

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。

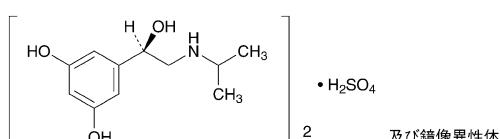
システムの再現性：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、イセパマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 3 % 以下である。

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

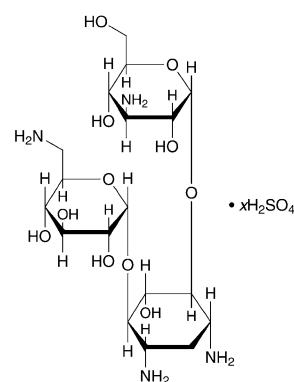
保存条件 遮光して保存する。

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

適合する。

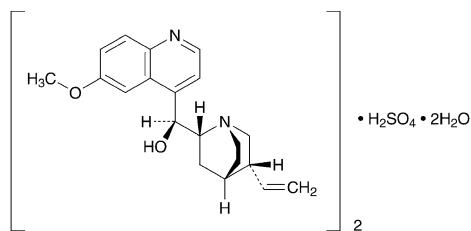
性状 本品は白色～黄白色の粉末である。

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。

硫酸キニジン

Quinidine Sulfate

キニジン硫酸塩



$(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O : 782.94$

(8R, 9S)-6'-Methoxycinchonan-9-ol hemisulfate monohydrate [6591-63-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、硫酸キニジン $[C_{20}H_{24}N_2O_2]_2 \cdot H_2SO_4 : 746.91$ 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶で、においはなく、味は極めて苦い。

本品はエタノール(95)又は熱湯に溶けやすく、水にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。また、本品の乾燥物はクロロホルムに溶けやすい。

本品は光によって徐々に暗色となる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20} : +275 \sim +287^\circ$ (乾燥後, 0.5 g, 0.1 mol/L 塩酸, 25 mL, 100 mm).

確認試験

(1) 本品 0.01 g に水 10 mL 及び希硫酸 2 ~ 3 滴を加えて溶かした液は青色の蛍光を発する。

(2) 本品の水溶液(1 → 1000) 5 mL に臭素試液 1 ~ 2 滴及びアンモニア試液 1 mL を加えるとき、液は緑色を呈する。

(3) 本品の水溶液(1 → 100) 5 mL に硝酸銀試液 1 mL を加え、ガラス棒でかき混ぜ、しばらく放置するとき、白色の沈殿を生じ、これに硝酸を滴加するとき、溶ける。

(4) 本品 0.4 g に水 20 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かした液は、硫酸塩の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を新たに煮沸して冷却した水 100 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 7.0 である。

純度試験

(1) クロロホルム・エタノール不溶物 本品 2.0 g にクロロホルム・エタノール(99.5)混液(2:1) 15 mL を加えて 50 °C で 10 分間加温し、冷後、質量既知のガラスろ過器(G4)を用いて弱く吸引ろ取し、残留物をクロロホルム・エタノール(99.5)混液(2:1) 10 mL ずつで 5 回洗い、105 °C で 1 時間乾燥するとき、その量は 2.0 mg 以下である。

(2) 類縁物質 本品 0.020 g をとり、移動相に溶かし、

正確に 100 mL とし、試料溶液とする。別にシンコニン 0.025 g をとり、移動相に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、移動相を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 50 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、硫酸ジヒドロキニジンは 15.0 % 以下であり、硫酸キニーネ及び硫酸ジヒドロキニーネは、それぞれ 1.0 % 以下である。また、主ピーク及び上記のピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のシンコニンのピーク面積より大きくならない。

操作条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：235 nm）

カラム：内径約 4 mm、長さ約 25 cm のステンレス管に 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。

温度：室温

移動相：水/アセトニトリル/メタンスルホン酸試液/ジエチルアミン溶液(1 → 10) 混液(43:5:1:1)

流量：キニジンの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び硫酸キニーネ 0.01 g ずつをメタノール 5 mL に溶かし、移動相を加えて 50 mL とする。この液 50 μL につき、上記の条件で操作するとき、キニジン、キニーネ、ジヒドロキニジン、ジヒドロキニーネの順に溶出し、キニジンとキニーネ及びキニーネとジヒドロキニジンの分離度がそれぞれ 1.2 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 50 μL から得たシンコニンのピーク高さが 5 ~ 10 mm になるように調整する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からキニジンの保持時間の約 2 倍の範囲

(3) 硫酸呈色物 本品 0.20 g をとり、試験を行う。液の色は色の比較液 M より濃くない。

乾燥減量 5.0 % 以下 (1 g, 130 °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、酢酸(100) 20 mL に溶かし、無水酢酸 80 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬：クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$\begin{aligned} & 0.1 \text{ mol/L 過塩素酸 } 1 \text{ mL} \\ & = 24.897 \text{ mg } (C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \end{aligned}$$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 密閉容器。