

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 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 μm 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 μL 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 μL 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。

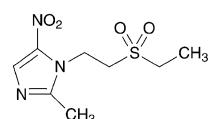
貯 法

保存条件 冷所に保存する。

容 器 気密容器。

チニダゾール

Tinidazole



C₈H₁₃N₃O₄S : 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 (C₈H₁₃N₃O₄S) 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 → 50000) 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 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/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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 24.727 mg C₈H₁₃N₃O₄S

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。