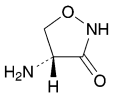
資料 No.1-4

医薬品各条

（サ～ノ）

サイクロセリン

Cycloserine



$C_3H_6N_2O_2$：102.09

(4*R*)-4-Aminoisoxazolidin-3-one

[*68-41-7*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり950 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はサイクロセリン($C_3H_6N_2O_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又は乾燥したサイクロセリ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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋108 ～ ＋114°(乾燥物に換算したもの2.5 g，2 mol/L水酸化ナトリウム試液，50 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.0 ～ 7.4である．

純度試験

(1)　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4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)．

(2)　縮合生成物　本品20 mgをとり，水酸化ナトリウム試液に溶かし，正確に50 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長285 nmにおける吸光度は，0.8以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.5%以下(0.5 g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1 g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(ⅰ)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ⅱ)　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.0 ～ 6.1とする．

(ⅲ)　標準溶液　サイクロセリン標準品を60℃で3時間減圧(0.67 kPa以下)乾燥し，その約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に100 μg(力価)及び50 μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(ⅳ)　試料溶液　本品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に100 μg(力価)及び50 μg(力価)を含むように正確に薄め，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密閉容器．

酢酸

Acetic Acid

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$：60.05) 30.0 ～ 32.0 w/v%を含む．

性状 本品は無色澄明の液で，刺激性の特異なにおい及び酸味がある．

本品は水，エタノール(95)又はグリセリンと混和する．

比重 d_{20}^{20}：約1.04

確認試験 本品は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1） 塩化物 本品20 mLに水40 mLを加えて試料溶液とする．試料溶液10 mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2） 硫酸塩 (1)の試料溶液10 mLに塩化バリウム試液1 mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3） 重金属〈*1.07*〉 本品10 mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2 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．比較液は鉛標準液3.0 mLに希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(3 ppm以下)．

（4） 過マンガン酸カリウム還元性物質 (1)の試料溶液20 mLに0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液0.10 mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（5） 蒸発残留物 本品30 mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0 mg以下である．

定量法 本品5 mLを正確に量り，水30 mLを加え，1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯法 容器 気密容器．

氷酢酸

Glacial Acetic Acid

H_3C-CO_2H

$C_2H_4O_2$：60.05

Acetic acid

[*64-19-7*]

本品は定量するとき，酢酸($C_2H_4O_2$) 99.0%以上を含む．

性状　本品は無色澄明の揮発性の液又は無色若しくは白色の結晶塊で，刺激性の特異なにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

比重　d_{20}^{20}：約1.049

沸点：約118℃

確認試験　本品の水溶液(1→3)は青色リトマス紙を赤変し，酢酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

凝固点〈*2.42*〉　14.5℃以上．

純度試験

（1）　塩化物　本品10 mLに水を加えて100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 mLに硝酸銀試液5滴を加えるとき，液は混濁しない．

（2）　硫酸塩　(1)の試料溶液10 mLに塩化バリウム試液1 mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物に希酢酸2 mL及び水を加えて溶かし50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0 mLに希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(10 ppm以下)．

（4）　過マンガン酸カリウム還元性物質　(1)の試料溶液20 mLに0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液0.10 mLを加えるとき，液の赤色は30分以内に消えない．

（5）　蒸発残留物　本品10 mLを水浴上で蒸発乾固し，105℃で1時間乾燥するとき，その量は1.0 mg以下である．

定量法　共栓フラスコに水10 mLを入れて質量を精密に量り，これに本品約1.5 gを加え，再び精密に量る．次に水30 mLを加え，1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴)．

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝60.05 mg $C_2H_4O_2$

貯法　容器　気密容器．

酢酸ナトリウム水和物

Sodium Acetate Hydrate

$H_3C-CO_2Na \cdot 3H_2O$

$C_2H_3NaO_2 \cdot 3H_2O$: 136.08

Monosodium acetate trihydrate

[*6131-90-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酢酸ナトリウム($C_2H_3NaO_2$: 82.03) 99.5%以上を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は僅かに酢酸臭があり，清涼な塩味があり，僅かに苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は温乾燥空気中で風解する.

確認試験　本品の水溶液(1→10)は酢酸塩及びナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品2.0 gを水20 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　酸又はアルカリ　本品1.0 gに新たに煮沸して冷却した水20 mLを加えて溶かし，フェノールフタレイン試液3滴を加えるとき，液は赤色を呈する．これを10℃に冷却するとき，又は10℃に冷却した後，0.01 mol/L塩酸1.0 mLを加えるとき，赤色は消える.

（3）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 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(0.011%以下).

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0 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(0.017%以下).

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下).

（6）　カルシウム及びマグネシウム　本品4.0 gを水25 mLに溶かし，これに塩化アンモニウム6 g，アンモニア水(28) 20 mL及び亜硫酸ナトリウム七水和物溶液(1→10) 0.25 mLを加えて溶かし，0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉するとき，その量は0.5 mL以下である(指示薬：メチルチモールブルー・硝酸カリウム指示薬0.1 g)．ただし，滴定の終点は液の青色が灰青色に変わるときとする.

（7）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（8）　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品1.0 gを水100 mLに溶かし，希硫酸5 mLを加えて煮沸し，0.002 mol/L過マンガン酸カリウム液0.50 mLを加え，更に5分間煮沸するとき，液の赤色は消えない.

乾燥減量〈*2.41*〉　39.0 ～ 40.5%(1 g，初め80℃で2時間，次に130℃で2時間).

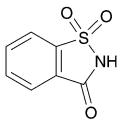
定量法　本品を乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：*p*－ナフトールベンゼイン試液1 mL)．ただし，滴定の終点は液の黄色が緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝8.203 mg $C_2H_3NaO_2$

貯法　容器　気密容器.

サッカリン

Saccharin



$C_7H_5NO_3S$：183.18

1,2-Benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide

[*81-07-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，サッカリン($C_7H_5NO_3S$) 98.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくい.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

融点〈*2.60*〉　226 ～ 230℃

純度試験

（1）　溶状　本品5.0 gを酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→5) 25 mLに溶かすとき，この液の澄明性は水又は酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→5)と同じか，又はその濁りの度合は濁りの比較液Ⅰ以下である．また，その色は水と同じか，酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→5)より濃くないか，又は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液3.0 mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液2.4 mLをとり，薄めた希塩酸(1→10)を加えて1000 mLとする.

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品の加熱した飽和溶液10 mLに，塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない.

（4）　*o*－トルエンスルホンアミド　本品10 gを水酸化ナトリウム試液70 mLに溶かし，酢酸エチル30 mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4) 30 mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5 gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5 mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*－トルエンスルホンアミド0.10 gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5 mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない.

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm，長さ1 mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180 ～ 250 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充填する.

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*－トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である.

システムの再現性：標準溶液1 μL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高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である.

（5）　硫酸呈色物　本品0.20 gをネスラー管にとり，硫酸5 mLを加えて振り混ぜて溶かし，48 ～ 50℃で10分間放置した後，液を白色の背景を用い，ネスラー管に入れた色の比較液Aと側方から観察して比較するとき，液の色は色の比較液Aより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1 g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品約50 mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にサッカリン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に25 mLとし，標準原液とする．標準原液5 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のサッカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

サッカリン($C_7H_5NO_3S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：乾燥物に換算したサッカリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に3.5 μm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填する.

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相A：リン酸水素二カリウム8.7 gを薄めたリン酸(1→1000)に溶かし，1000 mLとする.

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 7.0	90	10
7.0 ～ 8.0	90 → 5	10 → 95
8.0 ～ 10.0	5	95
10.0 ～ 10.1	5 → 90	95 → 10
10.1 ～ 15.0	90	10

流量：毎分1.0 mL (サッカリンの保持時間約7.3分)

システム適合性

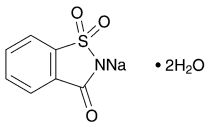
システムの性能：無水フタル酸25 mgを水／メタノール混液(1：1)に溶かし，25 mLとする．この液5 mLに標準原液5 mL及び水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，無水フタル酸，サッカリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．また，標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，サッカリンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，サッカリンのピーク面積の相対標準偏差は0.73%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

サッカリンナトリウム水和物

Saccharin Sodium Hydrate



$C_7H_4NNaO_3S \cdot 2H_2O$：241.20

2-Sodio-1,2-benzo[*d*]isothiazol-3(2*H*)-one 1,1-dioxide dihydrate

[*6155-57-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サッカリンナトリウム($C_7H_4NNaO_3S$：205.17) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくい．

本品は空気中で徐々に風解して約半量の結晶水を失う．

確認試験

（1）　本品を105℃で恒量になるまで乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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と同様に乾燥したサッカリンナトリウム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．

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品2.0 gを水に溶かし，10 mLとする．この液を検液として濁度試験法〈*2.61*〉により試験を行うとき，澄明であり，色の比較試験法〈*2.65*〉の第2法により試験を行うとき，その色は無色である．

（2）　酸又はアルカリ　本品1.0 gを水10 mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えるとき，液は無色である．これに0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1滴を加えるとき，液は赤色に変わる．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gを水40 mLに溶かし，希塩酸0.7 mL及び水を加えて50 mLとし，器壁をガラス棒でこすり，結晶が析出し始めたら1時間放置する．次に乾燥ろ紙を用いてろ過し，初めのろ液10 mLを除き，次のろ液25 mLに希酢酸2 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．比較液は鉛標準液1.0 mLに希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(10 ppm以下)．

（4）　安息香酸塩及びサリチル酸塩　本品0.5 gを水10 mLに溶かし，酢酸(31) 5滴及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，沈殿を生じない．また，液は赤紫色～紫色を呈しない．

（5）　*o*－トルエンスルホンアミド　本品10 gを水50 mLに溶かし，酢酸エチル30 mLずつで3回抽出する．酢酸エチル抽出液を合わせ，塩化ナトリウム溶液(1→4) 30 mLで洗い，無水硫酸ナトリウム5 gを加えて脱水した後，酢酸エチルを留去する．残留物に内標準溶液5 mLを正確に加えて溶かし，試料溶液とする．別に*o*－トルエンスルホンアミド0.10 gをとり，酢酸エチルに溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水浴上で蒸発乾固し，残留物に内標準溶液5 mLを正確に加えて溶かし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインの酢酸エチル溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm，長さ1 mのガラス管に，ガスクロマトグラフィー用コハク酸ジエチレングリコールポリエステルを180 ～ 250 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に3%の割合で被覆したものを充填する．

カラム温度：200℃付近の一定温度

注入口温度：225℃付近の一定温度

検出器温度：250℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：カフェインの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，*o*－トルエンスルホンアミドの順に流出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1 μL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高さに対する*o*－トルエンスルホンアミドのピーク高さの比の相対標準偏差は2.0%以下である．

（6）　硫酸呈色物〈*1.15*〉　本品0.20 gをとり，試験を行う．ただし，48 ～ 50℃で10分間放置する．液の色は色の比較液Aより濃くない．

水分〈*2.48*〉　15.0%以下(0.1 g，容量適定法，直接適定)．

定量法　本品約50 mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にサッカリンナトリウム標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に25 mLとし，標準原液とする．標準原液5 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のサッカリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

サッカリンナトリウム($C_7H_4NNaO_3S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：脱水物に換算したサッカリンナトリウム標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に3.5 μm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填する．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相A：リン酸水素二カリウム8.7 gを薄めたリン酸(1→1000)に溶かし，1000 mLとする．

移動相B：メタノール

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)			移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0	～	7.0	90	10
7.0	～	8.0	90 → 5	10 → 95
8.0	～	10.0	5	95
10.0	～	10.1	5 → 90	95 → 10
10.1	～	15.0	90	10

流量：毎分1.0 mL (サッカリンの保持時間約7.3分)

システム適合性

システムの性能：無水フタル酸25 mgを水／メタノール混液(1：1)に溶かし，25 mLとする．この液5 mLに標準原液5 mL及び水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，無水フタル酸，サッカリンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．また，標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，サッカリンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，サッカリンのピーク面積の相対標準偏差は0.73%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

サラシ粉

Chlorinated Lime

本品は定量するとき，有効塩素(Cl：35.45) 30.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，塩素ようのにおいがある.

本品に水を加えるとき，一部が溶け，液は赤色リトマス紙を青変し，次に徐々にこれを脱色する.

確認試験

（1）　本品に希塩酸を加えるとき，塩素臭のあるガスを発し，このガスは潤したヨウ化カリウムデンプン紙を青変する.

（2）　本品1 gに水10 mLを加えて振り混ぜ，ろ過した液はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する.

定量法　本品約5 gを精密に量り，乳鉢に入れ，水50 mLを加えてよくすり混ぜた後，水を用いて500 mLのメスフラスコに移し，水を加えて500 mLとする．よく振り混ぜ，直ちにその50 mLを正確にヨウ素瓶にとり，ヨウ化カリウム試液10 mL及び希塩酸10 mLを加え，遊離したヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3 mL)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL＝3.545 mg Cl

貯法

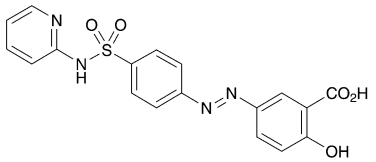
保存条件　遮光して，冷所に保存する.

容器　気密容器.

サラゾスルファピリジン

Salazosulfapyridine

スルファサラジン



$C_{18}H_{14}N_4O_5S$：398.39

2-Hydroxy-5-[4-(pyridin-2-ylsulfamoyl)phenylazo]benzoic acid

[*599-79-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サラゾスルファピリジン($C_{18}H_{14}N_4O_5S$) 96.0%以上を含む．

性状　本品は黄色～黄褐色の微細な粉末で，におい及び味はない．

本品はピリジンにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，水，クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：240 ～ 249℃(分解)．

確認試験

（1）　本品0.1 gを希水酸化ナトリウム試液20 mLに溶かした液は赤褐色を呈し，これに亜ジチオン酸ナトリウム0.5 gを振り混ぜながら徐々に加えるとき，液の赤褐色は徐々に退色する．この液を以下(2) ～ (4)の試験に用いる．

（2）　(1)で得た液1 mLをとり，水40 mLを加えた後，0.1 mol/L塩酸試液で中和し，更に水を加えて50 mLとし，この液5 mLに希塩化鉄(Ⅲ)試液2 ～ 3滴を加えるとき，液は赤色を呈し，希塩酸を滴加していくとき，液の色は初め紫色に変わり，次に退色する．

（3）　(1)で得た液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（4）　(1)で得た液1 mLにピリジン1 mL及び硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜ，次に水3 mL及びクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜた後，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する．

（5）　本品の希水酸化ナトリウム試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0 gをとり，水酸化ナトリウム試液12 mL及び水36 mLに溶かし，硝酸2 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25 mLをとり希硝酸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0.40 mLを加える(0.014%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0 gをとり，水酸化ナトリウム試液12 mL及び水36 mLに溶かし，塩酸2 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液25 mLをとり，希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする．これを検液として，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸1.0 mLを加える(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gを分解フラスコにとり，硝酸20 mLを加え，流動状態になるまで弱く加熱する．冷後，硫酸5 mLを加え，白煙が発生するまで加熱する．必要ならば，冷後，更に硝酸5 mLを加えて加熱する．この操作を液が無色～淡黄色となるまで繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液15 mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて25 mLとする．この液5 mL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：本品を用いないで同様に操作した後，この液5 mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2 mLを正確に加え，以下検液の試験と同様に操作する(10 ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.20 gをピリジン20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，ピリジンを加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に薄めたメタノール(9→10)を展開溶媒として約10 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．

（6）　サリチル酸　本品0.10 gをとり，ジエチルエーテル15 mLを加えて激しく振り混ぜ，これに希塩酸5 mLを加えて3分間激しく振り混ぜ，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過する．さらに水層にジエチルエーテル15 mLを加えて3分間激しく振り混ぜた後，ジエチルエーテル層を分取し，ろ過し，先のろ液と合わせる．ろ紙上の残留物をジエチルエーテル少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，室温で空気を送りながらジエチルエーテルを蒸発させる．残留物に希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて振り混ぜ，必要ならばろ過し，ろ紙上の残留物を希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液少量で洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約10 mgを精密に量り，希硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液に溶かし，正確に400 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長535 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，サリチル酸の量は0.5%以下である．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(%)$= M_S \times A_T / A_S \times 1/20$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約20 mgを精密に量り，薄めた過酸化水素(30) (1→40) 10 mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃

焼法〈*1.06*〉の硫黄の定量操作法により試験を行う．

0.005 mol/L過塩素酸バリウム液1 mL
　＝1.992 mg $C_{18}H_{14}N_4O_5S$

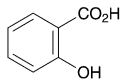
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

サリチル酸

Salicylic Acid



$C_7H_6O_3$：138.12

2-Hydroxybenzoic acid

[*69-72-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$) 99.5 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，僅かに酸味があり，刺激性である.

