

(3) その他の糖類 定量法で得た試料溶液及び標準溶液のクロマトグラム中のガラクトース及び乳糖に相当するピーク高さを測定し、試料溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Ta} 及び Q_{Tb} 並びに標準溶液の内標準物質のピーク高さに対するガラクトース及び乳糖のピーク高さの比 Q_{Sa} 及び Q_{Sb} を求めるとき、ガラクトースの量は 11 % 以下で、乳糖の量は 6 % 以下である。

$$\begin{aligned} & \text{ガラクトース (C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{D-ガラクトースの量 (mg)} \times \frac{Q_{Ta}}{Q_{Sa}} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{乳糖 (C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11} \cdot \text{H}_2\text{O) の量 (mg)} \\ &= \text{乳糖一水和物の量 (mg)} \times \frac{Q_{Tb}}{Q_{Sb}} \end{aligned}$$

乾燥減量 35 % 以下 (0.5 g, 減圧, 80 °C, 5 時間).

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g).

定量法 本品約 1 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にラクツロース標準品約 0.5 g、D-ガラクトース約 0.08 g 及び乳糖一水和物約 0.04 g を精密に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に水を加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 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高さに対するラクツロースのピーク高さの比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$\begin{aligned} & \text{ラクツロース (C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}\text{) の量 (mg)} \\ &= \text{ラクツロース標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_T}{Q_S} \end{aligned}$$

内標準溶液 D-マンニトール溶液 (1 → 20)

試験条件

検出器：示差屈折計

カラム：内径 8 mm, 長さ 50 cm のステンレス管に 11 μ m の液体クロマトグラフ用ゲル型強酸性イオン交換樹脂 (架橋度 6 %) を充てんする。

カラム温度：75 °C 付近の一定温度

移動相：水

流量：ラクツロースの保持時間が約 18 分になるように調整する。

システム適合性

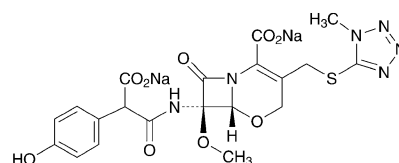
システムの性能：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ラクツロース、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク高さに対するラクツロース、ガラクトース及び乳糖の各々のピーク高さの比の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

貯法 容器 気密容器。

ラタモキシセフナトリウム

Latamoxef Sodium



$\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{Na}_2\text{O}_9\text{S}$: 564.44

Disodium (6*R*, 7*R*)-7-[2-carboxylato-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-oxa-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate [64953-12-4]

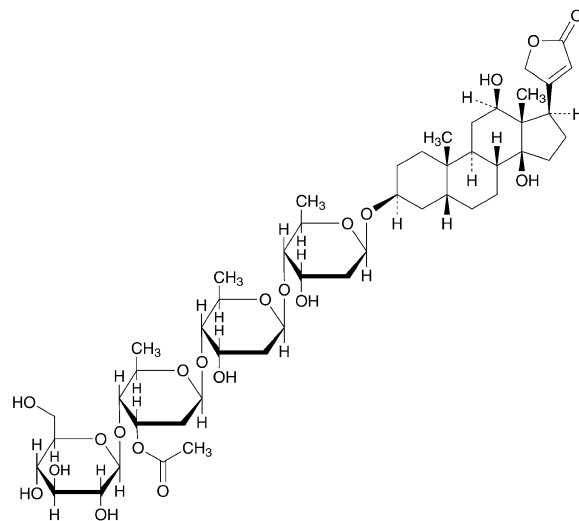
本品は日本抗生物質医薬品基準のラタモキシセフナトリウムの条に適合する。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である。

本品は水又はメタノール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ほとんど溶けない。

ラナトシド C

Lanatoside C



$\text{C}_{45}\text{H}_{76}\text{O}_{20}$: 985.12

3 β -[O- β -D-Glucopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-O-3-acetyl-2, 6-dideoxy- β -D-ribo-hexopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-O-2, 6-dideoxy- β -D-ribo-hexopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-2, 6-dideoxy- β -D-ribo-hexopyranosyloxy]-12 β , 14-dihydroxy-5 β , 14 β -card-20(22)-enolide [17575-22-3]

本品を乾燥したものは定量するとき、ラナトシド C ($\text{C}_{45}\text{H}_{76}\text{O}_{20}$) 90.0 ~ 102.0 % を含む。

性状 本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末で、においはない。

本品はメタノールにやや溶けやすく、エタノール (95) 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。

