

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

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 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 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 μm 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)

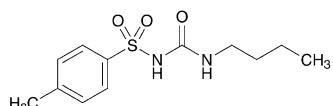
流量：トルナフタートの保持時間が約 14 分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液 10 μL 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