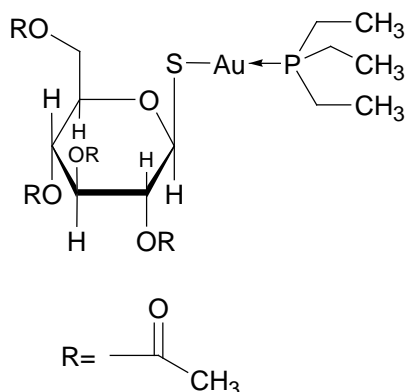


オーラノフィン

Auranofin



$\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{AuO}_9\text{PS}$: 678.48

(2,3,4,6-Tetra-*O*-acetyl-1-thio- β -D-glucopyranosato)(triethylphosphine)gold
[34031-32-8]

本品を乾燥したものは定量するとき、オーラノフィン($\text{C}_{20}\text{H}_{34}\text{AuO}_9\text{PS}$)98.0~102.0%を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 50mgに水 3mL、硝酸 3mL及び硫酸 3mLを加えて振り混ぜ、放置するとき、金色の浮遊物を生じる。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペースト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オーラノフィン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。

(3) 本品 1mgをとり、水 10mLを吸収液とし、酸素フラスコ燃焼法(1.06)により操作し、検液を調製する。検液を水でネスラー管に洗い込み、30mLとする。この液に希硫酸 10mL、セモリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液 3mL及び塩化スズ(II)試液 0.1mLを加えて振り混ぜ、10~15分間放置するとき、液は青色を呈する。

旋光度 (2.49) $[\alpha]_{\text{D}}^{20}$: -54.0~-62.0° (乾燥後, 0.2g, メタノール, 20mL, 100mm).

融点 (2.60) 113~116°C

純度試験

(1) 塩化物(1.03) 本品 0.5gを磁製のつぼにとり、無水炭酸ナトリウム 0.25gを加え、よくかき混ぜた後、炭化物がなくなるまで加熱する。冷後、水 20mLを加え、加熱し、冷後、ろ過し、残留物を水 20mLで洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希硝酸で中和した後、希硝酸 6mL及び水を加えて 50mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は無水炭酸ナトリウム 0.25gを水 20mLに溶かし、希硝酸で中和した後、0.01mol/L塩酸 0.50mL、希硝酸 6mL及び水を加えて 50mLとする(0.036%以下)。

(2) 重金属(1.07) 本品 1.0g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 2.0mLを加える(20ppm以下)。

(3) ヒ素(1.11) 本品 0.5gをケルダールフラスコに入れ、硫酸 2mL及び硝酸 5mLを注意しながら加え、液がほとんど無色となるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム一水和物飽和溶液 15mLを加え、白煙が生じるまで加熱濃縮して 1~2mLとする。これに水 3mL及びメチルオレンジ試液 1滴を加え、アンモニア水(28)で中和した後、ろ過する。これを検液とし、試験を行うとき、次の標準色より濃くない。

標準色：硫酸 2mL及び硝酸 5mLを発煙がほとんど生じなくなるまで加熱する。冷後、シュウ酸アンモニウム一水和物飽和溶液 15mLを加え、白煙が生じるまで加熱濃縮して 1~2mLとする。これに水 3mL及びメチルオレンジ試液 1滴を加え、アンモニア水(28)で中和した後、ろ過し、ヒ素標準液 2.0mLを加え、以下検液の試験と同様に操作する(4ppm以下)。

38 (4) 類縁物質 本品 50mgをクロロホルム 5mLに溶かし、試料溶液とする。この液 1mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mLとする。この液 3mLを正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 10mL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ィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 10 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/アセトン混液 (4 : 1)を展開溶媒として約 10cm展開した後、薄層板を風乾し、更に 80 $^{\circ}$ Cで 30 分間乾燥する。冷後、これをヨウ素蒸気中に 30 分間放置するとき、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。

45 (5) 残留溶媒 別に規定する。

46 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(1g, 105 $^{\circ}$ C, 3 時間)。

47 **定量法** 本品及びオーラノフィン標準品を乾燥し、その約 20mgずつを精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液(1 : 1)10mLに溶かし、それぞれに内標準溶液 5mLを正確に加え、水/アセトニトリル混液(1 : 1)を加えて 100mL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 10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するオーラノフィンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

52 オーラノフィン($C_{20}H_{34}AuO_9PS$)の量(mg) = $M_S \times \text{エラー! ブックマークが定義されていません。}$ Q_T / Q_S

53 M_S : オーラノフィン標準品の秤取量(mg)

54 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ブチルの水/アセトニトリル混液(1 : 1)溶液(3 \rightarrow 1250)

55 試験条件

56 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 230nm)

57 カラム : 内径 4mm, 長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

58 カラム温度 : 25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

60 移動相 : リン酸二水素ナトリウム二水和物溶液(1 \rightarrow 100)/テトラヒドロフラン/アセトニトリル混液(12 : 5 : 3)

61 流量 : オーラノフィンの保持時間が約 6 分になるように調整する。

62 システム適合性

63 システムの性能 : 標準溶液 10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オーラノフィン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 9 以上である。

65 システムの再現性 : 標準溶液 10 μ Lにつき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するオーラノフィンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0%以下である。

67 **貯法** 容器 気密容器。

68 -----

69 **9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する。**

70 **オーラノフィン標準品**

71

72