

同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。極大は二つに分かれることがある。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は硫酸塩の定性反応を呈する。

**pH** 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 4.8 である。

#### 純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。
- (2) 塩化物 本品 2.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.004 % 以下)。
- (3) 酢酸 本品 0.50 g をとり、リン酸溶液 (59 → 1000) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 1.50 g をとり、リン酸溶液 (59 → 1000) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、リン酸溶液 (59 → 1000) を加え、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の酢酸のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき、 $A_T$  は  $A_S$  より大きくない。

#### 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 のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用テレフタル酸に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：120 °C 付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：酢酸の保持時間が約 5 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：酢酸 (100) 及びプロピオン酸各々 0.05 g をリン酸溶液 (59 → 1000) 100 mL に加えて混和する。この液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、酢酸、プロピオン酸の順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

(4) 3,5-ジヒドロキシ-*ω*-*tert*-ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩 本品 0.50 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 330 nm における吸光度は 0.47 以下である。

(5) 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)。

(6) 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)。

**水分** 0.5 % 以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)。

**強熱残分** 0.20 % 以下 (1 g)。

**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (1 : 1) 50 mL を加え、かき混ぜながら加温し

て溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法。ただし、内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える)。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 54.87 mg (C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

#### 貯法

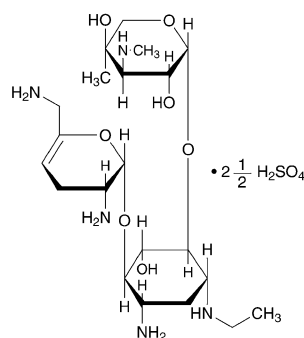
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## 硫酸ネチルマイシン

Netilmicin Sulfate

ネチルマイシン硫酸塩



C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub> · 2  $\frac{1}{2}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 720.78

*O*-3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino- $\beta$ -L-arabinopyranosyl-(1→6)-*O*-[2,6-diamino-4,5-dehydro-2,3,4,6-tetradecy- $\alpha$ -D-glycero-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-1-*N*-ethyl-D-streptamine hemiheptasulfate [5639I-57-2]

本品は定量するとき、換算した乾燥物 1 mg 当たり 595 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、ネチルマイシン (C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub> : 475.58) としての量を質量 (力価) で示す。

**性状** 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

#### 確認試験

(1) 本品 0.03 g を水 3 mL に溶かし、臭素試液 0.2 mL を加えるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品及び硫酸ネチルマイシン標準品 0.015 g ずつを水 5 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。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 μL 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。次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水 (28) /アセトン混液 (2 : 2 : 1 : 1) 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 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後、約 100 °C で約 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色～赤褐色を呈し、それらの  $R_f$

値は等しい。

(3) 本品の水溶液 (1→100) は硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$ : +88 ~ +96° (乾燥物に換算したもの 0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かすとき, 液は無色~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。ただし, 比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品の換算した乾燥物 0.05 g に対応する量を取り, 水に溶かして 5 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 0.5 mL, 1 mL 及び 1.5 mL を正確に量り, 水を加えてそれぞれ正確に 50 mL とし, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 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, 標準溶液 (1), 標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 5 μL 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。次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水 (28) /アセトン混液 (2:2:1:1) 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 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧し, 約 100 °C で 5 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 (3) から得たスポットより濃くない。また, 試料溶液から得た主スポット以外のスポットの合計量は 6 % 以下である。

乾燥減量 15.0 % 以下 (0.15 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 110 °C, 3 時間。ただし, 試料の採取は吸湿を避けて行う)。

強熱残分 1.0 % 以下 (1 g)。

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 ii 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 硫酸ネチルマイシン標準品約 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り, pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かして正確に 25 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 4 μg (力価) 及び 1 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 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り, pH 8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 25 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 4 μg (力価) 及び 1 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

保存条件 遮光して, 空気を窒素又はアルゴンで置換して 5

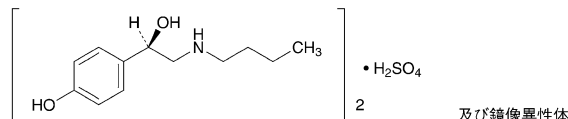
°C 以下で保存する。

容器 気密容器。

硫酸バメタン

Bamethan Sulfate

バメタン硫酸塩



(C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 516.65

(RS)-2-Butylamino-1-(4-hydroxyphenyl)ethanol hemisulfate [5716-20-1]

本品を乾燥したものは定量するとき, 硫酸バメタン [(C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] 99.0 % 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, 味は苦い。

本品は水又は酢酸 (100) に溶けやすく, 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, ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

融点: 約 169 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 1000) 1 mL に 4-ニトロベンゼンジアゾニウムフルオロボレート溶液 (1 → 2000) 5 mL 及び pH 9.2 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 10 mL を加えるとき, 液はだいたい赤色を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) 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。

(3) 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測定するとき, 波数 1618 cm<sup>-1</sup>, 1597 cm<sup>-1</sup>, 1518 cm<sup>-1</sup>, 1118 cm<sup>-1</sup> 及び 833 cm<sup>-1</sup>, 付近に吸収を認める。

(4) 本品の水溶液 (1 → 100) は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 4.0 ~ 5.5 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, 液は澄明で, その色は次の比較液より濃くない。

比較液: 色の比較液 O 1.5 mL に薄めた塩酸 (1 → 40) を加えて 200 mL とする。

(2) 塩化物 本品 3.5 g をとり, 試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える (0.002 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり, 第1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