本品はエタノール(95)又はアセトンに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はサリチル酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(3)を呈する.

（2）　本品のエタノール(95)溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

融点〈*2.60*〉　158 ～ 161℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品5.0 gに水90 mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて100 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液30 mLをとり，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0.35 mLを加える(0.008%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)のろ液20 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0.40 mLを加える(0.019%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをアセトン25 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液4 mL，希酢酸2 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．比較液は鉛標準液2.0 mLにアセトン25 mL，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(10 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.50 gを移動相に溶かして正確に100 mLとし，試料溶液とする．別にフェノール10 mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25 mg及びパラオキシ安息香酸50 mgをそれぞれ正確にとり移動相に溶かして正確に100 mLとする．この液1 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のサリチル酸及び上記以外のピークの面積は標準溶液の4－ヒドロキシイソフタル酸のピーク面積より大きくなく，試料溶液のサリチル酸以外のピークの合計面積は，標準溶液のパラオキシ安息香酸のピーク面積の2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／酢酸(100)混液(60：40：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約17分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サリチル酸の保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積が，標準溶液のパラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の14 ～ 26%になることを確認する.

システムの性能：フェノール10 mg，4－ヒドロキシイソフタル酸25 mg及びパラオキシ安息香酸50 mgを移動相100 mLに溶かす．この液1 mLを量り，移動相を加えて10 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールの順に溶出し，4－ヒドロキシイソフタル酸とフェノールの分離度は4以上である.

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パラオキシ安息香酸，4－ヒドロキシイソフタル酸及びフェノールのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2 g，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%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25 mLに溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉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＝13.81 mg $C_7H_6O_3$

貯法　容器　密閉容器.

サリチル酸精

Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12) 2.7 ～ 3.3 w/v%を含む.

製法

サリチル酸	30 g
グリセリン	50 mL
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する.

性状　本品は無色澄明の液である.

比重　d_{20}^{20}：約0.86

確認試験　定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長520 ～ 535 nmに吸収の極大を示す(サリチル酸).

アルコール数〈*1.01*〉　8.8以上(第2法).

定量法　本品10 mLを正確に量り，エタノール(95) 10 mL及び水を加えて正確に100 mLとする．この液3 mLを正確に量り，pH 2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.3 gを精密に量り，エタノール(95) 10 mL及び水に溶かし，正確に100 mLとする．この液3 mLを正確に量り，pH 2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 mLずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200) 5 mLを正確に加え，更にpH 2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に25 mLとする．これらの液につき，水を用いて同様に操作した液を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長530 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器.

複方サリチル酸精

Compound Salicylic Acid Spirit

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12) 1.8 ～ 2.2 w/v%及びフェノール(C_6H_6O：94.11) 0.43 ～ 0.53 w/v%を含む．

製法

サリチル酸	20 g
液状フェノール	5 mL
グリセリン	40 mL
エタノール	800 mL
常水，精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状　本品は無色～淡赤色澄明の液である．

比重　d_{20}^{20}：約0.88

確認試験

（1）　本品1 mLにpH 2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて200 mLとする．この液5 mLに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200) 5 mLを加えるとき，液は赤紫色を呈する(サリチル酸)．

（2）　本品1 mLに水20 mL及び希塩酸5 mLを加え，ジエチルエーテル20 mLで抽出し，ジエチルエーテル抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5 mLずつで2回洗った後，希水酸化ナトリウム試液10 mLで抽出する．抽出液1 mLに亜硝酸ナトリウム試液1 mL及び希塩酸1 mLを加えて振り混ぜ，10分間放置する．次に水酸化ナトリウム試液3 mLを加えるとき，液は黄色を呈する(フェノール)．

（3）　本品0.5 mLに希塩酸5 mLを加え，クロロホルム5 mLで抽出し，試料溶液(1)とする．また，本品2 mLに希塩酸5 mLを加え，クロロホルム5 mLで抽出し，抽出液を炭酸水素ナトリウム試液5 mLずつで2回洗い，試料溶液(2)とする．別にサリチル酸及びフェノール0.01 gずつをそれぞれクロロホルム5 mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 5 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10 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(1)及び標準溶液(1)から得たスポットのR_f値は等しく，試料溶液(2)及び標準溶液(2)から得たスポットのR_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液(1)から得たスポットは，紫色を呈する．

アルコール数〈*1.01*〉　7.5以上(第2法)．

定量法　本品2 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.2 g及び定量用フェノール約50 mgを精密に量り，薄めたメタノール(1→2)に溶かし，正確に100 mLとする．この液20 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更に薄めたメタノール(1→2)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液15 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するサリチル酸及びフェノールのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_{Sa} \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/5$

フェノール(C_6H_6O)の量(mg)＝$M_{Sb} \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/5$

M_{Sa}：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

M_{Sb}：定量用フェノールの秤取量(mg)

内標準溶液　テオフィリンのメタノール溶液(1→1250)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径約4 mm，長さ25 ～ 30 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：室温

移動相：pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：サリチル酸の保持時間が約6分になるように調整する．

カラムの選定：安息香酸0.2 g，サリチル酸0.2 g及びテオフィリン0.05 gを薄めたメタノール(1→2) 100 mLに溶かす．この液10 mLに薄めたメタノール(1→2) 90 mLを加える．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，安息香酸，サリチル酸，テオフィリンの順に溶出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．

貯法　容器　気密容器．

サリチル酸絆創膏

Salicylic Acid Adhesive Plaster

製法

サリチル酸，細末	500 g
絆創膏基剤	適量
全量	1000 g

　以上をとり，精選したゴム，樹脂類，酸化亜鉛及びその他の物質を練り合わせ，粘着性物質とし，布に均等に延べて製する．

性状　本品の膏面は類白色で，皮膚によく付着する．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

サリチル・ミョウバン散

Salicylated Alum Powder

本品は定量するとき，サリチル酸($C_7H_6O_3$：138.12) 2.7 ～ 3.3%を含む．

製法

サリチル酸，細末	30 g
乾燥硫酸アルミニウムカリウム，微末	640 g
タルク，微末	適量
全量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は白色の粉末である．

確認試験

（1）　定量法で得た呈色液は赤紫色を呈する．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長520 ～ 535 nmに吸収の極大を示す(サリチル酸).

（2）　本品0.3 gにメタノール5 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にサリチル酸0.01 gをメタノール5 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／アセトン／酢酸(100)混液(45：5：1)を展開溶媒として約10 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_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

定量法　本品約0.33 gを精密に量り，エタノール(95) 80 mLを加えてよく振り混ぜた後，更にエタノール(95)を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用サリチル酸をデシケーター(シリカゲル)で3時間乾燥し，その約0.1 gを精密に量り，エタノール(95)に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，エタノール(95)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10 mLずつを正確に量り，それぞれに硝酸鉄(Ⅲ)九水和物溶液(1→200) 5 mLを正確に加え，更にpH 2.0の塩酸・塩化カリウム緩衝液を加えて正確に25 mLとする．これらの液につき，エタノール(95) 10 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長530 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

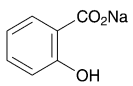
サリチル酸($C_7H_6O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：定量用サリチル酸の秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器.

サリチル酸ナトリウム

Sodium Salicylate



$C_7H_5NaO_3$：160.10

Monosodium 2-hydroxybenzoate

[*54-21-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サリチル酸ナトリウム($C_7H_5NaO_3$) 99.5%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．

本品は水に極めて溶けやすく，酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（2）　本品の水溶液(1→20)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは6.0 ～ 8.0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，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420 nmにおける吸光度は0.02以下である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5 gを水15 mLに溶かし，希硝酸6 mL及びエタノール(95)を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.01 mol/L塩酸0.30 mLにエタノール(95) 28 mL，希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.021%以下)．

（3）　硫酸塩　本品0.25 gを水5 mLに溶かし，塩化バリウム試液0.5 mLを加えるとき，液は変化しない．

（4）　亜硫酸塩又はチオ硫酸塩　本品1.0 gを水20 mLに溶かし，塩酸1 mLを加えてろ過し，ろ液に0.05 mol/Lヨウ素液0.15 mLを加えるとき，液の色は黄色である．

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gを分解フラスコにとり，硝酸5 mL及び硫酸2 mLを加え，白煙が生じるまで注意して加熱する．冷後，硝酸2 mLを加えて加熱し，冷後，更に過酸化水素(30) 2 mLを加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．必要ならば硝酸及び過酸化水素(30)を加えて加熱する操作を繰り返す．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2 mLを加え，再び白煙が生じるまで加熱する．冷後，水を加えて5 mLとする．これを検液とし，試験を行う(2 ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，2時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.3 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝16.01 mg $C_7H_5NaO_3$

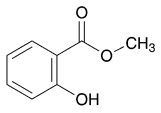
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

サリチル酸メチル

Methyl Salicylate



$C_8H_8O_3$：152.15

Methyl 2-hydroxybenzoate

[*119-36-8*]

本品は定量するとき，サリチル酸メチル($C_8H_8O_3$) 98.0%以上を含む.

性状　本品は無色～微黄色の液で，強い特異なにおいがある.

本品はエタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する.

本品は水に極めて溶けにくい.

比重　d_{20}^{20}：1.182 ～ 1.192

沸点：219 ～ 224℃

確認試験　本品1滴に水5 mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する.

純度試験

（1）　酸　本品5.0 mLに新たに煮沸して冷却した水25 mL及び0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1.0 mLを加え，1分間よく振り混ぜた後，フェノールレッド試液2滴を加え，液の赤色が消えるまで0.1 mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉するとき，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量は0.45 mL以下である.

（2）　重金属　本品10.0 mLに水10 mLを加えてよく振り混ぜた後，塩酸1滴を加え，硫化水素を通じて飽和するとき，油層及び水層は暗色を呈しない.

定量法　本品約2 gを精密に量り，0.5 mol/L水酸化カリウム・エタノール液50 mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で2時間加熱し，冷後，過量の水酸化カリウムを0.5 mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う.

0.5 mol/L水酸化カリウム・エタノール液1 mL

＝76.08 mg $C_8H_8O_3$

貯法　容器　気密容器.

複方サリチル酸メチル精

Compound Methyl Salicylate Spirit

製法

サリチル酸メチル	40 mL
トウガラシチンキ	100 mL
d－又は*dl*－カンフル	50 g
エタノール	適量
全量	1000 mL

以上をとり，酒精剤の製法により製する．

性状　本品は帯赤黄色の液で，特異なにおいがあり，味はやくようである．

確認試験

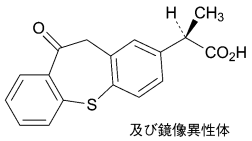
（1）　本品1 mLに希メタノール5 mLを加えて振り混ぜた後，塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は紫色を呈する(サリチル酸メチル)．

（2）　本品1 mLにクロロホルム10 mLを加えてよく振り混ぜ，試料溶液とする．別にサリチル酸メチル0.04 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にヘキサン／クロロホルム混液(4：1)を展開溶媒として約10 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_f値は等しい．また，この薄層板に塩化鉄(Ⅲ)試液を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，紫色を呈する．

貯法　容器　気密容器．

ザルトプロフェン

Zaltoprofen



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{14}O_3S$：298.36

(2*RS*)-2-(10-Oxo-10,11-dihydrodibenzo[*b*, *f*]thiepin-2-yl)propanoic acid

[*74711-43-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$) 99.0 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はアセトンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に分解する．

本品のアセトン溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品0.2 gに水酸化ナトリウム0.5 gを加え，徐々に加熱して融解し，炭化する．冷後，薄めた塩酸(1→2) 5 mLを加えるとき，発生するガスは潤した酢酸鉛(Ⅱ)紙を黒変する．

（2）　本品のエタノール(99.5)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

融点〈*2.60*〉　135 ～ 139℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(2→25)を用いる(2 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のザルトプロフェンのピーク及びザルトプロフェンに対する相対保持時間約0.7のピーク以外のピークの面積は，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分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ザルトプロフェンの保持時間の約15倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たザルトプロフェンのピーク面積が，標準溶液のザルトプロフェンのピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

システムの性能：本品25 mg及び安息香酸イソプロピル50 mgをエタノール(99.5) 100 mLに溶かす．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，安息香酸イソプロピルの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ザルトプロフェンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%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，メタノール50 mLに溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉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水酸化ナトリウム液1 mL＝29.84 mg $C_{17}H_{14}O_3S$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ザルトプロフェン錠

Zaltoprofen Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$：298.36)を含む．

製法　本品は「ザルトプロフェン」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，「ザルトプロフェン」80 mgに対応する量をとり，エタノール(99.5) 30 mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液1 mLにエタノール(99.5)を加えて20 mLとする．この液2 mLにエタノール(99.5)を加えて25 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長227 ～ 231 nm及び329 ～ 333 nmに吸収の極大を示し，波長238 ～ 248 nmに吸収の肩を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，水4 mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，1 mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約4 mgを含む液となるようにエタノール(95)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約44 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約22 mgを精密に量り，エタノール(99.5) 20 mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長340 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)
C：1錠中のザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の表示量(mg)

定量法　本品10個をとり，水40 mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にエタノール(95)を加えてよく振り混ぜた後，エタノール(95)を加えて正確に200 mLとする．この液を遠心分離し，ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)約8 mgに対応する容量の上澄液を正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，エタノール(95)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ザルトプロフェンを105℃で4時間乾燥し，その約80 mgを精密に量り，水4 mLを加えた後，エタノール(95)に溶かし正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，エタノール(95)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5 μL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ザルトプロフェンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ザルトプロフェン($C_{17}H_{14}O_3S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 10$

