

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 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。

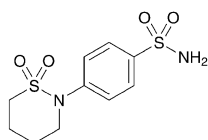
$$\begin{aligned} & \text{スピロラクトン (C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_4\text{S) の量 (mg)} \\ & = \text{スピロラクトン標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

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 μ 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)。

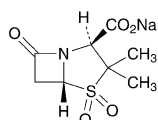
定量法 本品を乾燥し、その約 0.8 g を精密に量り、*N,N*-ジメチルホルムアミド 70 mL に溶かし、0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.2 mol/L テトラメチルアンモニウムヒドロキシド液 1 mL
= 58.07 mg C₁₀H₁₄N₂O₄S₂

貯法 容器 密閉容器。

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



C₈H₁₀NNaO₅S : 255.22

Monosodium (2*S*, 5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide [69388-84-7]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 875 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、スルバクタム (C₈H₁₁NO₅S : 233.24) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール (99.5) に極めて溶けにくく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 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。

(2) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +219 ~ +233° (1.0 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ~ 7.2 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

(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 2.0 mL を加える (20 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)。

(4) スルバクタムペニシラミン 本品約 0.2 g を精密に量り、移動相に溶かし、正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約 0.04 g を精密に量り、水 2 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加え、室温で 10 分間放置した後、1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL を加え、更に移動相を加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロ

マトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法で測定するとき、スルバクタムペニシラミンの量は 1.0 % 以下である。

スルバクタムペニシラミンの量 (%)

$$= \frac{\text{スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの採取量 (mg)}}{\text{本品の採取量 (mg)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times 5$$

試験条件

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。

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 230 nm)

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。

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, スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 1.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びスルバクタム標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り, それぞれ移動相に溶かし, 内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後, 移動相を加えて 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 10 μL 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スルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{スルバクタム (C}_8\text{H}_{11}\text{NO}_5\text{S) の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{スルバクタム標準品の量 [mg (力価)]} \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液 (7 → 1000)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計 (測定波長: 220 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10 μm 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: 35 °C 付近の一定温度

移動相: 0.005 mol/L テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液 750 mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 250 mL を加える。

流量: スルバクタムの保持時間が約 6 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, スルバクタム, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 1.5 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, スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。