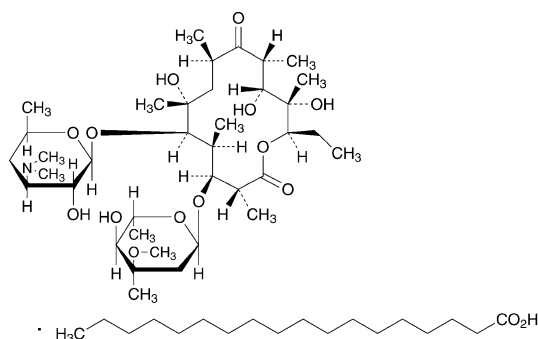


## ステアリン酸エリスロマイシン

Erythromycin Stearate

エリスロマイシンステアリン酸塩

 $C_{37}H_{67}NO_{13} \cdot C_{18}H_{36}O_2 : 1018.40$ (2*R*, 3*S*, 4*S*, 5*R*, 6*R*, 8*R*, 10*R*, 11*R*, 12*S*, 13*R*)-5-

(3, 4, 6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-

hexopyranosyloxy)-3-(2, 6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-

methyl-α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-6, 11, 12-

trihydroxy-2, 4, 6, 8, 10, 12-hexamethyl-9-oxopentadecan-13-

olide monostearate [643-22-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり、565 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、エリスロマイシン ( $C_{37}H_{67}NO_{13} : 733.93$ ) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の粉末である。

本品はエタノール (95) 又はアセトンに溶けやすく、メタノールにやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

## 確認試験

(1) 本品 3 mg をアセトン 2 mL に溶かし、塩酸 2 mL を加えるとき、液はだいたい色を呈し、直ちに赤色～深紫色に変わる。

(2) 本品をデシケーター (減圧, シリカゲル) で 24 時間乾燥し、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。

水分 5.0 % 以下 (0.5 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 *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 P を用いる。

(2) 培地 培地 (1) の 3) の i を用いる。ただし、滅菌後の pH は 7.8 ~ 8.0 とする。

(3) 標準溶液 エリスロマイシン標準品約 0.050 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、標準原液とする。標準原液は 5°C 以下に保存し、7 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 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg (力価) 及び 5 μg (力価) を含むように薄め、

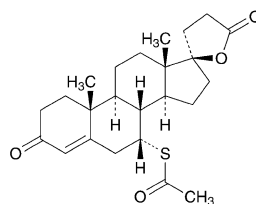
高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

(4) 試料溶液 本品約 0.050 g (力価) に対応する量を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液適量を正確に量り、pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 20 μg (力価) 及び 5 μg (力価) を含むように薄め、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。

## スピロラクトン

Spironolactone

 $C_{24}H_{32}O_4S : 416.57$ 

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21, 17β-carbolactone [52-01-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、スピロラクトン ( $C_{24}H_{32}O_4S$ ) 97.0 ~ 103.0 % を含む。

性状 本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である。

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、メタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

融点: 198 ~ 207°C 125°C の浴液中に挿入し、140 ~ 185°C の間は 1 分間に約 10°C, その前後は 1 分間に約 3°C 上昇するように加熱を続ける。

## 確認試験

(1) 本品のメタノール溶液 (1 → 100000) 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スピロラクト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スピロラクト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、本品及びスピロラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

旋光度  $[\alpha]_D^{20} : -33 \sim -37^\circ$  (乾燥後, 0.25 g, クロロホルム, 25 mL, 200 mm)。

## 純度試験

(1) メルカプト化合物 本品 2.0 g に水 20 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液 10 mL にデンブン試液 1 mL 及び 0.01 mol/L ヨウ素液 0.05 mL を加えて振り混ぜ

るとき、液は青色を呈する。

(2) 類縁物質 本品 0.20 g をエタノール (95) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、エタノール (95) 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 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。次に酢酸 *n*-ブチルを展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸のメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  10) を均等に噴霧した後、105  $^{\circ}$ C で 10 分間加熱するとき、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  $^{\circ}$ C, 2 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びスピロラクトン標準品を 105  $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥し、その約 0.05 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 250 mL とする。これらの液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に 100 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 238 nm における吸光度  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

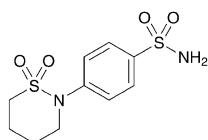
$$\begin{aligned} & \text{スピロラクトン (C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4\text{S) の量 (mg)} \\ & = \text{スピロラクトン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

容器 気密容器。

## スルチアム

Sultiam



$\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$  : 290.36

4-(Tetrahydro-2H-1,2-thiazin-2-yl)benzenesulfonamide S,S-dioxide [61-56-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、スルチアム ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味はわずかに苦い。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、*n*-ブチルアミンに溶けやすく、メタノール又はエタノール (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。

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

確認試験

(1) 本品 0.02 g に水 5 mL 及び *n*-ブチルアミン 1 mL を加えて溶かし、硫酸銅 (II) 試液 2 ~ 3 滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、

放置するとき、クロロホルム層は緑色を呈する。

(2) 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砕き、水 10 mL を加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液 4 mL に過酸化水素 (30) 2 滴、薄めた塩酸 (1  $\rightarrow$  5) 5 mL 及び塩化バリウム試液 2 ~ 3 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

(3) 本品のメタノール溶液 (1  $\rightarrow$  100000) 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。

融点 185 ~ 188  $^{\circ}$ C

純度試験

(1) 塩化物 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、酢酸 (100) 2 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 40 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 0.25 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL、酢酸 (100) 0.8 mL、希硝酸 6 mL 及び水を加えて 50 mL とする (0.022 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g に水酸化ナトリウム試液 20 mL を加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸 8 mL 及び水を加えて 100 mL として振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 40 mL をとり、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。比較液は 0.005 mol/L 硫酸 0.40 mL に水酸化ナトリウム試液 8 mL、希塩酸 4.2 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 をとり、メタノールに溶かし、正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にスルファニルアミド 0.010 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 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 20  $\mu$ L 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/アンモニア水 (28) 混液 (30 : 8 : 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 (1 g, 105  $^{\circ}$ 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 0.8 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。