M_S：定量用ザルトプロフェンの秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸ベンジルのアセトニトリル溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／水／酢酸(100)混液(300：200：1)

流量：ザルトプロフェンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

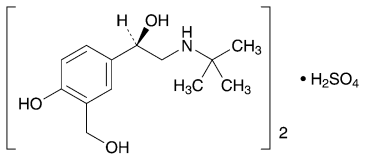
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ザルトプロフェン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するザルトプロフェンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルブタモール硫酸塩

Salbutamol Sulfate



及び鏡像異性体

$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$：576.70

(1*RS*)-2-(1,1-Dimethylethyl)amino-1-(4-hydroxy-3-hydroxymethylphenyl)ethanol hemisulfate

[*51022-70-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サルブタモール硫酸塩[$(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$] 98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

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．

確認試験

（1）　本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→12500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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．

（3）　本品の水溶液(1→20)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

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）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（3）　類縁物質　本品20 mgを水10 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100 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ィー〈*2.03*〉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．次に酢酸エチル／2－プロパノール／水／アンモニア水(28)混液(25：15：8：2)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをジエチルアミンの蒸気で飽和した密閉容器中に5分間放置した後，噴霧用4－ニトロベンゼンジアゾニウム塩酸塩試液を均等に噴霧するとき，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．

（4）　ホウ素　本品50 mg及びホウ素標準液5.0 mLをとり，それぞれを白金るつぼに入れ，炭酸カリウム・炭酸ナトリウム試液5 mLを加え，水浴上で蒸発乾固した後，120℃で1時間乾燥し，直ちに強熱灰化する．冷後，残留物に水0.5 mL及びクルクミン試液3 mLを加え，水浴上で5分間穏やかに加温する．冷後，酢酸(100)・硫酸試液3 mLを加えて混和し，30分間放置した後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液を試料溶液及び標準溶液とする．これらの液につき，エタノール(95)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長555 nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧・0.67 kPa以下，100℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

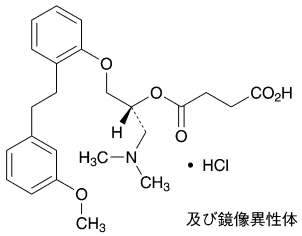
定量法　本品を乾燥し，その約0.9 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液3滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青色を経て青緑色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝57.67 mg $(C_{13}H_{21}NO_3)_2 \cdot H_2SO_4$

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩

Sarpogrelate Hydrochloride



及び鏡像異性体

$C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97

(2*RS*)-1-Dimethylamino-3-{2-[2-(3-methoxyphenyl)ethyl]phenoxy}propan-2-yl hydrogen succinate monohydrochloride

[*135159-51-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl) 98.5 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける．

本品の水溶液(1→100)は旋光性を示さない．

本品は結晶多形が認められる．

確認試験

（1）　本品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はサルポグレラート塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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又はサルポグレラート塩酸塩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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品を，又は本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品のそれぞれをアセトンで加熱懸濁し，結晶をろ取し，50℃で1時間乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

（3）　本品0.3 gに水酸化ナトリウム試液6 mLを加え，よく振り混ぜた後，10分間放置する．この液をろ過し，ろ液1 mLに希硝酸1 mLを加えた液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品20 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／5より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のサルポグレラート以外のピークの合計面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／2より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本品50 mgを水20 mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1 mLに水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mLを加える．この液にサルポグレラート塩酸塩原液1 mLを加えた後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.1 g，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品及びサルポグレラート塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液2.5 mLずつを正確に加え，移動相を加えて溶かし，50 mLとする．この液5 mLずつを量り，移動相を加えて50 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10 μL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サルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶

液(3→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：272 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／トリフルオロ酢酸混液(1300：700：1)

流量：サルポグレラートの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

サルポグレラート塩酸塩錠

Sarpogrelate Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」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，「サルポグレラート塩酸塩」50 mgに対応する量をとり，0.01 mol/L塩酸試液10 mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5 mLを量り，0.01 mol/L塩酸試液を加えて50 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269 ～ 273 nm及び274 ～ 278 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後12時間以内に行う．本品を粉末とし，「サルポグレラート塩酸塩」0.10 gに対応する量をとり，移動相50 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50 mgを水20 mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1 mLに水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1 mLを加えた後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，内標準溶液V／10 mLを正確に加え，錠剤を崩壊させる．移動相4V／5 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1 mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1 mgを含む液となるように移動相を加えてV mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを量り，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約55.6 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．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り，水に溶かし，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50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長270 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)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．サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25 gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25 mLを正確に加え，更に移動相約200 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250 mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを量り，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品

(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更に移動相を加えて50 mLとする．この液5 mLを量り，移動相を加えて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サルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

サルポグレラート塩酸塩細粒

Sarpogrelate Hydrochloride Fine Granules

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl：465.97)を含む．

製法　本品は「サルポグレラート塩酸塩」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の「サルポグレラート塩酸塩」50 mgに対応する量をとり，0.01 mol/L塩酸試液10 mLを加え，室温で10分間放置した後，0.01 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとし，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を遠心分離し，上澄液5 mLを量り，0.01 mol/L塩酸試液を加えて50 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長269 ～ 273 nm及び274 ～ 278 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は，試料溶液調製後3時間以内に行う．本品を粉末とし，「サルポグレラート塩酸塩」0.10 gに対応する量をとり，移動相50 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のサルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の2.5倍より大きくなく，試料溶液のサルポグレラート及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の1／10より大きくない．ただし，サルポグレラートに対する相対保持時間約0.82の分解物Aのピーク面積は，自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からサルポグレラートの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たサルポグレラートのピーク面積が，標準溶液のサルポグレラートのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：サルポグレラート塩酸塩50 mgを水20 mLに溶かし，サルポグレラート塩酸塩原液とする．この液1 mLに水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，よく振り混ぜて10分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mLを加える．この液に，サルポグレラート塩酸塩原液1 mLを加えた後，移動相を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，分解物A，サルポグレラートの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，サルポグレラートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，内標準溶液 V／10 mLを正確に加え，更に移動相4 V／5 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させた後，1 mL中にサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約1 mgを含む液となるように移動相を加えて V mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを量り，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約50 mgに対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り，水に溶かし，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50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長270 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 180$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中のサルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の表示量(mg)

定量法　本品を粉末とし，サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)約0.25 gに対応する量を精密に量り，内標準溶液25 mLを正確に加えた後，移動相200 mLを加え，超音波処理により粒子を小さく分散させる．この液に移動相を加えて250 mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを量り，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にサルポグレラート塩酸塩標準品(別途「サルポグレラート塩酸塩」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgを精密に

量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 mLとする．この液5 mLを量り，移動相を加えて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サルポグレラートのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

サルポグレラート塩酸塩($C_{24}H_{31}NO_6$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：脱水物に換算したサルポグレラート塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

「サルポグレラート塩酸塩」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，サルポグレラート，内標準物質の順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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サルポグレラートのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

酸化亜鉛

Zinc Oxide

亜鉛華

ZnO：81.38

本品を強熱したものは定量するとき，酸化亜鉛(ZnO) 99.0%以上を含む.

性状 本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(95)，酢酸(100)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は空気中で徐々に二酸化炭素を吸収する.

確認試験

（1） 本品は強熱するとき，黄色となり，冷えると色はもとに戻る.

（2） 本品の希塩酸溶液(1→10)は亜鉛塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 炭酸塩及び溶状 本品2.0 gに水10 mLを加えて振り混ぜ，希硫酸30 mLを加え，水浴上でかき混ぜながら加熱するとき，泡立たない．また，この液は無色澄明である.

（2） アルカリ 本品1.0 gに水10 mLを加え，2分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G3)を用いてろ過し，ろ液にフェノールフタレイン試液2滴及び0.1 mol/L塩酸0.20 mLを加えるとき，液は無色である.

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.5 gに水40 mLを加え，振り混ぜてろ過し，ろ液20 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0.50 mLを加える(0.096%以下).

（4） 鉄 本品1.0 gをとり，薄めた塩酸(1→2) 50 mLに溶かし，更にペルオキソ二硫酸アンモニウム0.1 gを加えて溶かし，4－メチル－2－ペンタノン20 mLで抽出する．次に4－メチル－2－ペンタノン層に鉄試験用pH 4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液30 mLを加えて再び抽出し，鉄試験用pH 4.5の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液層を検液とする．別に鉄標準液1.0 mLをとり，同様に操作し，比較液とする．検液及び比較液にL－アスコルビン酸溶液(1→100) 2 mLを加えて混和し，30分間放置後，2,2′－ビピリジルのエタノール(95)溶液(1→200) 5 mL及び水を加えて50 mLとし，30分間放置後，白色の背景を用いて液の色を比較するとき，検液の呈する色は，比較液の呈する色より濃くない(10 ppm以下).

（5） 鉛 本品2.0 gに水20 mLを加え，かき混ぜながら酢酸(100) 5 mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，クロム酸カリウム試液5滴を加えるとき，液は混濁しない.

（6） ヒ素〈*1.11*〉 本品0.5 gを希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4 ppm以下).

強熱減量〈*2.43*〉 1.0%以下(1 g，850℃，1時間).

定量法 本品を850℃で1時間強熱し，その約0.8 gを精密に量り，水2 mL及び塩酸3 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水80 mLを加え，水酸化ナトリウム溶液(1→50)を僅かに沈殿を生じるまで加え，次にpH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5 mLを加えた後，0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04 g).

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL

＝4.069 mg ZnO

貯法 容器 気密容器.

酸化カルシウム

Calcium Oxide

CaO：56.08

　本品を強熱したものは定量するとき，酸化カルシウム(CaO) 98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の堅い塊で，粉末を含み，においはない.

　本品は熱湯に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない.

　本品1 gは水2500 mLにほとんど溶ける.

　本品は空気中で徐々に湿気及び二酸化炭素を吸収する.

確認試験

（1）　本品を水で潤すとき，発熱して白色の粉末となり，これを約5倍量の水と混ぜたものはアルカリ性を呈する.

（2）　本品1 gに水20 mLを混ぜ，酢酸(31)を滴加して溶かした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5.0 gに水少量を加えて崩壊し，水100 mLを加えてかき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1 mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は10.0 mg以下である.

（2）　炭酸塩　本品1.0 gに水少量を加えて崩壊し，水50 mLとよく混ぜ，しばらく放置し，上層の乳状液の大部分を傾斜して除き，残留物に過量の希塩酸を加えるとき，著しく泡立たない.

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0 gに水75 mLを混ぜ，塩酸を滴加して溶かし，更に塩酸1 mLを追加する．1 ～ 2分間煮沸し，アンモニア試液で中和し，これに過量の熱シュウ酸アンモニウム試液を滴加した後，水浴上で2時間加熱する．冷後，水を加えて200 mLとし，よく混ぜてろ過する．ろ液50 mLを量り，硫酸0.5 mLを加えて蒸発乾固し，残留物を600℃で恒量になるまで強熱するとき，その量は15 mg以下である.

強熱減量〈*2.43*〉　10.0%以下(1 g，900℃，恒量).

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，デシケーター(シリカゲル)で放冷し，その約0.7 gを精密に量り，水50 mL及び薄めた塩酸(1→3) 8 mLを加え，加熱して溶かし，冷後，水を加えて正確に250 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水50 mL及び8 mol/L水酸化カリウム試液2 mLを加え，更にNN指示薬0.1 gを加えた後，0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

　0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
　1 mL
　　＝1.122 mg CaO

貯法　容器　気密容器.

酸化チタン

Titanium Oxide

TiO_2：79.87

本品を乾燥したものは定量するとき，酸化チタン(TiO_2) 98.5%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は熱硫酸又はフッ化水素酸に溶けるが，塩酸，硝酸又は希硫酸に溶けない.

本品は硫酸水素カリウム，水酸化カリウム又は炭酸カリウムを加え，加熱して融解するとき，可溶性塩に変わる.

本品1 gに水10 mLを加え，振り混ぜた液は中性である.

確認試験　本品0.5 gに硫酸5 mLを加え，白煙を発するまで加熱し，冷後，注意して水を加えて100 mLとし，ろ過する．ろ液5 mLに過酸化水素試液2 ～ 3滴を加えるとき，液は黄赤色を呈する.

純度試験

(1)　鉛　本品1.0 gを白金るつぼにとり，硫酸水素カリウム10.0 gを加え，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強く加熱し，時々揺り動かしながら内容物が融解して澄明な液となるまで強熱する．冷後，クエン酸水素二アンモニウム溶液(9→20) 30 mL及び水50 mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，冷後，水を加えて100 mLとし，試料原液とする．試料原液25 mLを分液漏斗に入れ，硫酸アンモニウム溶液(2→5) 10 mL及びチモールブルー試液5滴を加え，アンモニア試液で中和し，更にアンモニア試液2.5 mLを加えた後，この液にジチゾンの酢酸*n*－ブチル溶液(1→500) 20 mLを正確に加え，10分間振り混ぜて得た酢酸*n*－ブチル溶液を試料溶液とする．別に鉛標準液6.0 mLを白金るつぼにとり，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行うとき，試料溶液の吸光度は標準溶液の吸光度以下である(60 ppm以下).

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン又は水素

支燃性ガス　空気

ランプ：鉛中空陰極ランプ

波長：283.3 nm

(2)　ヒ素〈1.11〉　(1)の試料原液20 mL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：本品を用いないで同様に操作した後，この液20 mLを発生瓶に入れ，ヒ素標準液2.0 mLを加え，以下検液と同様に操作する(10 ppm以下).

(3)　水可溶物　本品4.0 gに水50 mLを加え，よく振り混ぜて一夜放置する．次に塩化アンモニウム試液2 mLを加えてよく振り混ぜ，必要ならば更に塩化アンモニウム試液2 mLを加え，酸化チタンが沈着した後，水を加えて200 mLとし，よく振り混ぜ，二重ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液10 mLを除き，澄明なろ液100 mLをとり，水浴上で蒸発した後，800℃で恒量になるまで強熱するとき，残留物の量は5.0 mg以下である.

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，るつぼに入れ，二硫酸カリウム3 gを加え，蓋をし，初めは弱く，次に徐々に温度を上げ，内容物が融解した状態で30分間加熱し，更に高温で融解物が濃い黄赤色のほとんど澄明な液となる程度に30分間加熱する．冷後，るつぼの内容物を250 mLのビーカーに移し，更に水75 mL及び硫酸2.5 mLの混液で洗い込み，水浴上でほとんど澄明になるまで加熱する．これにL－酒石酸2 gを加えて溶かし，ブロモチモールブルー試液2 ～ 3滴を加え，アンモニア試液で中和し，薄めた硫酸(1→2) 1 ～ 2 mLを加えて酸性とし，硫化水素を十分に通じる．次にアンモニア試液30 mLを加え，再び硫化水素を通じて飽和した後，10分間放置してろ過する．ろ紙上の沈殿を硫化アンモニウム試液2.5 mLを含むL－酒石酸アンモニウム溶液(1→100) 25 mLずつで10回洗う．ろ過及び洗浄のときにはろ紙を液で満たして硫化鉄(Ⅱ)の酸化を防ぐ．ろ液及び洗液を合わせ，薄めた硫酸(1→2) 40 mLを加え，煮沸して硫化水素を除き，冷後，水を加えて400 mLとする．これにクペロン試液40 mLをかき混ぜながら徐々に加え，放置して黄色の沈殿が沈着した後，更に白色の沈殿が生じるまでクペロン試液を加える．沈殿を軽く吸引しながら定量分析用ろ紙でろ過し，薄めた塩酸(1→10)で20回洗い，最後はやや強く吸引して水分を除く．沈殿をろ紙とともに70℃で乾燥し，質量既知のるつぼに入れ，初めは極めて弱く，煙を発しなくなればしだいに強く加熱し，900 ～ 950℃で恒量になるまで強熱し，冷後，質量を量り，酸化チタン(TiO_2)の量とする.

