

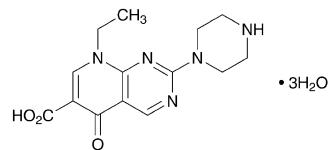
件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するヒドロコルチゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯 法 容 器 気密容器。

ピペミド酸三水和物

Pipemidic Acid Trihydrate

ピペミド酸水和物



C₁₄H₁₇N₅O₃ · 3H₂O : 357.36

8-Ethyl-5,8-dihydro-5-oxo-2-(piperazin-1-yl)pyrido-[2,3-d]pyrimidine-6-carboxylic acid trihydrate
[51940-44-4, 無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき、ピペミド酸 (C₁₄H₁₇N₅O₃ : 303.32) 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は微黄色の結晶性の粉末で、においはなく、味は苦い。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、水又はエタノール (95) に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにはほとんど溶けない。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

本品は光によって徐々に着色する。

融点：約 250 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、還流冷却器を付け、水浴中で 1 時間加熱後、冷却する。この液 2 mL をとり、フェノールフタレン試液 1 滴を加え、希酢酸を用いて中和し、更に希酢酸 1 mL を加えた後、p-ベンズキノンのメタノール溶液 (1 → 1000) 4 mL を加え、穏やかに煮沸するとき、液はだいだい赤色を呈する。

(2) 本品 0.1 g を水酸化ナトリウム試液 20 mL に溶かし、水を加えて 200 mL とする。この液 1 mL をとり、水を加えて 100 mL とした液につき、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。

(3) 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。

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、希硝酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、希硝酸 6 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。比較液は 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希硝酸 13.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、水 35 mL 及び水酸化ナトリウム試液 10 mL を加えて溶かし、希塩酸 15 mL を加えてよく振り混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過する。ろ液 30 mL をとり、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL に水酸化ナトリウム試液 5 mL、希塩酸 7.5 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.048 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 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 (10 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) 類縁物質 本品 0.10 g を薄めた酢酸 (100) (1 → 20) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、薄めた酢酸 (100) (1 → 20) を加え、正確に 200 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 μL 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。次にクロロホルム/メタノール/ギ酸/トリエチルアミン混液 (25 : 15 : 5 : 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 14.5 ~ 16.0 % (1 g, 105 °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 0.3 g を精密に量り、非水滴定用酢酸 40 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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 30.332 \text{ mg C}_{14}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_3$$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密閉容器。