

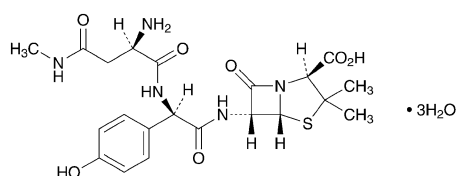
(2) アルミニウム 本品約 0.4 g を精密に量り、水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かし、1 mol/L 塩酸試液を滴加して pH を約 1 とし、更に pH 3.0 の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 20 mL 及び Cu-PAN 試液 0.5 mL を加え、煮沸しながら、0.05 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定する。ただし、滴定の終点は液の色が赤色から黄色に変わり、1 分以上持続したときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} &0.05 \text{ mol/L エチレンジアミン四酢酸二} \\ &\text{水素二ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 1.3491 \text{ mg Al} \end{aligned}$$

貯法 容器 密閉容器。

アスポキシシリン

Aspoxicillin



$C_{21}H_{27}N_5O_7S \cdot 3H_2O$: 547.58

(2*S*, 5*R*, 6*R*)-6-[(2*R*)-2-[(2*R*)-2-Amino-3-methylcarbamoylpropanoylamino]-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo-[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid trihydrate [63358-49-6, 無水物]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 950 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、アスポキシシリン ($C_{21}H_{27}N_5O_7S$: 493.53) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶けやすく、水にやや溶けにくく、アセトニトリル、メタノール又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 \rightarrow 4000) 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又はアスポキシシリン標準品について同様に操作して得られた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。

(2) 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又はアスポキシシリ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。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +170 \sim +185° (脱水物に換算したもの 0.2 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 4.2 \sim 5.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色澄明である。

(2) 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)。

(3) ヒ素 本品 2.0 g をとり、第 5 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 (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.05 g を移動相 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ 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う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のアスポキシシリン以外の各々のピークの面積は、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の $\frac{3}{10}$ より大きくなく、試料溶液のアスポキシシリン以外のピークの合計面積は、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲 : アスポキシシリンの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認 : 標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たアスポキシシリンのピーク面積が、標準溶液のアスポキシシリンのピーク面積の 15 \sim 25 % になることを確認する。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、アスポキシシリンのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

水分 9.5 \sim 13.0 % (0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びアスポキシシリン標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水適量に溶かし、内標準溶液 10 mL ずつを正確に加え、アセトニトリル 6.5 mL 及び水を加えて 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 10 μ 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アスポキシシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} &\text{アスポキシシリン } (C_{21}H_{27}N_5O_7S) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ &= \text{アスポキシシリン標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ &\quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 *N*-(3-ヒドロキシフェニル)アセトアミド溶液 (1 \rightarrow 1000)

試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 280 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μ 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：40℃ 付近の一定温度

移動相：アセトニトリル 130 mL に pH 3.0 のリン酸二水素カリウム試液を加えて 1000 mL とする。

流量：アスポキシシリンの保持時間が約 3 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、アスポキシシリン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するアスポキシシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は 0.8 % 以下である。

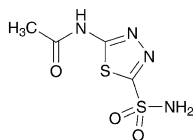
貯法

容器 気密容器。

アセタゾラミド

Acetazolamide

アセタゾールアミド



$C_4H_6N_4O_3S_2$: 222.25

N-(5-Sulfamoyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)acetamide

[59-66-5]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アセタゾラミド ($C_4H_6N_4O_3S_2$) 98.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品はエタノール (95) に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点：約 255℃ (分解)。

確認試験

(1) 本品 0.1 g に水酸化ナトリウム試液 5 mL を加え、次に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.1 g 及び硫酸銅 (II) 五水和物 0.05 g を水 10 mL に溶かした液 5 mL を加えるとき、液は淡黄色を呈し、更に 5 分間加熱するとき、この呈色は徐々に濃くなる。

(2) 本品 0.02 g に希塩酸 2 mL を加えて 10 分間煮沸し、冷後、水 8 mL を加えた液は芳香族第一アミンの定性反応を呈する。

(3) 本品 0.2 g に粒状の亜鉛 0.5 g 及び薄めた塩酸 (1 → 2) 5 mL を加えるとき、発生するガスは潤した酢酸鉛 (II) 紙を黒変する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水酸化ナトリウム試液 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(2) 塩化物 本品 1.5 g に水 75 mL を加え、時々振り混ぜながら 70℃ で 20 分間加温する。冷後、ろ過し、ろ

液 25 mL に希硝酸 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。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.20 mL を加える。(0.014 % 以下)。

(3) 硫酸塩 (2) で得たろ液 25 mL に希塩酸 1 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 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL を加える(0.038 % 以下)。

(4) 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)。

(5) 銀還元性物質 本品 5 g を無アルデヒドエタノール 5 mL で潤した後、水 125 mL 及び硝酸 10 mL を加え、更に 0.1 mol/L 硝酸銀液 5 mL を正確に加え、遮光して 30 分間かき混ぜた後、ガラスろ過器 (G3) を用いてろ過し、ろ過器上の残留物を水 10 mL ずつで 2 回洗い、洗液をろ液に合わせる。この液に硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 5 mL を加え、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム液で滴定するとき、その消費量は 4.8 mL 以上である。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.5 g, 105℃, 3 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.15 g を精密に量り、水 400 mL を加えて水浴中で加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、1 mol/L 塩酸試液 10 mL を加え、更に水を加えて正確に 100 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 265 nm 付近の吸収極大の波長における吸光度 A を測定する。

アセタゾラミド ($C_4H_6N_4O_3S_2$) の量 (mg) = $\frac{A}{474} \times 200000$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。