貯法　容器　密閉容器.

酸化マグネシウム

Magnesium Oxide

MgO：40.30

本品を強熱したものは定量するとき，酸化マグネシウム(MgO) 96.0%以上を含む．

本品の5 gの容積が30 mL以下のものは別名として重質酸化マグネシウムと表示することができる．

性状　本品は白色の粉末又は粒で，においはない．

本品は水，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．

本品は希塩酸に溶ける．

本品は空気中で湿気及び二酸化炭素を吸収する．

確認試験　本品の希塩酸溶液(1→50)はマグネシウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　アルカリ及び可溶性塩　本品2.0 gをビーカーにとり，水100 mLを加え，時計皿で覆い，水浴上で5分間加熱した後，直ちにろ過し，冷後，ろ液50 mLをとり，メチルレッド試液2滴及び0.05 mol/L硫酸2.0 mLを加えるとき，液の色は赤色である．また，ろ液25 mLを蒸発乾固し，残留物を105℃で1時間乾燥するとき，その量は10 mg以下である．

（2）　炭酸塩　本品0.10 gに水5 mLを加えて煮沸し，冷後，酢酸(31) 5 mLを加えるとき，ほとんど泡立たない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gを希塩酸20 mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水35 mLに溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2 mLを加え，必要ならばろ過し，ろ紙を水で洗い，洗液をろ液に合わせ，更に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸20 mLにフェノールフタレイン試液1滴を加え，アンモニア試液を用いて中和した後，希酢酸2 mL，鉛標準液4.0 mL及び水を加えて50 mLとする(40 ppm以下)．

（4）　鉄〈*1.10*〉　本品40 mgをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液2.0 mLを加える(500 ppm以下)．

（5）　酸化カルシウム　本品を強熱し，その約0.25 gを精密に量り，希塩酸6 mLを加え，加熱して溶かす．冷後，水300 mL及びL－酒石酸溶液(1→5) 3 mLを加え，更に2,2′,2″－ニトリロトリエタノール溶液(3→10) 10 mL，8 mol/L水酸化カリウム試液10 mLを加え，5分間放置した後，0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：NN指示薬0.1 g)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が青色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝0.5608 mg CaO

酸化カルシウム(CaO：56.08)の量は1.5%以下である．

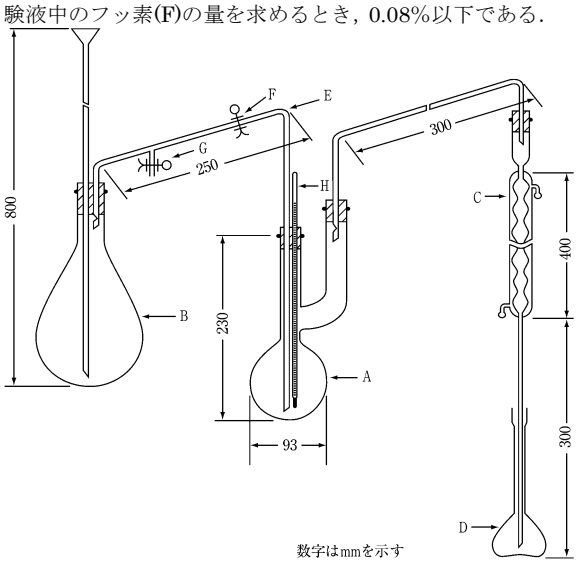
（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20 gを希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10 ppm以下)．

（7）　酸不溶物　本品2.0 gに水75 mLを加え，振り混ぜながら塩酸12 mLを滴加し，5分間煮沸する．不溶物を定量分析用ろ紙を用いてろ取し，洗液に硝酸銀試液を加えても混濁を生じなくなるまで水で洗い，残留物をろ紙と共に強熱して灰化するとき，その量は2.0 mg以下である．

（8）　フッ化物

(i)　装置　図に示すものを用いる．総硬質ガラス製で，接続部はすり合わせにしてもよい．

(ii)　操作法　本品5.0 gをとり，水20 mLを用いて蒸留フラスコAに洗い込み，ガラスウール約1 g及び薄めた精製硫酸(1→2) 50 mLを加える．Aをあらかじめ水蒸気導入管Eに水蒸気を通じて洗った蒸留装置に連絡する．受器Dには，0.01 mol/L水酸化ナトリウム液10 mL及び水10 mLを入れ，冷却器Cの下端をこの液に浸す．Aを徐々に加熱して液の温度が130℃になったとき，ゴム管Fを開いてゴム管Gを閉じ，水を激しく沸騰させた水蒸気発生器Bから水蒸気を通じる．同時にA中の液の温度を135 ～ 145℃に保つようにAを加熱する．蒸留速度は1分間約10 mLとする．留液が約170 mLになったとき，蒸留を止め，Cの少量を水で洗い，洗液を留液に合わせ，水を加えて正確に200 mLとし，これを試験液とする．以下酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉のフッ素の定量操作法により試験を行う．ただし，補正液は調製しない．次式により試験液中のフッ素(F)の量を求めるとき，0.08%以下である．



数字はmmを示す

A：容量約300 mLの蒸留フラスコ
B：容量約100 mLの水蒸気発生器
　突沸を避けるために沸騰石を入れる．
C：冷却器
D：受器　容量200 mLのメスフラスコ
E：内径約8 mmの水蒸気導入管
F，G：ピンチコック付きゴム管
H：温度計

試験液中のフッ素(F：19.00)の量(mg)
＝標準液5 mL中のフッ素の量(mg) × A_T／A_S × 200／V

強熱減量〈*2.43*〉　10%以下(0.25 g，900℃，恒量)．

定量法　本品を900℃で恒量になるまで強熱し，その約0.2 gを精密に量り，水10 mL及び希塩酸4.0 mLを加えて溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液25 mLを正確に量

り，水50 mL及びpH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液5 mLを加え，0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：エリオクロムブラックT・塩化ナトリウム指示薬0.04 g)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

この0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の消費量から純度試験(5)で得た酸化カルシウム(CaO)に対応する0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液の量を差し引く．

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝2.015 mg MgO

酸化カルシウム(CaO) 1 mg
＝0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液0.36 mL

貯法　容器　気密容器.

三酸化二ヒ素

Arsenic Trioxide

As_2O_3：197.84

本品を乾燥したものは定量するとき，三酸化二ヒ素(As_2O_3) 99.5%以上を含む．

性状　本品は白色の粉末で，においはない．

本品は水，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．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験　本品0.2 gに水40 mLを加え，水浴上で加熱して溶かした液は亜ヒ酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　溶状　本品1.0 gをアンモニア試液10 mLに弱く加熱して溶かすとき，液は澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.15 gを精密に量り，水酸化ナトリウム溶液(1→25) 20 mLを加え，必要ならば加温して溶かす．水40 mL及びメチルオレンジ試液2滴を加え，液が淡赤色になるまで希塩酸を加えた後，炭酸水素ナトリウム2 g，水50 mLを加え，0.05 mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液3 mL)．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝4.946 mg As_2O_3

貯法　容器　気密容器．

酸素

Oxygen

O_2：32.00

本品は空気液化分離法により製造された酸素である．

本品は定量するとき，酸素(O_2) 99.5 vol%以上を含む．

性状　本品は大気圧下において無色のガスで，においはない．

本品1 mLは温度20℃，気圧101.3 kPaで水32 mL又はエタノール(95) 7 mLに溶ける．

本品1000 mLは温度0℃，気圧101.3 kPaで1.429 gである．

確認試験

本品及び酸素1 mLずつを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，それぞれガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．これらのガスにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行うとき，本品から得た主ピーク及び酸素から得たピークの保持時間は等しい．

試験条件

純度試験の試験条件を準用する．

純度試験　窒素　本品1.0 mLを，減圧弁を取り付けた耐圧密封容器から直接ポリ塩化ビニル製導入管を用いて，ガスクロマトグラフィー用ガス計量管又はシリンジ中に採取する．このものにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，窒素のピーク面積A_Tを求める．別に混合ガス調製器に窒素0.50 mLを採取し，キャリヤーガスを加えて全量を正確に100 mLとし，よく混合して標準混合ガスとする．その1.0 mLにつき，本品と同様に操作し，窒素のピーク面積A_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない．

試験条件

検出器：熱伝導度検出器

カラム：内径3 mm，長さ3 mの管に250 ～ 355 μmのガスクロマトグラフィー用ゼオライト(孔径0.5 nm)を充填する．

カラム温度：50℃付近の一定温度

キャリヤーガス：水素又はヘリウム

流量：窒素の保持時間が約5分になるように調整する．

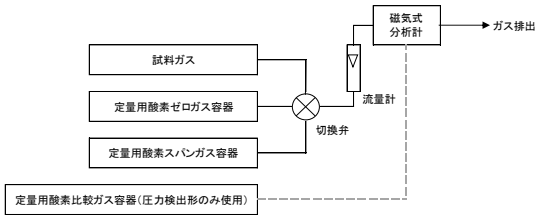
システム適合性

システムの性能：混合ガス調製器に窒素0.5 mLを採取し，本品を加えて100 mLとし，よく混合する．その1.0 mLにつき，上記の条件で操作するとき，酸素，窒素の順に流出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準混合ガス1.0 mLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，窒素のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　磁気式分析法によるものとする．

(i)　装置　定量用酸素ゼロガス，定量用酸素スパンガスが，試料ガス導入系統と切換え弁を介して個別に装置に導入される．磁気力方式圧力検出形の装置は上記ガスに加えて定量用酸素比較ガスの導入系統も付随している．各ガスは，装置への導入に当たって流量計，圧力計により装置で規定された流量に制御して導入される．



(ii)　操作法　装置に定量用酸素ゼロガスを設定流量で導入し，指示安定後，ゼロ調整を行う．次に定量用酸素スパンガスを設定流量で導入し，指示安定後，スパン調整を行う．調整後の両指示値が当該装置の仕様の範囲内にあることを確認し，装置の適切性を確認する．各校正ガスの導入を止め，試料ガスを設定流量で導入し，指示V(vol%)を読み取る．

$$\text{酸素の量(vol\%)} = V\text{(vol\%)}$$

なお，装置を定期的な校正により管理する場合は，当該装置の製造業者の推奨，過去の管理記録，又は統計的手法によりその校正頻度を適切に定め，かつ当該装置の製造業者の推奨する範囲に使用環境及び試料ガスの導入条件を維持する．

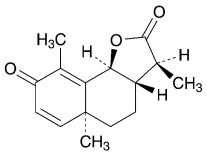
貯法

保存条件　40℃以下で保存する．

容器　耐圧密封容器．

サントニン

Santonin



$C_{15}H_{18}O_3$：246.30

(3*S*,3a*S*,5a*S*,9b*S*)-3,5a,9-Trimethyl-3a,5,5a,9b-tetrahydronaphtho[1,2-*b*]furan-2,8(3*H*,4*H*)-dione

[*481-06-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，サントニン($C_{15}H_{18}O_3$) 98.5 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末である.

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は光によって黄色になる.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(3→250000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−170 ～ −175° (0.2 g，クロロホルム，10 mL，100 mm).

融点〈*2.60*〉　172 ～ 175℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4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).

（2）　アルカロイド　本品0.5 gに薄めた硫酸(1→100) 20 mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液10 mLに水を加えて30 mLとし，この液にヨウ素試液3滴を加えて3時間放置するとき，液は混濁しない.

（3）　アルテミシン　本品を粉末とし，その1.0 gにクロロホルム2 mLを加え，僅かに加温して溶かすとき，液は澄明で黄色を呈しないか，又は黄色を呈しても色の比較液Aより濃くない.

（4）　フェノール類　本品0.20 gに水10 mLを加えて煮沸する．冷後，ろ過し，ろ液が黄色を呈するまで臭素試液を加えるとき，液は混濁しない.

（5）　酸呈色物　本品10 mgを硝酸で潤すとき，直ちに呈色しない．また0℃に冷却した硫酸で潤すとき，直ちに呈色しない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.25 gを精密に量り，エタノール(95) 10 mLを加え，加温して溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液20 mLを正確に加え，還流冷却器を付け，水浴上で5分間加熱する．急冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.05 mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝24.63 mg $C_{15}H_{18}O_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジアスターゼ

Diastase

本品は主として麦芽から製したもので，でんぷん消化力がある酵素剤である．

本品は定量するとき，1 g当たり440でんぷん糖化力単位以上を含む．

本品は，通例，適当な賦形剤で薄めてある．

性状　本品は淡黄色～淡褐色の粉末である．

本品は吸湿性である．

純度試験　変敗　本品は不快な又は変敗したにおい及び味がない．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1 g，105℃，5時間)．

定量法

（ⅰ） 基質溶液　でんぷん消化力試験用バレイショデンプン試液を用いる．

（ⅱ） 試料溶液　本品約0.1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．

（ⅲ） 操作法　消化力試験法〈*4.03*〉「1.でんぷん消化力試験法」の「1.1.でんぷん糖化力測定法」により操作する．

貯法

保存条件　30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジアスターゼ・重曹散

Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

製法

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	300 g
沈降炭酸カルシウム	400 g
酸化マグネシウム	100 g
全量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により用時製する．

性状　本品は淡黄色で，特異な塩味がある．

貯法　容器　密閉容器．

1 複方ジアスターゼ・重曹散

2 Compound Diastase and Sodium Bicarbonate Powder

3 **製法**

ジアスターゼ	200 g
炭酸水素ナトリウム	600 g
酸化マグネシウム	150 g
ゲンチアナ末	50 g
全量	1000 g

4　　以上をとり，散剤の製法により用時製する．

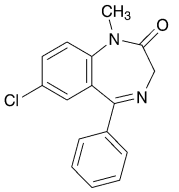
5 **性状**　本品は僅かに褐色を帯びた淡黄色で，特異なにおいがあ

6　り，味は苦い．

7 **貯法**　容器　密閉容器．

ジアゼパム

Diazepam



$C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74

7-Chloro-1-methyl-5-phenyl-1,3-dihydro-2*H*-1,4-benzodiazepin-2-one

[*439-14-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$) 98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は僅かに苦い.

本品はアセトンに溶けやすく，無水酢酸又はエタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品10 mgを硫酸3 mLに溶かし，この液に紫外線(主波長365 nm)を照射するとき，黄緑色の蛍光を発する.

（2）　本品2 mgを硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000) 200 mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，青色～青緑色を呈する.

