

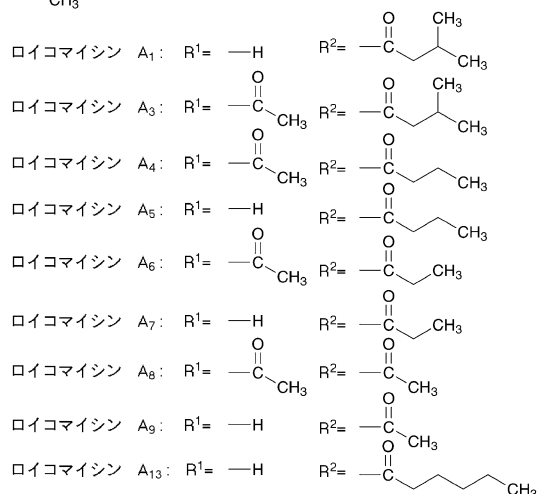
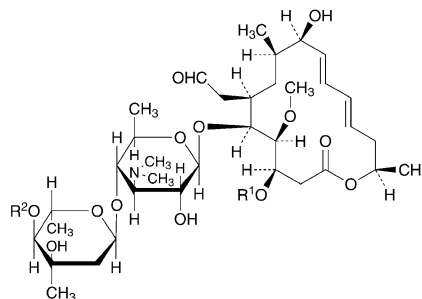
0.1 mol/L ナオ硫酸ナトリウム液 1 mL
= 1.9018 mg C₅H₁₂O₅

貯法 容器 密封容器

キタサマイシン

Kitasamycin

ロイコマイシン



(ロイコマイシン A₁, A₅, A₇, A₉, A₁₃)

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-5-[*O*-(4-*O*-Acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- α -*L*-ribo-hexopyranosyl)-(1 \rightarrow 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- β -*D*-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A₁: acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A₅: acyl = butanoyl

ロイコマイシン A₇: acyl = propanoyl

ロイコマイシン A₉: acyl = acetyl

ロイコマイシン A₁₃: acyl = hexanoyl

(ロイコマイシン A₃, A₄, A₆, A₈)

(3*R*, 4*R*, 5*S*, 6*R*, 8*R*, 9*R*, 10*E*, 12*E*, 15*R*)-3-Acetoxy-5-[*O*-(4-*O*-acyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- α -*L*-ribo-hexopyranosyl)-(1 \rightarrow 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- β -*D*-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

ロイコマイシン A₃: acyl = 3-methylbutanoyl

ロイコマイシン A₄: acyl = butanoyl

ロイコマイシン A₆: acyl = propanoyl

ロイコマイシン A₈: acyl = acetyl

[1392-2I-8, キタサマイシン]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 900 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価はロイコマイ

シン A_5 ($C_{39}H_{65}NO_{14}$; 771.93) としての量をキサマイシン質量 (力価) で表わし, キキサマイシン 1 mg (力価) はロイコマイシン A_5 ($C_{39}H_{65}NO_{14}$) 0.530 mg に対応する。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

本品はアセトニトリル, メタノール又はエタノール (95) に極めて溶けやすく, 水にほとんど溶けない。

確認試験 本品のメタノール溶液 (1 → 40000) 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, 同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

成分含量比 本品 0.02 g をとり, 薄めたアセトニトリル (1 → 2) に溶かして 20 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 5 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。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し, 面積百分率法によりロイコマイシン A_5 , ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 の量を求めるとき, それぞれ 40 ~ 70 %, 5 ~ 25 % 及び 3 ~ 12 % である。ただし, ロイコマイシン A_4 及びロイコマイシン A_1 のロイコマイシン A_5 に対する相対保持時間は 1.2 及び 1.5 である。

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 232 nm)

カラム: 内径 4.0 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チルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度: 40 °C 付近の一定温度

移動相: 酢酸アンモニウム溶液 (77 → 500) に薄めたリン酸 (1 → 150) を加えて pH を 5.5 に調整した液 370 mL にメタノール 580 mL 及びアセトニトリル 50 mL を加える。

流量: ロイコマイシン A_5 の保持時間が約 8 分になるように調整する。

面積測定範囲: ロイコマイシン A_5 の保持時間の約 3 倍の範囲

システム適合性

システムの性能: キキサマイシン標準品約 0.02 g 及びジョキサマイシン標準品約 0.02 g を薄めたアセトニトリル (1 → 2) 20 mL に溶かす。この液 5 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, ロイコマイシン A_5 , ジョキサマイシンの順に溶出し, その分離度は 5 以上である。

システムの再現性: 試料溶液 5 μ L につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, ロイコマイシン A_5 のピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

水分 3.0 % 以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 次の条件に従い, 抗生物質の微生物学的力価試験法 I. 円筒平板法により試験を行う。

(1) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる。

(2) 培地 培地 (1) の 1) の i を用いる。

(3) 標準溶液 キキサマイシン標準品約 0.03 g (力価) に対応する量を精密に量り, メタノール 10 mL に溶かし, 更に水を加えて 100 mL とし, 標準原液とする。標準原液は 5 °C 以下に保存し, 3 日以内に使用する。用時, 標準原液適量を正確に量り, pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μ g (力価) 及び 7.5 μ g (力価) を含むように

薄め, それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

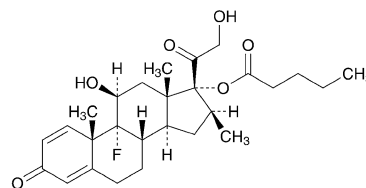
(4) 試料溶液 本品約 0.03 g (力価) に対応する量を精密に量り, メタノール 10 mL に溶かし, 更に水を加えて 100 mL とする。この液適量を正確に量り, pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30 μ g (力価) 及び 7.5 μ g (力価) を含むように薄め, それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 気密容器。

吉草酸ベタメタゾン

Betamethasone Valerate

ベタメタゾン吉草酸エステル



$C_{27}H_{37}FO_6$: 476.58

9-Fluoro-11 β , 17, 21-trihydroxy-16 β -methylpregna-1, 4-diene-3, 20-dione 17-valerate [2152-44-5]

本品を乾燥したものは定量するとき, 吉草酸ベタメタゾン ($C_{27}H_{37}FO_6$) 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。

本品はクロロホルムに溶けやすく, エタノール (95) にやや溶けやすく, メタノールにやや溶けにくく, ジエチルエーテルに溶けにくく, 水にほとんど溶けない。

融点: 約 190 °C (分解)。

確認試験

(1) 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。

(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照スペクトル又は乾燥した吉草酸ベタメタゾンの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と同様の強度の吸収を認める。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +77 ~ +83 ° (乾燥後, 0.10 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

純度試験 他のステロイド 本操作は直射日光を避けて行う。

本品 0.02 g をクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 5 mL に溶かし, 試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り, クロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を加えて正確に 50 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 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。次にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) を展開溶媒として約 12 cm 展開した後, 薄層板を風乾する。これにアルカリ性ブローテラゾリウム試液を均等に噴霧するとき, 試料溶液から得た主スポット以外のスポ