

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, 同一波長のところに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  $\mu$ 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  $\mu$ 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: キサマイシン標準品約 0.02 g 及びジョ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  $\mu$ 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  $\mu$ 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  $\mu$ g (力価) 及び 7.5  $\mu$ 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。

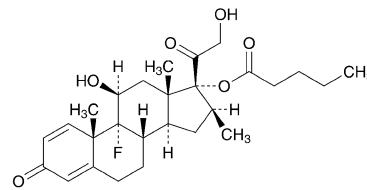
(4) 試料溶液 本品約 0.03 g (力価) に対応する量を精密に量り, メタノール 10 mL に溶かし, 更に水を加えて 100 mL とする。この液適量を正確に量り, pH 8.0 のリン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 30  $\mu$ g (力価) 及び 7.5  $\mu$ g (力価) を含むように薄め, それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

**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 $\beta$ , 17, 21-trihydroxy-16 $\beta$ -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に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  $\mu$ 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ルーテト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

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, 105 °C, 3 時間).

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g, 白金るつぼ).

定量法 本品及び吉草酸ベタメタゾン標準品を乾燥し、その約 0.01 g ずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10  $\mu$ 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吉草酸ベタメタゾンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{吉草酸ベタメタゾン (C}_{27}\text{H}_{37}\text{FO}_6\text{) の量 (mg)} \\ & = \text{吉草酸ベタメタゾン標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 安息香酸イソアミルのメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  1000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径約 4 mm, 長さ 20 ~ 25 cm のステンレス管に 7  $\mu$ 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：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (7 : 3)

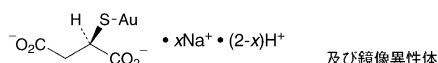
流量：吉草酸ベタメタゾンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、吉草酸ベタメタゾン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯法 容器 気密容器。

## 金チオリンゴ酸ナトリウム

Sodium Aurothiomalate



$\text{C}_4\text{H}_5\text{AuNa}_2\text{O}_4\text{S}$  : 390.08 と  $\text{C}_4\text{H}_4\text{AuNaO}_4\text{S}$  : 368.09 との混合物  
Monogold monosodium monohydrogen (RS)-1-sulfidobutane-1, 2-dioate

Monogold disodium (RS)-1-sulfidobutane-1, 2-dioate

[12244-57-4, 金チオリンゴ酸ナトリウム]

本品を乾燥したものは定量するとき、金 (Au : 196.97) 49.0 ~ 52.5 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄色の粉末又は粒で、においはない。本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

本品は吸湿性である。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  10) 2 mL に硝酸カルシウム四水和物溶液 (1  $\rightarrow$  10) 1 mL を加えるとき、白色の沈殿を生じ、これに希硝酸を加えるとき、沈殿は溶ける。更に酢酸

アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(2) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  10) 2 mL に硝酸銀試液 3 mL を加えるとき、黄色の沈殿を生じ、過量のアンモニア試液を加えるとき、沈殿は溶ける。

(3) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  10) 2 mL を磁製のつぼにとり、アンモニア試液 1 mL 及び過酸化水素 (30) 1 mL を加え、蒸発乾固した後、強熱する。残留物に水 20 mL を加えてろ過するとき、ろ紙上の残留物は黄色又は暗黄色の粉末又は粒で、ろ液はナトリウム塩及び硫酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.8 ~ 6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は淡黄色澄明である。

(2) 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 3.0 mL を加える (30 ppm 以下)。

(3) 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)。

乾燥減量 8.0 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 80 °C, 4 時間)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、王水 2 mL を加え、加熱して溶かし、冷後、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし試料溶液とする。別に原子吸光光度用金標準液 5 mL, 10 mL 及び 15 mL をそれぞれ正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法により試験を行い、標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて試料溶液の金含量を求める。

使用ガス：

可燃性ガス アセチレン

支燃性ガス 空気

ランプ：金中空陰極ランプ

波長：242.8 nm

貯法

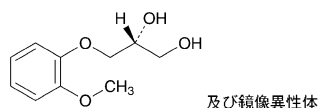
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## グアイフェネシン

Guaiifenesin

グアヤコールグリセリンエーテル



$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_4$  : 198.22

(RS)-3-(2-Methoxyphenoxy)propane-1, 2-diol [93-14-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、グアイフェネシン ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_4$ ) 98.0 ~ 102.0 % を含む。