

試験条件

純度試験 (3) の試験条件を準用する。

システム適合性

純度試験 (3) のシステム適合性を準用する。

(5) ペニシロ酸 本品約 0.025 g を精密に量り、100 mL の共栓フラスコに入れ、アセトニトリル 1 mL に溶かし、pH 3.0 の 0.02 mol/L リン酸塩緩衝液 25 mL を加える。この液に 0.005 mol/L ヨウ素液 5 mL を正確に加え、密栓して 5 分間放置した後、0.005 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 1.0 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正するとき、ペニシロ酸 ($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$: 630.69) の量は 3.0 % 以下である。

$$0.005 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 0.25848 \text{ mg } C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$$

(6) 残留溶媒 本品約 0.1 g を精密に量り、メタノール 2 mL に溶かし、更に水を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸エチル約 1 g を精密に量り、水を混和し、正確に 200 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノール 10 mL を加え、更に水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。次式により酢酸エチルの量を求めるとき、2.0 % 以下である。

$$\text{酢酸エチルの量 (\%)} \\ = \frac{\text{酢酸エチルの採取量 (mg)}}{\text{本品の採取量 (mg)}} \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{5}$$

試験条件

検出器: 水素炎イオン化検出器

カラム: 内径 3 mm, 長さ 1 m の管に 150 ~ 180 μ m のガスクロマトグラフ用多孔性スチレン-ジビニルベンゼン共重合体 (平均孔径 0.0085 μ m, 比表面積 300 ~ 400 m^2/g) を充てんする。

カラム温度: 155 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

キャリアーガス: 窒素

流量: 酢酸エチルの保持時間が約 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 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、酢酸エチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 500 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は 5 % 以下である。

水分 4.0 ~ 6.0 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.20 % 以下 (1 g)。

定量法 本操作はすみやかに行う。本品及びトシル酸スルタミシリン標準品約 0.05 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、移動相を加えて 25 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スルタミシリンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\text{スルタミシリン } (C_{25}H_{30}N_4O_9S_2) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ = \text{トシル酸スルタミシリン標準品の量 [mg (力価)]} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

内標準溶液 4-アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液 (1 \rightarrow 2500)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 215 nm)

カラム: 内径 3.9 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に 10 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: 35 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g に水約 750 mL を加えて溶かし、薄めたリン酸 (1 \rightarrow 10) を加えて pH を 3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液を液体クロマトグラフ用アセトニトリル 400 mL に加えて 1000 mL とする。

流量: スルタミシリンの保持時間が約 4 分になるように調整する。

システム適合性

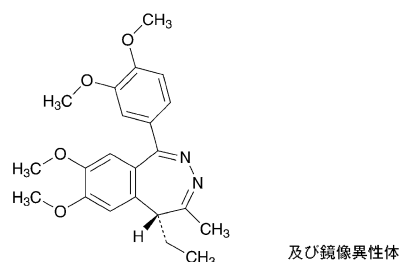
システムの性能: 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、*p*-トルエンスルホン酸、スルタミシリン、内標準物質の順に溶出し、それぞれの分離度は 2.0 以上である。

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、スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

トフィソパム

Tofisopam



$C_{22}H_{26}N_2O_4$: 382.45

(*RS*)-1-(3,4-Dimethoxyphenyl)-5-ethyl-7,8-dimethoxy-4-methyl-5H-2,3-benzodiazepine [22345-47-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、トフィソパム ($C_{22}H_{26}N_2O_4$) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は微黄白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、アセトンにやや溶けや

すく、エタノール (95) 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。

本品のエタノール (95) 溶液 (1 → 100) は旋光性を示さない。

確認試験

(1) 本品のエタノール (95) 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を比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

融点 155 ~ 159 °C

純度試験

(1) 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 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 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)。

(3) 類縁物質 本品 0.05 g をアセトン 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 25 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、アセトンを加えて正確に 20 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 10 μL 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。次に酢酸エチル/アセトン/メタノール/ギ酸混液 (24 : 12 : 2 : 1) を展開溶媒として約 10 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, 減圧, シリカゲル, 60 °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 0.2 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.245 mg C₂₂H₃₆N₂O₄

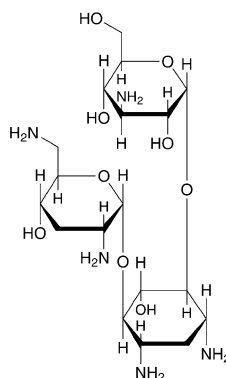
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

トブラマイシン

Tobramycin



C₁₈H₃₇N₅O₉ : 467.51

O-3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-O-[2, 6-diamino-2, 3, 6-trideoxy-α-D-ribo-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine [32986-56-4]

本品は日本抗生物質医薬品基準のトブラマイシンの条に適合する。

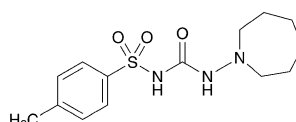
性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール (95) 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。

本品は吸湿性である。

トラザミド

Tolazamide



C₁₄H₂₁N₃O₃S : 311.40

4-Methyl-N-(azepan-1-ylcarbamoyl)-benzenesulfonamide [1156-19-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、トラザミド (C₁₄H₂₁N₃O₃S) 97.5 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は白色～微黄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、アセトンにやや溶けやすく、エタノール (95) 又は *n*-ブチルアミンに溶けにくく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点 : 約 168 °C (分解)。

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 滴を加えてよく振り混ぜた後、クロロホルム 5 mL を加えて振り混ぜ、放