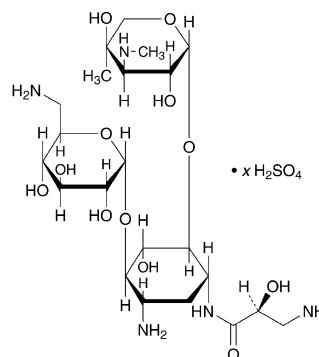


本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

硫酸イセパマイシン

Isepamicin Sulfate

イセパマイシン硫酸塩



$C_{22}H_{43}N_6O_{12} \cdot xH_2SO_4$

O-6-Amino-6-deoxy- α -D-glucopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-O-[3-deoxy-4-C-methyl-3-methylamino- β -L-arabinopyranosyl-(1 \rightarrow 6)]-2-deoxy-1-N-[(2S)-3-amino-2-hydroxypropanoyl]-D-streptamine sulfate [67814-76-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり、670 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、イセパマイシン ($C_{22}H_{43}N_6O_{12}$: 569.60) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 1 mL に溶かし、アントロン試液 3 mL を加え、振り混ぜて放置するとき、液は青紫色を呈する。

(2) 本品及び硫酸イセパマイシン標準品 0.01 g ずつを水 5 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。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 μ L 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。次にアンモニア水(28) / エタノール(99.5) / 1-ブタノール / クロロホルム混液(5 : 5 : 4 : 2)を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 0.2% ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後、約 100°C で約 10 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤褐色を呈し、それらの R_f 値は等しい。

(3) 本品 0.01 g を水 1 mL に溶かし、塩化バリウム試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +100 ~ +120° (脱水物に換算したもの 0.25 g, 水, 25 mL, 100 mm).

pH 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かした液の pH は 5.5 ~ 7.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(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。ただし、比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える(10 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 定量法で得た試料溶液 5 μ L につき、定量法を準用し、液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりそれらの量を求めるとき、イセパマイシンに対する保持時間の比が約 0.4 のハバゲンタミン B は 5% 以下であり、イセパマイシンに対する保持時間の比が約 1.3 のゲンタマイシン B は 3% 以下である。ただし、ゲンタマイシン B のピーク面積は感度係数 1.11 を乗じて補正する。

試験条件

装置、検出器、カラム、カラム温度、反応コイル、移動相、反応試薬、反応温度、移動相流量及び反応試液流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：イセパマイシンの保持時間の約 2 倍の範囲

システム適合性

システムの性能及びシステムの再現性は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とする。この液 5 μ L から得たイセパマイシンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液 5 μ L から得たイセパマイシンのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

水分 12.0% 以下 (0.2 g, 容量滴定法、直接滴定。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

強熱残分 1.0% 以下 (1 g)。

定量法 本品及び硫酸イセパマイシン標準品約 0.02 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 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれのイセパマイシンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

イセパマイシン ($C_{22}H_{43}N_6O_{12}$) の量 [μ g (力価)]

$$= \text{硫酸イセパマイシン標準品の量 [mg (力価)]} \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000$$

試験条件

装置：移動相及び反応試薬送液用の二つのポンプ、試料導入部、カラム、反応コイル、検出器並びに記録装置よりなり、反応コイルは恒温に保たれるものを用いる。

検出器：蛍光検出器(励起波長: 360 nm, 測定波長: 440 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

反応コイル：内径 0.25 mm, 長さ 5 m の管

移動相：無水硫酸ナトリウム 28.41 g 及び 1-ペンタンスルホン酸ナトリウム 5.23 g を水約 900 mL に溶かし、酢酸 (100) 1 mL を加えた後、水を加えて正確に 1000 mL とする。

反応試薬：*o*-フタルアルデヒド 0.4 g をエタノール (95) 5 mL に溶かした液、2-メルカプトエタノール 1 mL 及びラウロマクロゴール溶液 (1 → 4) 2 mL を pH 10.0 のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液 500 mL に加える。

反応温度：45 °C 付近の一定温度

移動相流量：毎分約 0.6 mL

反応試薬流量：毎分約 0.5 mL

システム適合性

システムの性能：ゲンタマイシン B 2 mg を標準溶液 10 mL に溶かし、この液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、イセパマイシン、ゲンタマイシン B の順に溶出し、その分離度は 1.0 以上である。

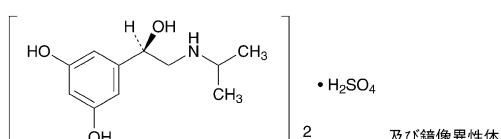
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、イセパマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3 % 以下である。

貯 法 容 器 気密容器。

硫酸オルシプレナリン

Orciprenaline Sulfate

オルシプレナリン硫酸塩



$(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$: 520.59

(*RS*)–1–(3,5–Dihydroxyphenyl)–2–isopropylaminoethanol hemisulfate [5874–97–5]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、硫酸オルシプレナリン [$(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$] 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ある。

本品は水に溶けやすく、エタノール (95) 又は酢酸 (100) に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品の水溶液 (1 → 20) は旋光性を示さない。

融点：約 220 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) 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。

(2) 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測定するとき、波数 1607 cm^{-1} , 1153 cm^{-1} , 1131 cm^{-1} , 及び 1110 cm^{-1} 附近に吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) は硫酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 5.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かすとき、液は透明で、その色は次の比較液より濃くない。

比較液：色の比較液 T 3 mL に薄めた塩酸 (1 → 40) 1 mL を加える。

(2) 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)。

(3) 硫酸オルシプレナロン 本品 0.200 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 20 mL とする。この液につき紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 328 nm における吸光度は 0.075 以下である。

乾燥減量 1.5 % 以下 (1 g, 減圧, 105 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定 量 法 本品約 0.7 g を精密に量り、酢酸 (100) 100 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、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 = 52.06 mg $(\text{C}_{11}\text{H}_{17}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

貯 法

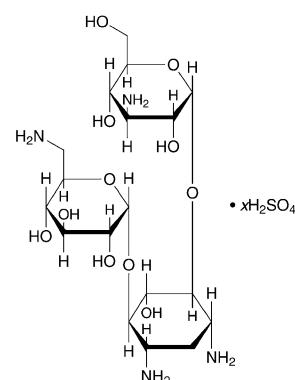
保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

硫酸カナマイシン

Kanamycin Sulfate

カナマイシン硫酸塩



$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{N}_4\text{O}_{11} \cdot x\text{H}_2\text{SO}_4$

O–3–Amino–3–deoxy– α –D–glucopyranosyl–(1 → 6)–O–[6–amino–6–deoxy– α –D–glucopyranosyl–(1 → 4)]–2–deoxy–D–streptamine sulfate [133–92–6]

本品は日本抗生物質医薬品基準の硫酸カナマイシンの条に