融点〈*2.60*〉　130 ～ 134℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.10 gをエタノール(95) 20 mLに溶かすとき，液は澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 gに水50 mLを加え，時々振り混ぜながら1時間放置した後，ろ過する．ろ液25 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0.20 mLを加える(0.014%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品1.0 gをアセトン10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／ヘキサン混液(1：1)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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6 gを精密に量り，無水酢酸60 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝28.47 mg $C_{16}H_{13}ClN_2O$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジアゼパム錠

Diazepam Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$：284.74)を含む．

製法　本品は「ジアゼパム」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，「ジアゼパム」50 mgに対応する量をとり，アセトン50 mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液1 mLをとり，水浴上で蒸発乾固する．残留物を硫酸のエタノール(99.5)溶液(3→1000) 100 mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長240 ～ 244 nm，283 ～ 287 nm及び360 ～ 370 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品１個をとり，水5 mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．メタノール30 mLを加えて10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に50 mLとし，遠心分離する．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$) 0.4 mgに対応する容量の上澄液V mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約20 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて20 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ジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / V$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→25000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：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，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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ジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性　別に規定する．

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．ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)約50 mgに対応する量を精密に量り，水10 mLを加え，振り混ぜ，メタノール60 mLを加えて，10分間振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100 mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジアゼパムを105℃で2時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，水10 mL及びメタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて100 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ィー〈*2.01*〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジアゼパムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジアゼパム($C_{16}H_{13}ClN_2O$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ジアゼパムの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(13：7)

流量：ジアゼパムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，ジアゼパムの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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ジアゼパムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シアナミド

Cyanamide

H_2N-CN

CH_2N_2：42.04

Aminonitrile

[*420-04-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シアナミド(CH_2N_2) 97.0 ～ 101.0%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，メタノール，エタノール(99.5)又はアセトンに極めて溶けやすい．

本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは5.0 ～ 6.5である．

本品は吸湿性である．

融点：約46℃

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100) 1 mLに1,2－ナフトキノン－4－スルホン酸カリウム試液1 mL及び水酸化ナトリウム試液0.2 mLを加えるとき，液は濃赤色を呈する．

（2）　本品のアセトン溶液(1→100) 1 ～ 2滴を赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により製した臭化カリウム錠剤に滴加し，風乾した後，赤外吸収スペクトル法〈*2.25*〉の薄膜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．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品約1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に250 mLとする．この液15 mLを正確に量り，希硝酸2 ～ 3滴を加えた後，アンモニア試液10 mLを加える．次に0.1 mol/L硝酸銀液50 mLを正確に加え，時々振り混ぜながら15分間放置した後，水を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液50 mLを正確に量り，希硝酸で中和した後，更に希硝酸3 mLを加え，過量の硝酸銀を0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝2.102 mg CH_2N_2

貯法

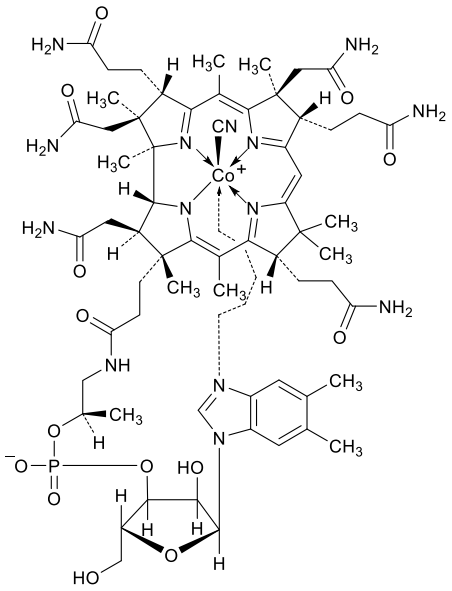
保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

シアノコバラミン

Cyanocobalamin

ビタミンB_{12}



$C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37

*Co*α-[α-(5,6-Dimethyl-1*H*-benzimidazol-1-yl)]-*Co*β-cyanocobamide

[*68-19-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$) 96.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は暗赤色の結晶又は粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシアノコバラミン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品1 mgに硫酸水素カリウム50 mgを混ぜ，強熱して融解する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水3 mLを加え，煮沸して溶かし，フェノールフタレイン試液1滴を加えた後，液が淡赤色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を滴加し，酢酸ナトリウム三水和物0.5 g，希酢酸0.5 mL及び1－ニトロソ－2－ナフトール－3,6－ジスルホン酸二ナトリウム溶液(1→500) 0.5 mLを加えるとき，液は直ちに赤色～橙赤色を呈し，塩酸0.5 mLを追加し，1分間煮沸しても液の赤色は消えない．

（3）　本品5 mgを50 mLの蒸留フラスコにとり，水5 mLに溶かし，ホスフィン酸2.5 mLを加えた後，短い冷却器を付け，冷却器の先端は試験管に入れた水酸化ナトリウム溶液(1→50) 1 mL中に浸す．次いで，10分間穏やかに煮沸し，留液1 mLを得るまで蒸留する．試験管中の液に硫酸アンモニウム鉄(Ⅱ)六水和物の飽和溶液4滴を加えて穏やかに振り混ぜ，フッ化ナトリウム30 mgを加えて沸騰するまで加熱した後，直ちに薄めた硫酸(1→7)を液が澄明になるまで滴加し，更に薄めた硫酸(1→7) 3 ～ 5滴を追加するとき，液は青色～青緑色を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10 gを新たに煮沸して冷却した水20 mLに溶かした液のpHは4.2 ～ 7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品20 mgを水10 mLに溶かすとき，液は赤色澄明である．

（2）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品10 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液3 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20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシアノコバラミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシアノコバラミンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：361 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム10 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 3.5に調整する．この液147 mLにメタノール53 mLを加える．

流量：シアノコバラミンの保持時間が約7分になるよう調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシアノコバラミンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 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，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液20 μLから得たシアノコバラミンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシアノコバラミンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本操作は溶液調製後，速やかに行う．本品25 mgに水10 mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，トルエンスルホンクロロアミドナトリウム試液0.5 mL及び0.05 mol/L塩酸試液0.5 mLを加え，更に水を加えて25 mLとし，振り混ぜる．5分間静置後，この液1 mLに移動相を加えて10 mLとした液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，2本の主ピークを示し，それらのピークの分離度は2.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シアノコバラミンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下

である．

乾燥減量〈*2.41*〉　12%以下(50 mg，減圧・0.67 kPa以下，酸化リン(V)，100℃，4時間)．

定量法　本品及びシアノコバラミン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約20 mgずつを精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に1000 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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長361 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シアノコバラミン注射液

Cyanocobalamin Injection

ビタミンB_{12}注射液

　　本品は水性の注射剤である．

　　本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 115.0%に対応するシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$：1355.37)を含む．

製法　本品は「シアノコバラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は淡赤色～赤色澄明の液である．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長277 ～ 279 nm，360 ～ 362 nm及び548 ～ 552 nmに吸収の極大を示す．また，波長360 ～ 362 nm及び548 ～ 552 nmの吸収極大の波長における吸光度をA_1及びA_2とするとき，A_2/A_1は0.29 ～ 0.32である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.30 EU/μg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のシアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)約2 mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別にシアノコバラミン標準品(別途「シアノコバラミン」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に1000 mLとし，標準溶液とする．以下「シアノコバラミン」の定量法を準用する．

　　シアノコバラミン($C_{63}H_{88}CoN_{14}O_{14}P$)の量(mg)
　　$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

　　M_S：乾燥物に換算したシアノコバラミン標準品の秤取量(mg)

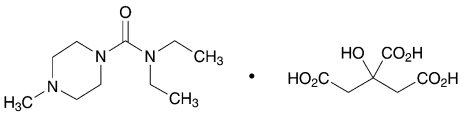
貯法

　保存条件　遮光して保存する．

　容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩

Diethylcarbamazine Citrate



$C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42

N,N-Diethyl-4-methylpiperazine-1-carboxamide monocitrate

[*1642-54-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$) 98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，酸味及び苦味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，アセトン，クロロホルム又は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)は酸性である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品0.5 gを水2 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液10 mLを加えた後，クロロホルム5 mLずつで4回抽出する．全クロロホルム抽出液を合わせて水10 mLで洗った後，クロロホルムを水浴上で蒸発し，残留物にヨードエタン1 mLを加え，還流冷却器を付けて5分間穏やかに煮沸する．次に空気を送りながら過量のヨードエタンを蒸発して除き，エタノール(95) 4 mLを加えて氷水中で冷却し，かき混ぜながら沈殿を生じるまでジエチルエーテルを加え，沈殿が結晶になるまでかき混ぜる．30分間氷水中に放置した後，結晶をろ取し，エタノール(95) 4 mLに溶かし，同じ操作を繰り返して再結晶し，105℃で4時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は151 ～ 155℃である．

（2）　(1)のクロロホルムで抽出した残液に希塩酸を加えて中性とした液はクエン酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する．

融点〈*2.60*〉　135.5 ～ 138.5℃

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液4.0 mLを加える(20 ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(2 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.75 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝39.14 mg $C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$

貯法　容器　気密容器．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩錠

Diethylcarbamazine Citrate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$：391.42)を含む．

製法　本品は「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」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，「ジエチルカルバマジンクエン酸塩」0.1 gに対応する量をとり，水10 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液にライネッケ塩試液1 mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，移動相70 mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液のジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約2.5 mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10 / V$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約56 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．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約22 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液25 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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジエチルカルバマジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 225$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジエチルカルバマジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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．ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)約50 mgに対応する量を精密に量り，移動相70 mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に100 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品を105℃で4時間乾燥し，その約25 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μL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ジエチルカルバマジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジエチルカルバマジンクエン酸塩($C_{10}H_{21}N_3O \cdot C_6H_8O_7$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：ジエチルカルバマジンクエン酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　2－アミノベンズイミダゾールの移動相溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH 2.5に調整する．この液950 mLにメタノール50 mLを加える．

流量：ジエチルカルバマジンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジエチルカルバマジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.5以上である．

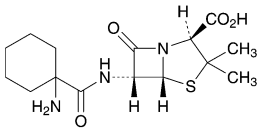
システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件

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ジエチルカルバマジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

シクラシリン

Ciclacillin



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

(2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(1-Aminocyclohexanecarbonyl)amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylic acid

[*3485-14-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり920 ～ 1010 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシクラシリ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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋300 ～ ＋315° (2 g，水，100 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びシクラシリン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50 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10 μL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シクラシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シクラシリン($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：シクラシリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　オルシンの移動相溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸アンモニウム0.771 gを水約900 mLに溶かし，酢酸(100)を加えてpH 4.0に調整し，水を加えて1000 mLとする．この液850 mLにアセトニトリル150 mLを加える．

流量：シクラシリンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

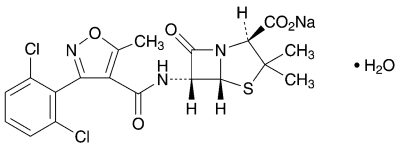
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクラシリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シクラシリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジクロキサシリンナトリウム水和物

Dicloxacillin Sodium Hydrate



$C_{19}H_{16}Cl_2N_3NaO_5S \cdot H_2O$：510.32

Monosodium (2*S*,5*R*,6*R*)-6-{[3-(2,6-dichlorophenyl)-5-methylisoxazole-4-carbonyl]amino}-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrate

[*13412-64-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり910 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジクロキサシリン($C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_5S$：470.33)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はジクロキサシリンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はジクロキサシリンナトリウム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）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

水分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5 ～ 6.6とする．

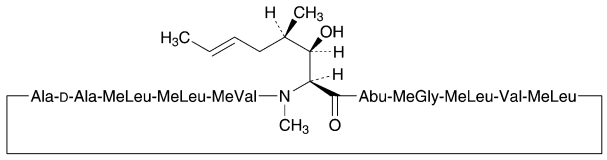
(iii)　標準溶液　ジクロキサシリンナトリウム標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に10 μg(力価)及び2.5 μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に10 μg(力価)及び2.5 μg(力価)を含む液を調製し，それぞれ高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

シクロスポリン

Ciclosporin



Abu = (2*S*)-2-アミノ酪酸
MeGly = *N*-メチルグリシン
MeLeu = *N*-メチルロイシン
MeVal = *N*-メチルバリン

$C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$：1202.61

cyclo{-[(2*S*,3*R*,4*R*,6*E*)-3-Hydroxy-4-methyl-2-methylaminooct-6-enoyl]-L-2-aminobutanoyl-*N*-methylglycyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-valyl-*N*-methyl-L-leucyl-L-alanyl-D-alanyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-leucyl-*N*-methyl-L-valyl-}

[*59865-13-3*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シクロスポリン($C_{62}H_{111}N_{11}O_{12}$) 98.5 ～ 101.5%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシクロスポリ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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－185 ～ －193° (乾燥物に換算したもの0.1 g，メタノール，20 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをエタノール(95) 10 mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)，(2)又は(3)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0 mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.8 mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100 mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液3.0 mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.3 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.5 mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100 mLとする．

比較液(3)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.5 mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0 mLをそれぞれ正確に量り，薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100 mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシクロスポリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の1.5倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシクロスポリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たシクロスポリンのピーク面積が，標準溶液のシクロスポリンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5 g)．

定量法　本品及びシクロスポリン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約30 mg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)に溶かし，正確に25 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20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のシクロスポリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

$$\text{シクロスポリン}(C_{62}H_{111}N_{11}O_{12})\text{の量(mg)} = M_S \times A_T / A_S$$

M_S：乾燥物に換算したシクロスポリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径4 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．なお，試料導入部とカラムは内径0.3 mm，長さ1 mのステンレス管で接続する．

カラム温度：80℃付近の一定温度(試料導入部とカラムを接続するステンレス管を含む．)

移動相：水／アセトニトリル／*tert*－ブチルメチルエーテル／リン酸混液(520：430：50：1)

流量：シクロスポリンの保持時間が約27分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：シクロスポリンU 3 mgを水／アセトニトリル混液(1：1) 2.5 mLに溶かし，標準溶液2.5

mLを加える．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクロスポリンU，シクロスポリンの順に溶出し，その分離度は1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロスポリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

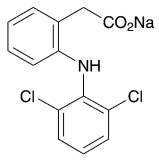
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジクロフェナクナトリウム

Diclofenac Sodium



$C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13

Monosodium 2-(2,6-dichlorophenylamino)phenylacetate

[*15307-79-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(95)に溶けやすく，水又は酢酸(100)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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→250) 1 mLに硝酸1 mLを加えるとき，液は暗赤色を呈する．

（2）　本品5 mgにつき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，淡緑色を呈する．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（4）　本品の水溶液(1→100)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.05 gを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液5 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20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液から得たジクロフェナクのピーク以外のピークの各々のピーク面積は，標準溶液から得たピークのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に7 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：メタノール／薄めた酢酸(100) (3→2500)混液 (4：3)

