

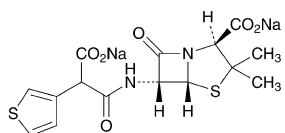
0.5 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて 30 mL とし、0.05 mol/L ヨウ素液で滴定する（指示薬：デンプン試液 1 mL）。

$$0.05 \text{ mol/L ヨウ素液 } 1 \text{ mL} = 24.819 \text{ mg Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

貯 法 容 器 密封容器。

## チカルシンンナトリウム

Ticarcillin Sodium



$\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_6\text{S}_2$  : 428.39

Disodium (2S, 5R, 6R)-6-(2-carboxylato-2-thiophen-2-ylacetyl)amino)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate [4697-14-7]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 800  $\mu\text{g}$  (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価はチカルシン (C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>6</sub>S<sub>2</sub> : 384.43) としての量を質量 (力価) で示す。

性 状 本品は白色～微黄白色の粉末で、特異なにおいがある。

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

本品は吸湿性である。

### 確認試験

(1) 本品をデシケーター（減圧、酸化リン (V), 60 °C）で 2 時間乾燥したものにつき、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又はデシケーター（減圧、酸化リン (V), 60 °C）で 2 時間乾燥したチカルシンンナトリウム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。

(2) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋 光 度  $[\alpha]_D^{20} : +170 \sim +190^\circ$  (脱水物に換算したもの 0.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ～ 7.5 である。

### 純度試験

(1) 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)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第4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) 3-チエニルエチルペニシリソナトリウム 次の条件で試験を行うとき、試料溶液から得た値は標準溶液から得た値より大きくなり。

(i) 標準溶液 3-チエニルエチルペニシリソナトリウ

ム適量を精密に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし、1 mL 中に 5.0  $\mu\text{g}$  を含む液を調製する。

(ii) 試料溶液 本品適量を精密に量り、pH 6.0 のリン酸塩緩衝液に溶かし、1 mL 中に 100  $\mu\text{g}$  を含む液を調製する。

(iii) 試験菌 *Bacillus subtilis* ATCC 6633 を用いる。

(iv) 培地 抗生物質の微生物学的力価試験法 I. 円筒平板法の培地 (1) の 1) の i を用いる。ただし、滅菌後の pH は 6.4 ～ 6.5 とする。

(v) 展開溶媒 pH 6.0 のリン酸塩緩衝液

(vi) 薄層板の調製 200 mm × 200 mm の平滑で均一な厚さのガラス板に適當な器具を用いて、薄層クロマトグラフ用シリカゲルを 0.2 ～ 0.3 mm の均一な厚さに塗布し、風乾後、105 °C で 30 分間加熱する。冷後、ジエチルエーテル/シリコン油混液 (19 : 1) で上昇法により約 3 時間展開し、風乾する。

(vii) 操作法 薄層板の下端から約 20 mm の高さを原線とし、両端から少なくとも 10 mm はなし、原線上に標準溶液及び試料溶液をそれぞれ 10  $\mu\text{L}$  ずつ、約 30 mm の間隔で交互に 3箇所ずつスポットし、15 分以内に風乾した後、展開容器に入れ、密閉し、常温で展開を行う。展開容器にはあらかじめ展開溶媒を約 10 mm の深さに入れ、展開溶媒の蒸気で飽和しておく。展開溶媒の先端が原線から約 100 mm の距離まで上昇したとき、薄層板を取り出し、風乾し、水平台に置く。この薄層板上に培地約 150 mL が注入できるように、滅菌した枠 (縦 200 mm, 横 200 mm, 枠幅 5 mm, 高さ 5 ～ 20 mm) を置き、この中に種層カントン培地 150 mL を注入し、培地が固まった後、カントン培地を 37 °C で 16 ～ 20 時間培養する。培養後、標準溶液及び試料溶液が示す  $R_f$  値 0.1 付近の阻止円の直径を展開方向に垂直な長さとして 0.1 mm まで正確に測定し、それぞれの平均値を求める。

