

分間しばしば振り混ぜた後、傾斜して石油ベンジンを除き、更に石油ベンジン 10 mL を加えて同じ操作を繰り返す。残留物にジエチルエーテル 25 mL を加えて 20 分間時々振り混ぜた後、ろ過し、室温でろ液を蒸発し、残留物をデシケーター（シリカゲル）で 6 時間乾燥するとき、その融点は 44 ~ 47 °C である。また、このものにつき、「トリメタジオニ」の確認試験（1）を準用する。

（2）（1）の残留物を乾燥させたもののクロロホルム溶液（1 → 50）を調製する。この液につき、赤外吸収スペクトル測定法の溶液法により、層長 0.1 mm の塩化ナトリウム製固定セルを用いて測定するとき、波数 2960 cm<sup>-1</sup>, 1814 cm<sup>-1</sup>, 1735 cm<sup>-1</sup>, 1445 cm<sup>-1</sup>, 1394 cm<sup>-1</sup>, 1290 cm<sup>-1</sup>, 1100 cm<sup>-1</sup> 及び 1055 cm<sup>-1</sup> 付近に吸収を認める。

**定量法** 本品 20 個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。トリメタジオニ（C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>）約 1 g に対応する量を精密に量り、エタノール（95）50 mL を加え、還流冷却器を付け、15 分間穏やかに煮沸し、温時ガラスろ過器（G4）を用いて 100 mL のメスフラスコにろ過する。残留物は温エタノール（95）10 mL ずつで 3 回洗い、洗液はメスフラスコに合わせ、冷後、エタノール（95）を加えて正確に 100 mL とする。この液 25 mL を正確に量り、共栓三角フラスコに入れ、水 25 mL 及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 30 mL を正確に加え、密栓して、時々振り混ぜて 15 分間放置した後、過量の水酸化ナトリウムを 0.1 mol/L 塩酸で滴定する（指示薬：クレゾールレッド試液 4 滴）。同様の方法で空試験を行う。

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 14.314 mg C<sub>6</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>

#### 貯 法

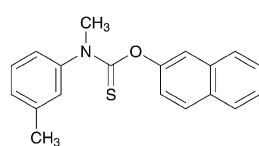
保存条件 30 °C 以下で保存する。

容 器 気密容器。

## トルナフタート

Tolnaftate

トルナフテート



C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>NOS : 307.41

O-Naphthalen-2-yl N-methyl-N-(3-methylphenyl)thiocarbamate [2398-96-1]

本品を乾燥したものは定量するとき、トルナフタート（C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>NOS）98.0 % 以上を含む。

**性 状** 本品は白色の粉末で、においはない。

本品はクロロホルムに溶けやすく、ジエチルエーテルにやや溶けにくく、メタノール又はエタノール（95）に溶けにくく、水にほとんど溶けない。

#### 確認試験

（1） 本品 0.2 g に水酸化カリウム・エタノール試液 20

mL 及び水 5 mL を加え、還流冷却器を付け、3 時間加熱する。冷後、その 10 mL をとり、これに酢酸（100）2 mL を加えた後、酢酸鉛（II）試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、黒色の沈殿を生じる。

（2） 本品のメタノール溶液（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又はトルナフタート標準品について同様に操作して得られた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乾燥したトルナフタート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。

**融 点** 111 ~ 114 °C (乾燥後)。

#### 純度試験

（1） 重金属 本品 1.0 g をとり、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 5 mL 及び硫酸 1 mL を加え、白煙が生じるまで加熱する。冷後、更に硝酸 2 mL を加え、白煙が生じるまで加熱する。次に冷後、硝酸 2 mL 及び過塩素酸 0.5 mL を加え、徐々に加熱し、白煙を生じさせる操作を 2 回行った後、白煙が生じなくなるまで加熱する。これを 500 ~ 600 °C で 1 時間強熱し、灰化する。以下第 2 法により操作し、50 mL の検液とし、試験を行う。比較液は硝酸 11 mL、硫酸 1 mL、過塩素酸 1 mL 及び塩酸 2 mL を加えて検液と同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする（20 ppm 以下）。

（2） 類縁物質 本品 0.50 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 2 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100 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。次にトルエンを展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 5 分間放置した後、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** 0.5 % 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 65 °C, 3 時間)。

**強熱残分** 本品 2.0 g を精密に量り、徐々に加熱して炭化させる。次に硫酸 1 mL で潤し、白煙が生じなくなるまで徐々に加熱し、更に 450 ~ 550 °C で約 2 時間強熱して恒量とするとき、残分は 0.1 % 以下である。

**定量法** 本品及びトルナフタート標準品を乾燥し、その約 0.05 g ずつを精密に量り、それぞれにメタノール 200 mL を加え、水浴中で加温して溶かし、冷後、メタノールを加えて正確に 250 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につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行い、波長 257 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

$$\begin{aligned} \text{トルナフタート (C}_{19}\text{H}_{17}\text{NOS) の量 (mg)} \\ = \text{トルナフタート標準品の量 (mg)} \times \frac{A_t}{A_s} \end{aligned}$$

貯 法 容 器 気密容器.