流量：ジクロフェナクの保持時間が約20分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ジクロフェナクの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能：パラオキシ安息香酸エチル35 mg及びパラオキシ安息香酸プロピル0.05 gを移動相100 mLに溶かし，この液1 mLをとり，移動相を加えて50 mLとする．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸エチル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，分液漏斗に入れ，水40 mLに溶かし，希塩酸2 mLを加え，生じた沈殿をクロロホルム50 mLで抽出する．さらにクロロホルム20 mLずつで2回抽出し，抽出液は毎回クロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過する．分液漏斗の先端及び脱脂綿はクロロホルム15 mLで洗い，洗液は抽出液に合わせ，1 mol/L塩酸試液のエタノール(99.5)溶液(1→100) 10 mLを加え，0.1 mol/L水酸化カリウム・エタノール液で第一当量点から第二当量点まで滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

0.1 mol/L水酸化カリウム・エタノール液1 mL

＝31.81 mg $C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$

貯法　容器　気密容器．

ジクロフェナクナトリウム坐剤

Diclofenac Sodium Suppositories

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$：318.13)を含む．

製法　本品は「ジクロフェナクナトリウム」をとり，坐剤の製法により製する．

確認試験　本品の「ジクロフェナクナトリウム」25 mgに対応する量をとり，メタノール／0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液混液(99：1) 200 mLを加え，加温して溶かす．振り混ぜながら冷却した後，メタノール／0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液混液(99：1)を加えて250 mLとし，必要ならば脱脂綿を用いてろ過し，この液10 mLにメタノール／0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液混液(99：1)を加えて100 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長280 ～ 284 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，テトラヒドロフラン5 mLを加え，超音波処理して溶かす．この液にメタノール／水混液(3：2)を加えて正確に100 mLとし，振り混ぜた後，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)約0.125 mgを含む液となるようにメタノール／水混液(3：2)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/4$

M_S：定量用ジクロフェナクナトリウムの秤取量(mg)

溶融性　融点測定法〈*2.60*〉第2法で試験を行うとき，融解温度は33 ～ 36℃である．

定量法　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，注意して細片とし，均一に混和する．ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)約25 mgに対応する量を精密に量り，テトラヒドロフラン5 mLを加え，超音波処理して溶かす．この液にメタノール／水混液(3：2)を加えて正確に100 mLとし，振り混ぜた後，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液10 mLを正確に量り，メタノール／水混液(3：2)を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジクロフェナクナトリウムを乾燥し，その約50 mgを精密に量り，メタノール／水混液(3：2)に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノール／水混液(3：2)を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジクロフェナクのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジクロフェナクナトリウム($C_{14}H_{10}Cl_2NNaO_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/2$

M_S：定量用ジクロフェナクナトリウムの秤取量(mg)

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
- カラム：内径4.0 mm，長さ12.5 cmのステンレス管に5 μm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塡する．
- カラム温度：25℃付近の一定温度
- 移動相：酢酸ナトリウム三水和物13.6 gを水に溶かし，1000 mLとする．この液200 mLにメタノール300 mLを加える．
- 流量：ジクロフェナクの保持時間が約3.5分になるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジクロフェナクのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，0.7 ～ 1.5である．
- システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジクロフェナクのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

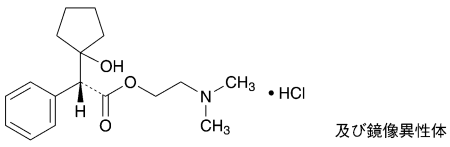
貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　気密容器．

シクロペントラート塩酸塩

Cyclopentolate Hydrochloride



及び鏡像異性体

$C_{17}H_{25}NO_3$・HCl：327.85

2-(Dimethylamino)ethyl (2*RS*)-2-(1-hydroxycyclopentyl)phenylacetate monohydrochloride

[*5870-29-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シクロペントラート塩酸塩($C_{17}H_{25}NO_3$・HCl) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはないか，又は特異なにおいがある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)，酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100) 1 mLにライネッケ塩試液1 mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（2）　本品0.2 gを水2 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，1分間煮沸する．冷後，硝酸2滴を加えるとき，フェニル酢酸ようのにおいを発する．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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．

（4）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20 gを水20 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 5.5である．

融点〈*2.60*〉　135 ～ 138℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（3）　類縁物質　本品0.20 gをクロロホルム10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉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2－プロパノール／酢酸*n*－ブチル／水／アンモニア水(28)混液(100：60：23：17)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のエタノール(99.5)溶液(1→10)を均等に噴霧し，120℃で30分間加熱した後，紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(1 g)．

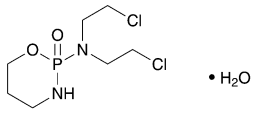
定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(4：1) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て黄緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝32.79 mg $C_{17}H_{25}NO_3$・HCl

貯法　容器　気密容器．

シクロホスファミド水和物

Cyclophosphamide Hydrate



$C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$: 279.10

N,*N*-Bis(2-chloroethyl)-3,4,5,6-tetrahydro-2*H*-1,3,2-oxazaphosphorin-2-amine 2-oxide monohydrate

[*6055-19-2*]

本品は定量するとき，シクロホスファミド水和物 ($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$) 97.0%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.

本品は酢酸(100)に極めて溶けやすく，エタノール(95)，無水酢酸又はクロロホルムに溶けやすく，水又はジエチルエーテルにやや溶けやすい.

融点：45 ～ 53℃

確認試験

（1） 本品0.1 gを水10 mLに溶かし，硝酸銀試液5 mLを加えるとき，沈殿を生じない．この液を煮沸するとき，白色の沈殿を生じる．沈殿を分取し，この一部に希硝酸を加えても溶けない．また，他の一部に過量のアンモニア試液を加えるとき，溶ける.

（2） 本品0.02 gに薄めた硫酸(1→25) 1 mLを加え，白煙を生じるまで加熱する．冷後，水5 mLを加えて振り混ぜ，アンモニア試液で中和した後，希硝酸を加えて酸性とする．この液はリン酸塩の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1） 溶状　本品0.20 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.40 gをとり，20℃以下で試験を行う．比較液には0.01 mol/L塩酸0.40 mLを加える(0.036%以下).

（3） 重金属〈*1.07*〉　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).

水分〈*2.48*〉　5.5 ～ 7.0%(0.5 g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品約0.3 gを精密に量り，塩化水素・エタノール試液15 mLを加え，還流冷却器を付け，吸湿を防ぎながら，水浴中で3.5時間加熱した後，エタノールを減圧で留去する．残留物を無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 40 mLに溶かし，直ちに0.1 mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)．ただし，滴定の終点は液の青色が緑色を経て黄色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L過塩素酸・1,4－ジオキサン液1 mL
＝13.96 mg $C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$

貯法

保存条件　30℃以下で保存する.

容器　気密容器.

シクロホスファミド錠

Cyclophosphamide Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$: 279.10)を含む．

製法　本品は「シクロホスファミド水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本品をとり，「シクロホスファミド水和物」53 mg当たり水1 mLを加え，5分間激しく振り混ぜた後，「シクロホスファミド水和物」53 mg当たりメタノール6 mLを加え，10分間激しく振り混ぜる．この液に1 mL中に「シクロホスファミド水和物」約5.3 mgを含む液となるようにメタノールを加え，遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3 mL以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用シクロホスファミド水和物53 mgを量り，メタノール／水混液(9 : 1) 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μL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1－プロパノール／水混液(8 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾し，130℃で15分間加熱する．冷後，ニンヒドリン・ブタノール試液を均等に噴霧し，風乾後，130℃で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紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／メタノール混液(3 : 2) $3V$／5 mLを加え，均一に分散するまで激しく振り混ぜる．この液に1 mL中にシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)約1.1 mgを含む液となるように水／メタノール混液(3 : 2)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用シクロホスファミド水和物の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)約59 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．別に定量用シクロホスファミド水和物約30 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に50 mLとする．この液2 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．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシクロホスファミドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用シクロホスファミド水和物の秤取量(mg)
C：1錠中のシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクロホスファミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロホスファミドのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品10個をとり，水／メタノール混液(3 : 2) $13V$／20 mLを加え，均一に分散するまで激しく振り混ぜる．この液1 mL中にシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)約2.7 mgを含む液となるように水／メタノール混液(3 : 2)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3 mLを除き，次のろ液4 mLを正確に量り，水／メタノール混液(3 : 2)を加えて正確に10 mLとし，試料溶液とする．別に定量用シクロホスファミド水和物約53 mgを精密に量り，水／メタノール混液(3 : 2)に溶かし，正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシクロホスファミドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品1個中のシクロホスファミド水和物($C_7H_{15}Cl_2N_2O_2P \cdot H_2O$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用シクロホスファミド水和物の秤取量(mg)

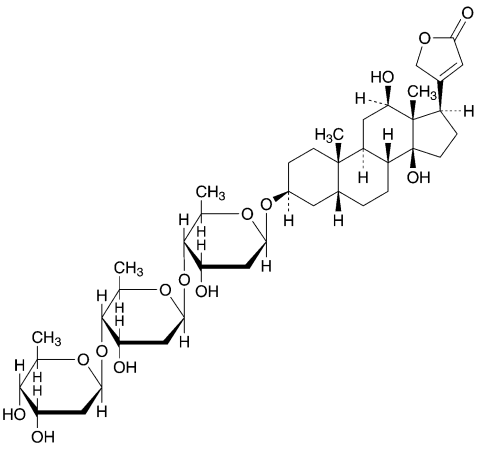
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205 nm)
カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／メタノール混液(3 : 2)
流量：シクロホスファミドの保持時間が約10分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シクロホスファミドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シクロホスファミドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

ジゴキシン

Digoxin



$C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94

3β-[2,6-Dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-2,6-dideoxy-β-D-*ribo*-hexopyranosyloxy]-12β,14-dihydroxy-5β,14β-card-20(22)-enolide

[*20830-75-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$) 96.0 ～ 106.0%を含む．

性状　本品は無色～白色の結晶又は白色の結晶性の粉末である．

本品はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，酢酸(100)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品1 mgを内径約10 mmの小試験管にとり，塩化鉄(Ⅲ)六水和物の酢酸(100)溶液(1→10000) 1 mLに溶かし，硫酸1 mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面に赤みを帯びない褐色の輪帯を生じ，その界面に近い上層部は紫色を経て緑色となり，次に全酢酸層は濃青色を経て緑色となる．

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋10.0 ～ ＋13.0°（乾燥後，0.2 g，無水ピリジン，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10 gに薄めたエタノール(4→5) 15 mLを加え，70℃に加温して溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品25.0 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水10 mL及び希エタノールを加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別に純度試験用ギトキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その5.0 mgを正確に量り，アセトニトリル／水混液(7：3)に溶かし，正確に200 mLとする．この液2 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のギトキシンのピーク面積A_T及びA_Sを求めるとき，A_TはA_Sより大きくない．また，試料溶液から得たジゴキシン及びギトキシン以外のピークの合計面積は面積百分率法により求めるとき，3%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLに水10 mL及び希エタノールを加えて50 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2 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07 ～ 0.13%になることを確認する．

システムの性能：本品25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000) 5 mLを加えた後，水10 mL及び希エタノールを加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5 g，減圧，105℃，1時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(0.1 g)．

定量法　本品及びジゴキシン標準品を乾燥し，その約25 mgを精密に量り，それぞれを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後，水10 mL及び希エタノールを加えて50 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10 μL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ジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

化シリカゲルを充填する．
カラム温度：30℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)
流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μL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ジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ジゴキシン錠

Digoxin Tablets

本品は定量するとき，表示量の90.0 ～ 105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法　本品は「ジゴキシン」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，「ジゴキシン」0.5 mgに対応する量をとり，メタノール2 mLを加えて，10分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品0.5 mgをメタノール2 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ィー〈2.03〉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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100) 1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4) 4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366 nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．「ジゴキシン」2.5 mgに対応する量を量り，希エタノール30 mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．冷後，希エタノールを加えて50 mLとし，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10 μL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，ジゴキシン以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLに水10 mL及び希エタノールを加えて50 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2 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07 ～ 0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000) 5 mLを加えた後，水10 mL及び希エタノールを加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水0.5 mLを加えて崩壊させ，内標準溶液0.5 mLを正確に加えた後，1 mL中にジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約21 μgを含む液となるように希エタノールV mLを加え20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜ，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25 mgを精密に量り，温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとする．さらに，この液10 mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，内標準溶液0.5 mLを正確に加え，水1.5 mL及び希エタノール($V-2$) mLを加えて標準溶液とする．以下定量法を準用する．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1/200$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピル1 gをエタノール(95)に溶かし，40000／V mLとする．

溶出性〈6.10〉　試験液に薄めた塩酸(3→500) 500 mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は65%以上である．本品は繰り返し試験の規定を適用しない．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液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以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25 mgを精密に量り，少量のエタノール(95)に溶かした後，エタノール(95)／水混液(4：1)を加えて正確に500 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に500 mLとし，標準溶液とする．試料溶液，標準溶液及び試験液2 mLずつを正確に量り，それぞれ褐色の共栓試験管に入れる．これらに0.012 g/dL L－アスコルビン酸・塩酸試液10 mLずつを正確に加え，振り混ぜる．直ちに希過酸化水素試液1 mLずつを正確に加え，よく振り混ぜ，25 ～ 30℃の一定温度で45分間放置する．これらの液につき，蛍光光度法〈2.22〉により試験を行い，励起波長360 nm，蛍光波長485 nmにおける蛍光の強さF_T，F_S及びF_Bを測定する．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の表示量に対する溶出率(%)
$=M_S \times (F_T - F_B)/(F_S - F_B) \times 1/C$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)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．ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5 mgに対応する量を精密に量り，希エタノール30 mLを加え，20分間超音波処理した後，5分間振り混ぜる．内標準溶液5 mLを正確に加え，

希エタノールを加えて50 mLとし，この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25 mgを精密に量り，温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，水10 mL及び希エタノールを加えて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ジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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ジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジゴキシン注射液

Digoxin Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の90.0 ～ 105.0%に対応するジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$：780.94)を含む．

製法　本品は「ジゴキシン」を10 ～ 50 vol%エタノールに溶かし，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の1 mL中に「ジゴキシン」約0.25 mgを含む液となるように必要ならばメタノールを加え，試料溶液とする．なお，他成分の影響を受ける場合は固相抽出などを行う．別にジゴキシン標準品0.5 mgをメタノール2 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ィー〈*2.03*〉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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする．次にメタノール／水混液(7：3)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに，新たに調製したトルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物溶液(3→100) 1容量にトリクロロ酢酸のエタノール(99.5)溶液(1→4) 4容量を加えて混和した液を均等に噴霧し，110℃で10分間加熱した後，紫外線(主波長366 nm)を照射するとき，試料溶液及び標準溶液から得た主スポットのR_f値は等しい．

アルコール数〈*1.01*〉　0.8 ～ 1.2 (第1法).

純度試験　類縁物質　本品の「ジゴキシン」約2.5 mgに対応する容量を量り，希エタノールを加えて50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，ジゴキシンのピーク以外のピークの合計量は5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジゴキシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：ジゴキシン25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLに，水10 mL及び希エタノールを加えて50 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2 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，希エタノールを加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得たジゴキシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジゴキシンのピーク面積の0.07 ～ 0.13%になることを確認する．

システムの性能：ジゴキシン25 mgを温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて100 mLとする．この液10 mLを量り，パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000) 5 mLを加えた後，水10 mL及び希エタノールを加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジゴキシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　200 EU/mg未満.

