

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

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 (C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>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<sub>f</sub> 値は等しい。

定量法 本品のトルナフタート (C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>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<sub>T</sub> 及び Q<sub>S</sub> 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)

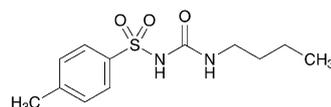
流量 : トルナフタートの保持時間が約 14 分になるように調整する。

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



C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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 (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>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り、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、アンモニア臭のにおいを発する。

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

イン試液 3 滴).

0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL  
= 27.035 mg C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

貯法 容器 密閉容器.

## トルブタミド錠

Tolbutamide Tablets

本品は定量するとき、表示量の 95 ~ 105 % に対応するトルブタミド (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S : 270.35) を含む。

製法 本品は「トルブタミド」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「トルブタミド」0.5 g に対応する量を取り、クロロホルム 50 mL を加えて振り混ぜた後、ろ過する。ろ液を蒸発乾固し、残留物につき、「トルブタミド」の確認試験を準用する。

溶出試験 本品 1 個をとり、試験液に pH 7.4 のリン酸塩緩衝液 900 mL を用い、溶出試験法第 2 法により毎分 100 回転で試験を行う。溶出試験開始 30 分後、溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中にトルブタミド (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S) 約 10 μg を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にトルブタミド標準品を 105 °C で 3 時間乾燥し、その約 0.050 g を精密に量り、メタノール 10 mL を加えて溶かした後、pH 7.4 のリン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、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 226 nm における吸光度 A<sub>T</sub> 及び A<sub>S</sub> を測定する。

本品の 30 分間の溶出率が 80 % 以上のときは適合とする。

トルブタミド (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S) の表示量に対する溶出率 (%)  
=  $W_s \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{V'}{V} \times \frac{90}{C} \times \frac{1}{5}$

W<sub>s</sub> : トルブタミド標準品の量 (mg)

C : 1 錠中のトルブタミド (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S) の表示量 (mg)

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。トルブタミド (C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S) 約 0.5 g に対応する量を精密に量り、中和エタノール 50 mL に溶かし、水 25 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 : フェノールフタレイン試液 3 滴)。

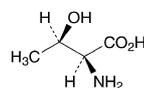
0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL  
= 27.035 mg C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S

貯法 容器 密閉容器.

## L-トレオニン

L-Threonine

L-スレオニン



C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub> : 119.12

(2S, 3R)-2-Amino-3-hydroxybutanoic acid [72-19-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-トレオニン (C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>) 98.5 % 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おいがあり、味はわずかに甘い。

本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けやすく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

確認試験 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。

旋光度 [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : -26.0 ~ -29.0° (乾燥後, 1.5 g, 水, 25 mL, 100 mm).

pH 本品 0.20 g を水 20 mL に溶かした液の pH は 5.2 ~ 6.2 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、液は無色澄明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 % 以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 % 以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 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 (20 ppm 以下)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g を希塩酸 5 mL に溶かし、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.30 g を水 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 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 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、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。