。試料溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラ法により試験を行うとき、内標準物質のピーク高さに対するシス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸のピーク高さの比は 0.8 以下である。

内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液 (1 → 1000)

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径約 3 mm、長さ約 2 m の管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 20 M を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用ケイソウ土に 2.5 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：215 °C 付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約 8 分になるように調整する。このとき、シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸及びトラネキサム酸の保持時間は、それぞれ約 11 分及び約 14 分である。

カラムの選定：試料溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、シス-4-アミノメチルシクロヘキサン-1-カルボン酸、トラネキサム酸の順に流出し、内標準物質とトラネキサム酸の分離度が 4 以上のものを用いる。

検出感度：試料溶液 1 μL から得た内標準物質のピーク高さがフルスケールの 30 ~ 60 % になるように調整する。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

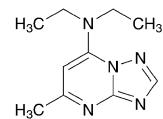
定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬：クリスタルバイオレット試液 2 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 15.721 \text{ mg C}_8\text{H}_{15}\text{NO}_2$$

貯 法 容 器 密閉容器

トライジル

Trapidil



C₁₀H₁₅N₅ : 205.26

7-Diethylamino-5-methyl[1,2,4]triazolo[1,5-a]pyrimidine [15421-84-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、トライジル (C₁₀H₁₅N₅) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色~微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95)、無水酢酸又は酢酸 (100) に溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくい。

本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 7.5 である。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 50) 5 mL にドライゲンドルフ試液 3 滴を加えるとき、液はだいだい色を呈する。

(2) 本品の水溶液 (1 → 125000) 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。

吸光度 E_{1cm}^{1%} (307 nm) : 860 ~ 892 (乾燥後、0.02 g、水、2500 mL)。

融 点 101 ~ 105 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 2.5 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~微黄色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、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).

(3) アンモニウム 本品 0.05 g をとり, 共栓三角フラスコに入れ, 水酸化ナトリウム試液 10 滴を加えてよく湿潤させ, 桜をする. これを 37 °C で 15 分間放置するとき, 発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

(4) 重金属 本品 1.0 g を水 40 mL に溶かし, 希塩酸 1.5 mL, 希酢酸 2 mL 及び水を加え 50 mL とする. これを検液とし, 試験を行う. 比較液は鉛標準液 1.0 mL に希酢酸 2 mL 及び水を加えて 50 mL とする (10 ppm 以下).

(5) ヒ素 本品 1.0 g をとり, 第 1 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).

(6) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 4 mL に溶かし, 試料溶液とする. この液 1 mL を正確に量り, メタノールを加えて正確に 20 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 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 20 μL 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. 次にクロロホルム/エタノール (95)/酢酸 (100) 混液 (85 : 13 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後, 薄層板を風乾する. これをヨウ素蒸気中に 60 分間放置するとき, 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, シリカゲル, 60 °C, 3 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

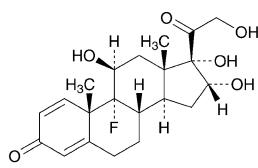
定量法 本品を乾燥し, その約 0.2 g を精密に量り, 酢酸 (100) 20 mL に溶かし, 0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法). 同様の方法で空試験を行い, 補正する.

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 20.526 \text{ mg C}_{21}\text{H}_{27}\text{FO}_6$$

貯法容器 気密容器.

トリアムシノロン

Triamcinolone



C₂₁H₂₇FO₆ : 394.43

9-Fluoro-11β, 16α, 17, 21-tetrahydroxypregna-1, 4-diene-3, 20-dione [124-94-7]

本品を乾燥したものは定量するとき, トリアムシノロン (C₂₁H₂₇FO₆) 97.0 ~ 103.0 % を含む.

性状 本品は白色の結晶性の粉末で, においはない.

本品は N,N-ジメチルホルムアミドに溶けやすく, メタノール, エタノール (95) 又はアセトンに溶けにくく, 水,

2-プロパノール又はエーテルにほとんど溶けない.

融点: 約 264 °C (分解).

確認試験

(1) 本品 1 mg をエタノール (95) 6 mL に溶かし, 2,6-ジ-t-ブチルクレゾール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え, 還流冷却器を付け, 水浴上で 30 分間加熱するとき, 液は赤紫色を呈する.

(2) 本品 0.01 g に水 5 mL 及びフェーリング試液 1 mL を加えて加熱するとき, 赤色の沈殿を生じる.

(3) 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, 酸素フルラスコ燃焼法により得た検液はフッ化物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考スペクトル又は乾燥したトリアムシノ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. もし, これらのスペクトルに差を認めるときは, 本品及びトリアムシノロン標準品のそれぞれ 0.1 g ずつに 2-プロパノール/水混液 (2 : 1) 7 mL を加え, 加温して溶かす. これを氷冷し, 析出する結晶をろ取し, 水 10 mL で 2 回洗った後, 乾燥したものにつき, 同様の試験を行う.

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +65 \sim +71^\circ$ (乾燥後, 0.1 g, N,N-ジメチルホルムアミド, 10 mL, 100 mm).

純度試験 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 1.5 mL を加える (30 ppm 以下).

乾燥減量 2.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 3 時間).

強熱残分 0.3 % 以下 (0.5 g, 白金るっぽ).

定量法 本品及びトリアムシノロン標準品を乾燥し, その約 0.02 g ずつを精密に量り, それぞれを L-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) に溶かし, 正確に 50 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 5 mL を正確に加えた後, L-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) を加えて 20 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 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高さに対するトリアムシノロンのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める.

トリアムシノロン (C₂₁H₂₇FO₆) の量 (mg)

$$= \text{トリアムシノロン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチル 0.015 g を L-アスコルビン酸のメタノール溶液 (1 → 1000) に溶かし, 100 mL とする.

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 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10 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: 室温

移動相: 水/アセトニトリル混液 (3 : 1)