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジゴキシン($C_{41}H_{64}O_{14}$)約2.5 mgに対応する量を正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更に希エタノールを加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にジゴキシン標準品を105℃で1時間減圧乾燥し，その約25 mgを精密に量り，温エタノール(95) 50 mLに溶かし，冷後，エタノール(95)を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，水10 mL及び希エタノールを加えて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ジゴキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

$$\text{ジゴキシン}(C_{41}H_{64}O_{14})\text{の量(mg)} = M_S \times Q_T / Q_S \times 1/10$$

M_S：ジゴキシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのエタノール(95)溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(7：3)

流量：ジゴキシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジゴキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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ジゴキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

次硝酸ビスマス

Bismuth Subnitrate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98) 71.5 ～ 74.5%を含む.

性状　本品は白色の粉末である.

本品は水，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.

本品は塩酸又は硝酸に速やかに溶けるが，泡立たない.

本品は僅かに吸湿性があり，潤した青色リトマス紙に接触するとき，これを赤変する.

確認試験　本品はビスマス塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.7 gを水2 mL及び硝酸2 mLに溶かし，これに希硝酸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．比較液は硝酸2 mLを水浴上で蒸発乾固し，0.01 mol/L塩酸0.70 mL，希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.035%以下).

（2）　硫酸塩　本品3.0 gを加温した硝酸3.0 mLに溶かし，この液を水100 mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸発して30 mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5 mLに硝酸バリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，混濁しない.

（3）　アンモニウム　本品0.10 gに水酸化ナトリウム試液5 mLを加え，煮沸するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（4）　銅　(2)の試料溶液5 mLにアンモニア試液2 mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない.

（5）　鉛　本品1.0 gに水酸化カリウム溶液(1→6) 5 mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない.

（6）　銀　(2)の試料溶液5 mLに硝酸0.5 mL及び希塩酸2 ～ 3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（7）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品2.0 gに薄めた酢酸(31) (1→2) 40 mLを加え，2分間煮沸し，冷後，水を加えて40 mLとし，ろ過する．ろ液20 mLに希塩酸2 mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じた後，ろ過し，残留物を水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0 mg以下である.

（8）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20 gに硫酸2 mLを加え，白煙を発生するまで加熱し，注意して水を加えて5 mLとする．これを検液とし，試験を行う(10 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(2 g，105℃，2時間).

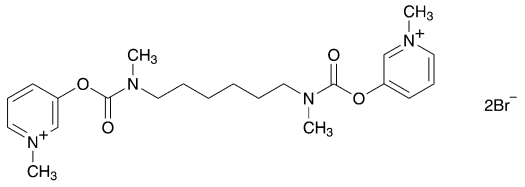
定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，薄めた硝酸(2→5) 5 mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液25 mLを正確に量り，水200 mLを加え，0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液5滴)．ただし，滴定の終点は，液の赤紫色が黄色に変わるときとする.

0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
　＝4.180 mg Bi

貯法　容器　密閉容器.

ジスチグミン臭化物

Distigmine Bromide



$C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32

3,3'-[Hexane-1,6-diylbis(methyliminocarbonyloxy)]bis(1-methylpyridinium) dibromide

[*15876-67-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又は酢酸(100)に溶けやすく，無水酢酸に溶けにくい．

本品の水溶液(1→100)のpHは5.0 ～ 5.5である．

本品はやや吸湿性である．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約150℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の水溶液(1→10) 5 mLに希硝酸2 mLを加えた液は臭化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品0.25 gを水5 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸0.40 mLを加える(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（4）　類縁物質　本品40 mgをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200 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ィー〈*2.03*〉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ィー用セルロース(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1−ブタノール／水／エタノール(99.5)／酢酸(100)混液(8：3：2：1)を展開溶媒として約13 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．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，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．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品約0.4 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(8：1) 60 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法，白金電極)．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＝28.82 mg $C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジスチグミン臭化物錠

Distigmine Bromide Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$：576.32)を含む．

製法　本品は「ジスチグミン臭化物」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法の試料溶液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長268 ～ 272 nmに吸収の極大を示し，波長239 ～ 243 nmに吸収の極小を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.1 mol/L塩酸試液30 mLを加え，1時間振り混ぜた後，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約30 μgを含む液となるように0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)

$$= M_S \times (A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1}) \times V' / V \times 1/20$$

M_S：脱水物に換算した定量用ジスチグミン臭化物の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水500 mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)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．別に定量用ジスチグミン臭化物(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水を加えて正確に500 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長270 nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}並びに波長350 nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}を測定する．

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times (A_{T1} - A_{T2}) / (A_{S1} - A_{S2}) \times V' / V \times 1 / C \times 10$$

M_S：脱水物に換算した定量用ジスチグミン臭化物の秤取量(mg)

C：1錠中のジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)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．ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)約15 mgに対応する量を精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液30 mLを加えて1時間振り混ぜた後，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液10 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジスチグミン臭化物(別途「ジスチグミン臭化物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約30 mgを精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に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〈*2.24*〉により試験を行い，波長270 nmにおける吸光度A_{T2}及びA_{S2}並びに241 nmにおける吸光度A_{T1}及びA_{S1}を測定する．

ジスチグミン臭化物($C_{22}H_{32}Br_2N_4O_4$)の量(mg)

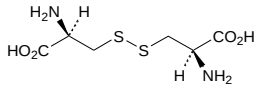
$$= M_S \times (A_{T2} - A_{T1}) / (A_{S2} - A_{S1}) \times 1/2$$

M_S：脱水物に換算した定量用ジスチグミン臭化物の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

L－シスチン

L-Cystine



$C_6H_{12}N_2O_4S_2$：240.30

3,3′-Disulfanediylbis[(2*R*)-2-aminopropanoic acid]

[*56-89-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，L－シスチン($C_6H_{12}N_2O_4S_2$) 99.0 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は1 mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－215 ～ －225°(乾燥後，1 g，1 mol/L塩酸試液，50 mL，100 mm).

純度試験

（1） 溶状　本品1.0 gを2 mol/L塩酸試液10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2） 塩化物〈*1.03*〉　本品0.5 gを希硝酸10 mLに溶かし，過酸化水素(30) 10 mLを加え，水浴中で10分間加熱し，冷後，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0.30 mLを加える(0.021%以下).

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.6 gを希塩酸5 mLに溶かし，水を加えて45 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸0.35 mLに希塩酸5 mL及び水を加えて45 mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液5 mLずつを加える(0.028%以下).

（4） アンモニウム〈*1.02*〉　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)．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（5） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（6） 鉄〈*1.10*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（7） 類縁物質　本品0.20 gを1 mol/L塩酸試液20 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10 mL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5 μL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1－プロパノール／アンモニア水(28)混液(67：33)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約30 mgを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉により試験を行う．

0.005 mol/L硫酸1 mL＝1.202 mg $C_6H_{12}N_2O_4S_2$

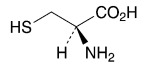
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

L－システイン

L-Cysteine



$C_3H_7NO_2S$：121.16

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid

[*52-90-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－システイン($C_3H_7NO_2S$) 98.5 ～ 101.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおいがあり，味はえぐい.

本品は水に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は1 mol/L塩酸試液に溶ける.

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋8.0 ～ ＋10.0° (乾燥物に換算したもの2 g，1 mol/L塩酸試液，25 mL，100 mm).

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.25 gを水50 mLに溶かした液のpHは4.7 ～ 5.7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〈*1.03*〉 本品0.30 gを薄めた硝酸(1→4) 10 mLに溶かし，過酸化水素(30) 10 mLを加え，沸騰水浴中で20分間加熱後，冷却し，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0.35 mLを加える(0.041%以下).

（3） 硫酸塩〈*1.14*〉 本品0.6 gを水30 mL及び希塩酸3 mLに溶かし，水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸0.35 mLに希塩酸3 mL及び水を加えて50 mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4 mLずつを加える(0.028%以下).

（4） アンモニウム〈*1.02*〉 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)．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う.

（5） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0 gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（6） 鉄〈*1.10*〉 本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（7） 類縁物質 本品0.10 gを*N*－エチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，正確に10 mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとし，この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとし，標準溶液(1)とする．別にL－シスチン0.10 gを0.5 mol/L塩酸に溶かし，正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μL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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，標準溶液(2)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(2)のスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.5%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1 g).

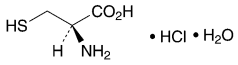
定量法 本品約0.2 gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ水20 mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4 gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5 mL及び0.05 mol/Lヨウ素液25 mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う.

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝12.12 mg $C_3H_7NO_2S$

貯法 容器 気密容器.

L－システイン塩酸塩水和物

L-Cysteine Hydrochloride Hydrate



$C_3H_7NO_2S \cdot HCl \cdot H_2O$：175.63

(2*R*)-2-Amino-3-sulfanylpropanoic acid monohydrochloride monohydrate

[*7048-04-6*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，L－システイン塩酸塩($C_3H_7NO_2S \cdot HCl$：157.62) 98.5 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，特異なにおい及び強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすい．

本品は6 mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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．

（2）　本品の水溶液(1→50) 10 mLに過酸化水素(30) 1 mLを加え，水浴上で20分間加熱した後，冷却した液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋6.0 ～ ＋7.5° (乾燥物に換算したもの2 g，6 mol/L塩酸試液，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは1.3 ～ 2.3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，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.8 gを水30 mL及び希塩酸3 mLに溶かし，水を加えて50 mLとした液を検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸0.35 mLに希塩酸3 mL及び水を加えて50 mLとする．ただし，検液及び比較液には塩化バリウム試液4 mLずつを加える(0.021%以下)．

（3）　アンモニウム〈*1.02*〉　本品0.25 gをとり，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液5.0 mLを用いる(0.02%以下)．ただし，本試験は減圧蒸留法により行う．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4法により操作し，試験を行う．比較液には鉛標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下)．

（5）　鉄〈*1.10*〉　本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下)．

（6）　類縁物質　本品0.10 gを*N*－エチルマレイミド溶液(1→50)に溶かし，10 mLとし，30分間放置後，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 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ィー〈*2.03*〉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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　8.5 ～ 12.0%(1 g，減圧，酸化リン(V)，20時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

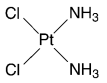
定量法　本品約0.25 gを精密に量り，共栓付きフラスコに入れ，水20 mLに溶かす．この液にヨウ化カリウム4 gを溶かした後，直ちに氷水中に入れ，希塩酸5 mL及び0.05 mol/Lヨウ素液25 mLを正確に加え，20分間暗所に放置した後，過量のヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液)．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝15.76 mg $C_3H_7NO_2S \cdot HCl$

貯法　容器　気密容器．

シスプラチン

Cisplatin



$Cl_2H_6N_2Pt$：300.05

(*SP*-4-2)-Diamminedichloroplatinum

[*15663-27-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミドにやや溶けにくく，水に溶けにくく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→2000) 5 mLに塩化スズ(Ⅱ)二水和物溶液(1→100) 2 ～ 3滴を加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

（2）　本品の塩化ナトリウムの0.01 mol/L塩酸試液溶液(9→1000)溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシスプラチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシスプラチ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．

（4）　本品の水溶液(1→2000)は塩化物の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験　アンミントリクロロ白金酸アンモニウム　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かし，正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用アンミントリクロロ白金酸アンモニウムを80℃で3時間乾燥し，その10 mgを塩化ナトリウム溶液(9→1000)に溶かして正確に200 mLとする．この液2 mLを正確に量り，塩化ナトリウム溶液(9→1000)を加えて，正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のピーク面積は標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：209 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に第四級アンモニウム基を導入した10 μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→800)

流量：アンミントリクロロ白金酸アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンミントリクロロ白金酸アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1 g，105℃，4時間)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシスプラチン標準品を乾燥し，その約25 mgずつを精密に量り，それぞれを*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かし，正確に25 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40 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシスプラチンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定する．

シスプラチン($Cl_2H_6N_2Pt$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：シスプラチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：310 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸エチル／メタノール／水／*N,N*－ジメチルホルムアミド混液(25：16：5：5)

流量：シスプラチンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

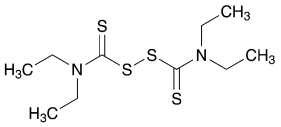
システムの性能：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シスプラチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シスプラチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジスルフィラム

Disulfiram



$C_{10}H_{20}N_2S_4$：296.54

Tetraethylthiuram disulfide

[*97-77-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジスルフィラム($C_{10}H_{20}N_2S_4$) 99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はアセトン又はトルエンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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.

融点〈*2.60*〉　70 ～ 73℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（3）　ジエチルジチオカルバミン酸　本品0.10 gをトルエン10 mLに溶かし，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20) 10 mLを加えて振り混ぜる．水層を分取し，トルエン10 mLで洗った後，硫酸銅(Ⅱ)五水和物溶液(1→250) 5滴及びトルエン2 mLを加えて，振り混ぜ，静置するとき，トルエン層は淡黄色を呈さない.

（4）　類縁物質　本品50 mgをメタノール40 mLに溶かし，水を加えて50 mLとし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジスルフィラム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジスルフィラムのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径約5 mm，長さ約15 cmのステンレス管に5 μm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填する.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：メタノール／水混液(7：3)

流量：ジスルフィラムの保持時間が約8分になるように調整する.

カラムの選定：本品50 mg及びベンゾフェノン50 mgをメタノール40 mLに溶かし，水を加えて50 mLとする．この液1 mLを量り，移動相を加えて200 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ベンゾフェノン，ジスルフィラムの順に溶出し，その分離度が4以上のものを用いる.

検出感度：標準溶液10 μLから得たジスルフィラムのピーク高さが15 ～ 30 mmになるように調整する.

面積測定範囲：ジスルフィラムの保持時間の約3.5倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(2 g，シリカゲル，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2 g).

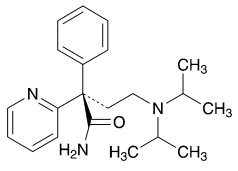
定量法　本品を乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，ヨウ素瓶に入れ，アセトン20 mLに溶かし，次に水1.5 mL及びヨウ化カリウム1.0 gを加え，よく振り混ぜて溶かす．これに塩酸3.0 mLを加え，密栓して振り混ぜ，暗所に3分間放置した後，水70 mLを加え，0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL＝14.83 mg $C_{10}H_{20}N_2S_4$

貯法　容器　気密容器.

ジソピラミド

Disopyramide



及び鏡像異性体

$C_{21}H_{29}N_3O$：339.47

(2*RS*)-4-Bis(1-methylethyl)amino-2-phenyl-2-(pyridin-2-yl)butanamide

[*3737-09-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジソピラミド($C_{21}H_{29}N_3O$) 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.

本品はメタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，無水酢酸，酢酸(100)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に溶けにくい.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→20) 1 mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10 mLを加えて加温するとき，黄色の沈殿を生じる．この沈殿をろ取し，水で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は172 ～ 176℃である.

