

**確認試験**

(1) 本品 0.5 g を丸底アンプルにとり、塩酸 5 mL を加え、アンプルを熔封し、注意して 120 °C で 3 時間加熱する。冷後、析出する結晶をろ取し、冷水 50 mL で洗った後、得られた結晶を 100 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 121 ~ 124 °C である。

(2) 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。

**吸光度**  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (225 nm) : 384 ~ 414 (乾燥後、4 mg、メタノール、250 mL)。

**融点** 148 ~ 150 °C

**純度試験**

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL 及び過酸化水素水 1.5 mL を加え、エタノールに点火した後、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)。

(3) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 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 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 10 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。次にシクロヘキサン/酢酸エチル/酢酸 (100) /メタノール混液 (50 : 18 : 5 : 4) 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** 0.10 % 以下 (1 g、減圧、酸化リン (V)、60 °C、3 時間)。

**強熱残分** 0.10 % 以下 (1 g)。

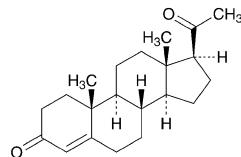
**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.16 g を精密に量り、メタノール 40 mL に溶かし、水 10 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL  
= 33.441 mg C<sub>18</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>

**貯法容器** 密閉容器。

**プロゲステロン**

Progesterone



C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub> : 314.46

Pregn-4-ene-3,20-dione [57-83-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、プロゲステロン (C<sub>21</sub>H<sub>30</sub>O<sub>2</sub>) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

**性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノール、エタノール (95)、エタノール (99.5) 又は 1,4-ジオキサンにやや溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

**確認試験**

(1) 本品 0.05 g をとり、塩酸ヒドロキシアソニウム 0.05 g 及び無水酢酸ナトリウム 0.05 g をエタノール (95) 5 mL に溶かした液を加え、還流冷却器を付け、2 時間煮沸し、エタノールを蒸発して 3 mL とした後、水 10 mL を加える。生じた沈殿を吸引ろ取り、水少量で洗い、希エタノールから再結晶し、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その融点は 235 ~ 240 °C である。

(2) 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プロゲステ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、本品及びプロゲステロン標準品をそれぞれエタノール (95) に溶かした後、エタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

**旋光度** [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +174 ~ +182 ° (乾燥後、0.2 g、1,4-ジオキサン、10 mL、100 mm)。

**融点** 128 ~ 133 °C 又は 120 ~ 122 °C。

**純度試験** 他のステロイド 本品 0.080 g をメタノール 2 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 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 10 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/ジエチルアミン混液 (19 : 1) を展開溶媒として約 15 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 (0.5 g、減圧、酸化リン (V)、4 時間)。

**強熱残分** 0.1 % 以下 (0.5 g)。

**定量法** 本品を乾燥し、その約 0.01 g を精密に量り、エタ

ノール (99.5) に溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り, エタノール (99.5) を加えて正確に 50 mL とする。この液につき, 紫外可視吸光度測定法により試験を行い, 波長 241 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度  $A$  を測定する。

$$\text{プロゲステロン (C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ = \frac{A}{540} \times 10000$$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

### プロゲステロン注射液

Progesterone Injection

本品は油性の注射剤で, 定量するとき, 表示量の 90 ~ 110 % に対応するプロゲステロン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$  : 314.46) を含む。

**製 法** 本品は「プロゲステロン」をとり, 注射剤の製法により製する。

**性 状** 本品は無色～微黄色透明の油液である。

**確認試験** 本品の表示量に従い「プロゲステロン」0.02 g に応する容量をとり, 分液漏斗に入れ, ヘキサン 40 mL を加え, よく振り混ぜた後, 薄めたエタノール (9 → 10) 20 mL ずつで 3 回抽出する。抽出液を合わせ, 水浴上で蒸発乾固する。残留物に 2,4-ジニトロフェニルヒドラジン 0.075 g 及びエタノール (95) 30 mL を加え, 還流冷却器を付け, 15 分間煮沸した後, 塩酸 1 mL を加え, 更に 15 分間加熱する。冷後, 生じた沈殿をガラスろ過器 (G4) を用いてろ取し, ヘキサン 10 mL ずつで 5 回, 次にエタノール (95) 5 mL ずつで 3 回洗い, 更に薄めた塩酸 (1 → 20) で洗液が無色となるまで洗い, 105 °C で 3 時間乾燥するとき, その融点は 269 ~ 275 °C である。

**定量法** 本品のプロゲステロン ( $\text{C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2$ ) 約 0.05 g に応する容量を正確に量り, クロロホルムに溶かし, 正確に 100 mL とする。この液 3 mL を正確に量り, クロロホルムを加えて正確に 50 mL とし, 試料溶液とする。別にプロゲステロン標準品をデシケーター (減圧, 酸化リン (V) で 4 時間乾燥し, その約 0.05 g を精密に量り, 試料溶液の調製と同様に操作し, 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, イソニアジド試液 10 mL を正確に加え, メタノールを加えて正確に 20 mL とし, 45 分間放置する。これらの液につき, クロロホルム 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 380 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_s$  を測定する。

$$\text{プロゲステロン (C}_{21}\text{H}_{30}\text{O}_2\text{) の量 (mg)} \\ = \text{プロゲステロン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_s}$$

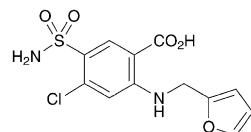
#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密封容器。

### フロセミド

Furosemide



$\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_6\text{S}$  : 330.74

4-Chloro-2-[ (furan-2-ylmethyl) amino ]-5-sulfamoylbenzoic acid [54-31-9]

本品を乾燥したものは定量するとき, フロセミド

( $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_6\text{S}$ ) 98.0 % 以上を含む。

**性 状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で, 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, メタノール又はアセトンにやや溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けにくく, ジエチルエーテルに溶けにくく, 水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。

本品は光によって徐々に着色する。

融点: 約 205 °C (分解)。

#### 確認試験

(1) 本品 0.025 g をメタノール 10 mL に溶かし, この液 1 mL に 2 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え, 還流冷却器を付けて水浴上で 15 分間加熱した後, 冷却し, 水酸化ナトリウム試液 18 mL を加えて弱酸性とした液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。ただし, 液は赤色～赤紫色を呈する。

(2) 本品につき, 炎色反応試験 (2) を行うとき, 緑色を呈する。

(3) 本品 0.1 g に炭酸ナトリウム十水和物 0.5 g を混和し, 注意して融解するとき, 発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する。冷後, 融解物をガラス棒で碎き, 水 10 mL を加えてかき混ぜ, ろ過する。ろ液に過酸化水素 (30) 4 滴, 薄めた塩酸 (1 → 5) 10 mL 及び塩化バリウム試液 4 ~ 5 滴を加えるとき, 白色の沈殿を生じる。

(4) 本品の希水酸化ナトリウム試液溶液 (1 → 25000) 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 1 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。また, 本品のメタノール溶液 (1 → 25000) 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 2 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。

#### 純度試験

(1) 溶状 本品 0.10 g をエタノール (95) 10 mL に加温して溶かすとき, 液は無色透明である。また, 本品 0.5 g を水酸化ナトリウム溶液 (1 → 50) 10 mL に溶かすとき, 液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g を希水酸化ナトリウム試液 30 mL に溶かし, 硝酸 1 mL を加えてろ過する。ろ液 10 mL