(4) ヨウ素吸着物質 次の条件で試験を行うとき、ヨウ素吸着物質の量は 8.0 % 以下である。本品約 0.20 g を精密に量り、水に溶かして正確に 100 mL とし、試料溶液とする。共栓三角フラスコに 1 mol/L 塩酸試液 0.5 mL 及び 0.01 mol/L ヨウ素液 10 mL を正確に量り、試料溶液 10 mL を正確に加えて振り混ぜ、直ちに 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定し (指示薬: デンプン試液 1 mL)，この消費量を A mL とする。同様の方法で空試験を行い、その消費量を B mL とする。

ヨウ素吸着物質の量 (%)

$$= \frac{(B-A) \times 446.4 \times 0.02 \times f}{10.4 \times \text{本品の採取量 (g)}}$$

ただし、446.4 : チカルシンンナトリウムのペニシロ酸の分子量

0.02 : 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液の濃度

10.4 : ペニシロ酸 1 分子が消費するヨウ素の原子数

f : 0.02 mol/L チオ硫酸ナトリウム液のファクタ

—

水 分 6.0 % 以下 (0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定 量 法 本品及びチカルシンンナトリウム標準品約 0.075 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水に溶かし、

内標準溶液 10 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 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  $\mu\text{L}$  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チカルシリソのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。試料溶液及び標準溶液は 5 °C 以下に保存し、24 時間以内に使用する。

$$\begin{aligned} \text{チカルシリソ (C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}_2\text{) の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ = \text{チカルシリソナトリウム標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 *o*-トルイロ酸 0.63 g を炭酸水素ナトリウム溶液 (21 → 5000) 100 mL に溶かし、水を加えて 250 mL とする。

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：230 nm）  
カラム：内径 4 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu\text{m}$  の液体クロマトグラフ用トリメチルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：30 °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 3.9 g 及び臭化テトラ*n*-ブチルアンモニウム 1.61 g を水 750 mL に溶かし、リン酸を加えて pH を 3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 225 mL 及び酢酸 (100) 2.5 mL を加える。

流量：*o*-トルイロ酸の保持時間が約 10 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  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件下操作するとき、内標準物質、チカルシリソの順に溶出し、それぞれの分離度は 3.7 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件下試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するチカルシリソのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

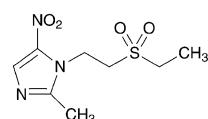
#### 貯 法

保存条件 冷所に保存する。

容 器 気密容器。

## チニダゾール

Tinidazole



C<sub>8</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S : 247.27

Ethyl 2-(2-methyl-5-nitro-1H-imidazol-1-yl)ethyl sulfone  
[19387-91-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、チニダゾール (C<sub>8</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S) 98.5 % 以上を含む。  
性 状 本品は淡黄色の結晶性の粉末で、においはないか、又

はわずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は無水酢酸又はアセトンにやや溶けやすく、メタノール又はエタノール (95) にやや溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

#### 確認試験

(1) 本品 0.01 g をメタノール 2 mL に溶かし、N,N-ジメチルアニリンのメタノール溶液 (1 → 10) 1 mL を加えるとき、液は黄緑色を呈する。

(2) 本品のメタノール溶液 (1 → 5000) 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) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法のペースト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。

融 点 125 ~ 129 °C

#### 純度試験

(1) 硫酸塩 本品 2.0 g に水 100 mL を加え、5 分間煮沸し、冷後、水を加えて 100 mL とし、ろ過する。ろ液 25 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。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.45 mL を加える (0.043 % 以下)。

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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 2.0 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 (1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.050 g をアセトン 2 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 200 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  $\mu\text{L}$  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。次に酢酸エチル/ジエチルアミン混液 (19 : 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。これを 100 °C で 5 分間加熱し、冷後、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 1.0 % 以下 (1 g, 105 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定 量 法 本品を乾燥し、その約 0.35 g を精密に量り、無水酢酸 50 mL を加えて溶かし、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。

$$0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL } = 24.727 \text{ mg C}_8\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}_4\text{S}$$

#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。