

## スルファジミジン試験法

### 1. 分析対象化合物

スルファジミジン

### 2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

### 3. 試薬・試液

次に示すもの以外は、総則の3に示すものを用いる。

アルミナ（中性）ミニカラム（1,850 mg） 内径8～9 mmのポリエチレン製のカラム管に、カラムクロマトグラフィー用に製造したアルミナ（中性）1,850 mgを充てんしたもの又はこれと同等の分離特性を有するものを用いる。

### 4. 標準品

スルファジミジン 本品はスルファジミジン99%以上を含む。

融点 本品の融点は198～201℃である。

### 5. 試験溶液の調製

#### a 抽出法

##### (1) 筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓の場合

検体を細切均一化した後、その5.00 gを量り採り、アセトニトリル25 mL及び無水硫酸ナトリウム10 gを加え、細砕した後、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行い、アセトニトリル層を100 mLの分液漏斗中に移す。これにアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン25 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移す。遠心分離管の残留物にアセトニトリル25 mLを加え、1分間激しく振り混ぜた後、上記と同様の条件で遠心分離を行い、アセトニトリル層をその分液漏斗中に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をそのすり合わせ減圧濃縮器中に合わせ、*n*-プロパノール10 mLを加え、40℃以下でアセトニトリル及び*n*-プロパノールを除去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液（19：1）3 mLを加えて溶かす。

##### (2) 乳の場合

試料10.0 gを量り採り、アセトニトリル25 mL及び無水硫酸ナトリウム20 gを加え、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行い、アセトニトリル層を100 mLの分液漏斗中に移す。これにアセトニトリル飽和*n*-ヘキサン25 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振

り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をすり合わせ減圧濃縮器中に移す。遠心分離管の残留物にアセトニトリル25 mLを加え、1分間激しく振り混ぜた後、前記と同様の条件で遠心分離を行い、アセトニトリル層をその分液漏斗中に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、アセトニトリル層をそのすり合わせ減圧濃縮器中に合わせ、*n*-プロパノール10 mLを加え、40℃以下でアセトニトリル及び*n*-プロパノールを除去する。この残留物にアセトニトリル及び水の混液（19：1）3 mLを加えて溶かす。

#### b 精製法

アルミナ（中性）ミニカラム（1,850 mg）に、アセトニトリル及び水の混液（19：1）10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入し、流出液は捨てる。このカラムにアセトニトリル及び水の混液（17：3）10 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、40℃以下でアセトニトリル及び水を除去する。この残留物にアセトニトリル及び0.025 mol/Lリン酸一ナトリウム溶液の混液（3：17）1.0 mLを加えて溶かし、アセトニトリル飽和*n*-ヘキサン0.5 mLを加え、毎分3,000回転で5分間遠心分離を行う。*n*-ヘキサン層を捨て、アセトニトリル及びリン酸一ナトリウム溶液の混液層を採り、これを試験溶液とする。

### 6. 操作法

#### a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 µm）を用いる。

カラム管 内径4.0～6.0 mm、長さ150 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 吸光波長268 nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び0.025 mol/Lリン酸一ナトリウム溶液の混液（3：17）を用いる。スルファジミジンが約10分で流出する流速に調整する。

#### b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

### 7. 定量限界

筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓 0.01 mg/kg 乳 0.005 mg/kg

### 8. 留意事項

5. 試験溶液の調製のb 精製法において用いるアルミナ（中性）ミニカラムは、予め標準品を用いて、その保持、溶出性能及び精製効果、回収率（90～100%）を確認すると共に、定量限界が筋肉、脂肪、肝臓及び腎臓については0.01 mg/kg以下、乳については0.005 mg/kg以下であることを確認すること。

#### 9. 参考文献

なし

#### 10. 類型

A