本品は吸湿性である。

確認試験 本品 1 mg を内径約 10 mm の小試験管にとり、塩化鉄 (Ⅲ) 六水和物の酢酸 (100) 溶液 (1 → 10000) 1 mL を加えて溶かし、硫酸 1 mL を穏やかに加えて二層とすると、境界面に褐色の輪帯を生じ、その界面に近い上層部は紫色を経て徐々に青色となり、次に全酢酸層は濃青色を経て青緑色となる。

純度試験 類縁物質 本品 0.010 g をとり、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、試料溶液とする。別にラナトシド C 標準品 1.0 mg をとり、メタノール 5 mL を正確に加えて溶かし、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を用いて調製した薄層板にスポットする。次にジクロロメタン/メタノール/水混液 (84 : 15 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧した後、110 °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大きくなく、かつ濃くない。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +32 ~ +35° (乾燥後, 0.5 g, メタノール, 25 mL, 100 mm)。

乾燥減量 7.5 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.5 % 以下 (0.1 g)。

定量法 本品及びラナトシド C 標準品を乾燥し、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 25 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 5 mL ずつを正確に量り、それぞれ遮光した 25 mL のメスフラスコに入れ、2, 4, 6-トリニトロフェノール試液 5 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 0.5 mL ずつを加えてよく振り混ぜた後、メタノールを加えて 25 mL とし、18 ~ 22 °C で 25 分間放置する。これらの液につき、メタノール 5 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長 485 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ラナトシド C (C}_{49}\text{H}_{76}\text{O}_{20}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ラナトシド C 標準品の量 (mg)} \times \frac{A_T}{A_S} \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

ラナトシド C 錠

Lanatoside C Tablets

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するラナトシド C (C₄₉H₇₆O₂₀; 985.12) を含む。

製法 本品は「ラナトシド C」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験

(1) 本品を粉末とし、表示量に従い「ラナトシド C」1 mg に対応する量を取り、ジエチルエーテル 3 mL を加え、振り混ぜてろ過し、残留物はジエチルエーテル 3 mL ずつで 2 回洗った後、風乾する。これにクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 10 mL を加え、振り混ぜてろ過し、残留物は更にクロロホルム/メタノール混液 (9 : 1) 5 mL ずつで 2 回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、水浴上で蒸発し、液が少量となったとき、内径約 10 mm の小試験管に移し、更に水浴上で蒸発乾固し、以下「ラナトシド C」の確認試験を準用する。

(2) 定量法で得た試料溶液及び標準溶液につき、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 25 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。次にジクロロメタン/メタノール/水混液 (84 : 15 : 1) を展開溶媒として約 13 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに希硫酸を均等に噴霧し、110 °C で 10 分間加熱するとき、試料溶液及び標準溶液から得たスポットは、黒色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

含量均一性試験 本品 1 個をとり、水 5 mL を加えて加温して崩壊させ、エタノール (95) 30 mL を加え、超音波を用いて粒子を小さく分散させた後、1 mL 中にラナトシド C (C₄₉H₇₆O₂₀) 約 5 μ g を含む液となるようにエタノール (95) を加えて正確に V mL とし、ろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にラナトシド C 標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、その約 0.025 g を精密に量り、エタノール (95) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水 10 mL 及びエタノール (95) を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び薄めたエタノール (17 → 20) 2 mL ずつを正確に量り、あらかじめ 0.012 g/dL L-アスコルビン酸・塩酸試液を正確に 10 mL ずつ入れた褐色の共栓試験管 T, S 及び B に加え、直ちに希過酸化水素試液 1 mL ずつを正確に加えて激しく振り混ぜた後、25 ~ 30 °C の一定温度で 40 分間放置する。これらの液につき、蛍光光度法により試験を行い、励起の波長 355 nm, 蛍光の波長 490 nm における蛍光の強さ F_T , F_S 及び F_B を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{ラナトシド C (C}_{49}\text{H}_{76}\text{O}_{20}) \text{ の量 (mg)} \\ & = \text{ラナトシド C 標準品の量 (mg)} \\ & \quad \times \frac{F_T - F_B}{F_S - F_B} \times \frac{V}{5000} \end{aligned}$$

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液は適当な方法で脱気した薄めた塩酸 (3 → 500) 500 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 60 分後、溶出液 20 mL をとり、孔径 0.8 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にラナトシド C 標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60 °C で 4 時間減圧乾燥し、表示量の 100 倍量を精密に量り、エタノール (95) を加えて溶かし、正確に 100 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 500 mL とし、37 ± 0.5 °C で 60 分間加温した後、標準溶液とする。試料溶液、標準溶液及び試験液 3 mL ずつを正確に量り、それぞれを褐色共栓試験