## トルナフタート液

Tolnaftate Solution

トルナフタート液

本品は定量するとき、表示量の 90 ~ 110 % に対応するトルナフタート ( $\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{NOS}$  : 307.41) を含む。

製 法 本品は「トルナフタート」をとり、液剤の製法により製する。

### 確認試験

- (1) 本品 1 滴をろ紙にスポットする。これにヘキサクロロ白金(IV)酸・ヨウ化カリウム試液を噴霧するとき、スポットは淡黄色を呈する。
- (2) 本品の表示量に従い「トルナフタート」0.02 g に対応する容量をとり、クロロホルムを加えて 10 mL とし、試料溶液とする。別にトルナフタート標準品 0.02 g をクロロホルム 10 mL に溶かし、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 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。次にトルエンを展開溶媒として約 12 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、試料溶液及び標準溶液から得たスポットの  $R_f$  値は等しい。

定 量 法 本品のトルナフタート ( $\text{C}_{19}\text{H}_{17}\text{NOS}$ ) 約 0.02 g に対応する容量を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 50 mL とし、試料溶液とする。別にトルナフタート標準品を 65 °C で 3 時間減圧(0.67 kPa 以下)乾燥し、その約 0.4 g を精密に量り、クロロホルムに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、内標準溶液 4 mL を正確に加え、更にクロロホルムを加えて 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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トルナフタートのピーク面積の比  $Q_t$  及び  $Q_s$  を求める。

$$\begin{aligned} \text{トルナフタート (C}_{19}\text{H}_{17}\text{NOS) の量 (mg)} \\ = \text{トルナフタート標準品の量 (mg)} \times \frac{Q_t}{Q_s} \times \frac{1}{20} \end{aligned}$$

内標準溶液 フタル酸ジフェニルのクロロホルム溶液 (3 → 200)

### 操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

カラム：内径約 4 mm、長さ 15 ~ 30 cm のステンレス管に 5 ~ 10  $\mu\text{m}$  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：25 °C 付近の一定温度

移動相：メタノール/水混液 (7:3)

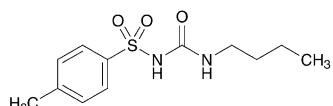
流量：トルナフタートの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10  $\mu\text{L}$  につき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、トルナフタートの順に溶出し、その分離度が 5 以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器.

## トルブタミド

Tolbutamide



$\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$  : 270.35

*N*-(Butylcarbamoyl)-4-methylbenzenesulfonamide  
[64-77-7]

本品を乾燥したものは定量するとき、トルブタミド ( $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$ ) 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、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はない。

本品はエタノール(95)にやや溶けやすく、ジエチルエーテルに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

### 確認試験

- (1) 本品 0.2 g に薄めた硫酸(1 → 3) 8 mL を加え、還流冷却装置を付け、30 分間煮沸する。この液を氷水中で冷却し、析出した結晶をろ取し、水から再結晶し、105 °C で 3 時間乾燥するとき、その融点は 135 ~ 139 °C である。

- (2) (1) のろ液に水酸化ナトリウム溶液(1 → 5) 約 20 mL を加えてアルカリ性とし、加熱するとき、アンモニアようのにおいを発する。

融 点 126 ~ 132 °C

### 純度試験

- (1) 酸 本品 3.0 g に水 150 mL を加え、70 °C で 5 分間加温した後、氷水中で 1 時間放置し、ろ過する。ろ液 25 mL にメチルレッド試液 2 滴及び 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.20 mL を加えるとき、液は黄色を呈する。

- (2) 塩化物 (1) のろ液 40 mL に希硝酸 6 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 0.01 mol/L 塩酸 0.25 mL を加える(0.011 % 以下)。

- (3) 硫酸塩 (1) のろ液 40 mL に希塩酸 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 0.35 mL を加える(0.021 % 以下)。

- (4) 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)。

乾燥減量 0.5 % 以下(1 g, 105 °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 0.5 g を精密に量り、中和エタノール 30 mL に溶かし、水 20 mL を加え、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定する(指示薬: フェノールフタレ