（2）　本品の0.05 mol/L硫酸・メタノール試液溶液(1→25000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$ (269 nm)：194 ～ 205 (10 mg，0.05 mol/L硫酸・メタノール試液，500 mL).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをエタノール(95) 10 mLに溶かし，希酢酸2 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．比較液は鉛標準液2.0 mLにエタノール(95) 10 mL，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.40 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に400 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(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1－ブタノール／水／アンモニア水(28)混液(45：4：1)を展開溶媒として約10 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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5 g，減圧，80℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品約0.25 gを精密に量り，酢酸(100) 30 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法).

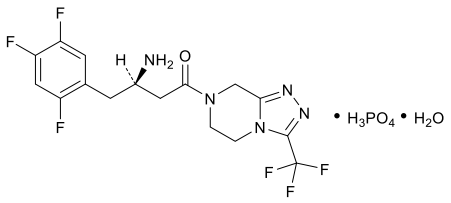
同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝16.97 mg $C_{21}H_{29}N_3O$

貯法　容器　気密容器.

シタグリプチンリン酸塩水和物

Sitagliptin Phosphate Hydrate



$C_{16}H_{15}F_6N_5O \cdot H_3PO_4 \cdot H_2O$：523.32

(3*R*)-3-Amino-1-[3-(trifluoromethyl)-5,6-dihydro[1,2,4]triazolo[4,3-*a*]pyrazin-7(8*H*)-yl]-4-(2,4,5-trifluorophenyl)butan-1-one monophosphate monohydrate

[*654671-77-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シタグリプチンリン酸塩($C_{16}H_{15}F_6N_5O \cdot H_3PO_4$：505.31) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシタグリプチンリン酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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シタグリプチンリン酸塩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．又は，臭化カリウム錠剤法又はATR法により試験を行い，本品のスペクトルとシタグリプチンリン酸塩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）　本品の水溶液(1→25)はリン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属　別に規定する．

（2）　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に1000 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシタグリプチン以外のピークの面積は，標準溶液のシタグリプチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のシタグリプチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシタグリプチンのピーク面積の5倍より大きくない．ただし，標準溶液のシタグリプチンのピーク面積の1／2より小さいピークの面積は計算から除外する．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシタグリプチンの保持時間の約5.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に10 mLとする．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンのピークのSN比は10以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シタグリプチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　鏡像異性体　本品80 mgをメタノール／水混液(9：1)に溶かして10 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のシタグリプチン及びシタグリプチンに対する相対保持時間約0.9の類縁物質A (鏡像異性体)のピークの合計面積A_T及び類縁物質A (鏡像異性体)のピーク面積A_Sをそれぞれ測定し，次式により鏡像異性体の量を求めるとき，0.5%以下である．

鏡像異性体の量(%)＝A_S／A_T × 100

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：268 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用アミロースストリス－(3,5－ジメチルフェニルカルバメート)被覆シリカゲルを充塡する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：エタノール(99.5)／ヘプタン／水／ジエチルアミン混液(600：400：1：1)

流量：毎分0.8 mL

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノール／水混液(9：1)に溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，メタノール／水混液(9：1)を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンのピークのSN比は10以上である．

システムの性能：システム適合性試験用シタグリプチンリン酸塩標準品8 mgをメタノール／水混液(9：1) 1 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，類縁物質A (鏡像異性体)及びシタグリプチンの分離度は1.5以上である．

水分〈*2.48*〉　3.3 ～ 3.7%(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びシタグリプチンリン酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約20 mgずつを精密に量り，それぞれを薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマ

トグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)に溶かし，正確に200 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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシタグリプチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シタグリプチンリン酸塩($C_{16}H_{15}F_6N_5O \cdot H_3PO_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したシタグリプチンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36 gを水900 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 2.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液850 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル150 mLを加える．

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

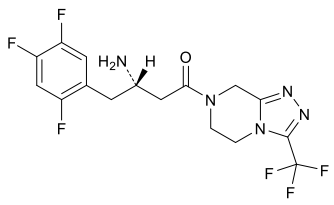
システムの性能：シタグリプチンリン酸塩標準品10 mg及びステアリルナトリウムフマル酸塩1 mgをバイアルにとり，水1 mLを加える．バイアルを密封し，80℃で20 ～ 48時間加熱する．バイアルの内容物を取り出し，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)でバイアルを3回洗浄し，洗液は先の内容物と合わせ，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて100 mLとする．この液を1時間かき混ぜ，10分間又は液が澄明になるまで遠心分離する．上澄液をシステム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンとシタグリプチンに対する相対保持時間約1.2のピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シタグリプチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

その他

類縁物質A (鏡像異性体)：(3*S*)-3-アミノ-1-[3-(トリフルオロメチル)-5,6-ジヒドロ[1,2,4]トリアゾロ[4,3-*a*]ピラジン-7(8*H*)-イル]-4-(2,4,5-トリフルオロフェニル)ブタン-1-オン



シタグリプチンリン酸塩錠

Sitagliptin Phosphate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$：407.31)を含む．

製法　本品は「シタグリプチンリン酸塩水和物」をとり，錠剤の製法により製する．

製造要件　本品の管理戦略において，事前の目標設定に始まり，製品及び工程の理解並びに工程管理に重点を置いた，立証された科学及び品質リスクマネジメントに基づく体系的な開発手法を基盤として，溶出性の試験と同等以上の識別性をもって品質を担保できることが科学的に説明可能な場合は，以下に示す崩壊性をもって溶出性の評価に代えることができる．

崩壊性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，試験時間は5分とする．

確認試験

（1）　本品1錠をとり，1 mL中にシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)約0.2 mgを含む液となるように水を加え，よく振り混ぜて崩壊させる．この液を遠心分離し，上澄液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長265 ～ 269 nmに吸収の極大を示す．

（2）　定量法の試料溶液及び標準溶液20 μLにつき，定量法の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液の主ピークの保持時間は等しい．

純度試験　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に定量法の標準溶液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に500 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の類縁物質のピーク面積A_T及び標準溶液のシタグリプチンのピーク面積A_Sを測定し，次式により計算するとき，類縁物質の合計量は0.2%以下である．なお，個々の類縁物質の量が0.1%以下のピークの面積は計算から除外する．

類縁物質の量(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 1 / 50 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したシタグリプチンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

V'/V：定量法で試料溶液を調製したときの希釈倍率

C：1錠中のシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)の表示量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシタグリプチンの保持時間の約5.5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：標準溶液5 mLを薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に10 mLとする．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンのピークのSN比は10以上である．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加え，正確に25 mLとし，よくかき混ぜる．この液V mLを正確に量り，1 mL中にシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)約80 μgを含む液となるように薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確にV' mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times V'/V \times 1/10 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したシタグリプチンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，回転バスケット法により，毎分100回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液4 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液2 mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)約14 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．別にシタグリプチンリン酸塩標準品(別途「シタグリプチンリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約29 mgを精密に量り，塩化ナトリウム溶液(37→25000)に溶かし，正確に100 mLとする．この液6 mLを正確に量り，塩化ナトリウム溶液(37→25000)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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシタグリプチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V'/V \times 1/C \times 54 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したシタグリプチンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)の表示量(mg)

試験条件

カラム，カラム温度及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：267 nm)

移動相：リン酸二水素カリウム1.36 gを水900 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 2.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液750 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250 mLを加える．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以

下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シタグリプチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品10個をとり，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確に250 mLとし，よくかき混ぜる．この液V mLを正確に量り，1 mL中にシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)約80 μgを含む液となるように薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて正確にV' mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシタグリプチンリン酸塩標準品(別途「シタグリプチンリン酸塩水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約26 mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)に溶かし，正確に250 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシタグリプチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品1個中のシタグリプチン($C_{16}H_{15}F_6N_5O$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/10 \times 0.806$

M_S：脱水物に換算したシタグリプチンリン酸塩標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用シアノプロピルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム1.36 gを水900 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 2.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液850 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル150 mLを加える．

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

システムの性能は「シタグリプチンリン酸塩水和物」の定量法のシステム適合性を準用する．ただし，本品の添加剤にステアリルナトリウムフマル酸塩が含まれている場合，次の方法を用いることができる．

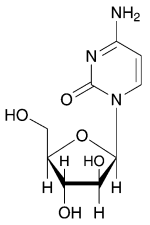
本品1個を粉砕し，バイアルにとり，水1 mLを加える．バイアルを密封し，80℃で20 ～ 48時間加熱する．バイアルの内容物を取り出し，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)でバイアルを3回洗浄し，洗液は先の内容物と合わせ，薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(19：1)を加えて100 mLとする．この液を1時間かき混ぜ，10分間又は液が澄明になるまで遠心分離する．上澄液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シタグリプチンとシタグリプチンに対する相対保持時間約1.2のピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シタグリプチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シタラビン

Cytarabine



$C_9H_{13}N_3O_5$：243.22

1-β-D-Arabinofuranosylcytosine

[*147-94-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シタラビン($C_9H_{13}N_3O_5$) 98.5 ～ 101.0%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，酢酸(100)にやや溶けやすく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい．

本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋154 ～ ＋160° (乾燥後，0.1 g，水，10 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20 gを水20 mLに溶かした液のpHは6.5 ～ 8.0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）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.01 mol/L塩酸0.25 mLを加える(0.009%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gを水10 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200 mLとし，標準溶液(1)とする．標準溶液(1) 10 mLを正確に量り，水を加えて正確に25 mLとし，標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に水飽和1－ブタノール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，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．また，この薄層板に酸性過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，主スポット以外のスポットを認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1 g，減圧，シリカゲル，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1 g)．

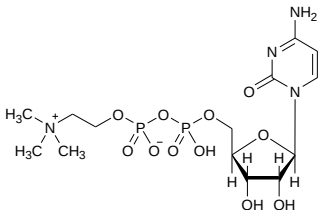
定量法　本品を乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLに溶かし，0.05 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L過塩素酸1 mL＝12.16 mg $C_9H_{13}N_3O_5$

貯法　容器　気密容器．

シチコリン

Citicoline



$C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$：488.32

P'-[2-(Trimethylammonio)ethyl] cytidine 5'-(monohydrogen diphosphate)

[*987-78-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シチコリン($C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシチコリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシチコリ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．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは2.5 ～ 3.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水8 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　遊離リン酸　本品約0.1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に10 mLとし，試料溶液とする．別にリン酸標準液4 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液それぞれに七モリブデン酸六アンモニウム・硫酸試液1 mL及び1－アミノ－2－ナフトール－4－スルホン酸試液0.5 mLを正確に加え，振り混ぜた後，20±1℃で30分間放置する．これらの液2 mLずつを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとした液につき，水10 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長730 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，遊離リン酸の量は0.1%以下である．

遊離リン酸(H_3PO_4)の含量(%)＝$1/M \times A_T/A_S \times 10.32$

M：乾燥物に換算した本品の秤取量(mg)

（5）　類縁物質　本品0.10 gを水に溶かし，100 mLとし，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200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシチコリン以外のピークの面積は，標準溶液のシチコリンのピーク面積の3／5より大きくない．また，試料溶液のシチコリン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシチコリンのピーク面積より大きくない．ただし，シチコリンに対する相対保持時間約0.62，約0.64及び約1.3のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.2，0.7及び0.5を乗じた値とする．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：シチコリンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液4 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとする。この液10 μLから得たシチコリンのピーク面積が，標準溶液のシチコリンのピーク面積の5.6 ～ 10.4%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シチコリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，0.9 ～ 1.6である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シチコリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，100℃，4時間)．

定量法　本品約0.1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別にシチコリン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約25 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に25 mLとする．この液1 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシチコリンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シチコリン($C_{14}H_{26}N_4O_{11}P_2$)の量(mg)＝$M_S \times A_T/A_S \times 4$

M_S：乾燥物に換算したシチコリン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4 mm，長さ25 cmのステンレス管に10

μmの液体クロマトグラフィー用強塩基性イオン交換樹脂を充塡したものを2本連結する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム8.17 gを水に溶かし，1000 mLとする．この液にリン酸を加えてpH 3.5に調整する．

流量：シチコリンの保持時間が約26分になるように調整する．

システム適合性

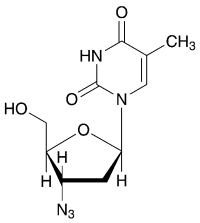
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シチコリンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，0.9 ～ 1.6である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シチコリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジドブジン

Zidovudine



$C_{10}H_{13}N_5O_4$：267.24

3′-Azido-3′-deoxythymidine

[*30516-87-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$) 97.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である.

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.

本品は光によって徐々に黄褐色となる.

融点：約124℃

本品は結晶多形が認められる.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はジドブジ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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びジドブジン標準品をそれぞれ少量の水に溶かした後，デシケーター(減圧，酸化リン(V))で乾燥したものにつき，同様の試験を行う.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋60.5 ～ ＋63.0° (脱水物に換算したもの0.5 g，エタノール(99.5)，50 mL，100 mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4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).

（2）　1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，トリフェニルメタノール及びその他の類縁物質　本品0.20 gをとり，メタノールに溶かし，正確に10 mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン，薄層クロマトグラフィー用1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン及び薄層クロマトグラフィー用トリフェニルメタノール20 mgずつをとり，試料溶液1 mLを加え，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール混液(9：1)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，標準溶液から得た1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンのスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くなく，試料溶液から得た主スポット，チミン及び1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミンのスポット以外のスポットは標準溶液から得たジドブジンのスポットより濃くない．ただし，標準溶液の三つのスポットはR_f値の小さい順に，チミン，1－[(2*R*,5*S*)－2,5－ジヒドロ－5－(ヒドロキシメチル)－2－フリル]チミン，ジドブジンのスポットである．さらに，これにバニリンの硫酸溶液(1→100)を均等に噴霧するとき，標準溶液から得たトリフェニルメタノールのスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない.

（3）　チミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用チミン約20 mgを精密に量り，メタノール100 mLに溶かし，移動相を加えて，正確に250 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のチミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりチミンの量を求めるとき，2.0%以下である．また，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チミン以外の類縁物質の量を求めるとき，ジドブジンに対する相対保持時間が1.2の3′－クロロ－3′－デオキシチミジンは1.0%以下，その他の類縁物質は0.5%以下である．また，上記で得たチミン，3′－クロロ－3′－デオキシチミジン及びその他の類縁物質の合計を求めるとき，3.0%以下である.

$$\text{チミンの量(\%)} = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 10$$

M_S：液体クロマトグラフィー用チミンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジドブジンの保持時間の約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2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 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，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たジドブジンのピーク面積がシステム適合性試験用溶液のジドブジンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する.

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.25 g，電量滴定法).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5 g).

定量法　本品及びジドブジン標準品(別途「ジドブジン」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgずつを精密

に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに移動相を加えて正確に50 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジドブジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジドブジン($C_{10}H_{13}N_5O_4$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：脱水物に換算したジドブジン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(4：1)

流量：ジドブジンの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品50 mgを移動相50 mLに溶かす．別に液体クロマトグラフィー用3′−クロロ−3′−デオキシチミジン5 mgを移動相50 mLに溶かす．これらの液をそれぞれ10 mL及び1 mLをとり，移動相を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドブジン，3′−クロロ−3′−デオキシチミジンの順に溶出し，その分離度は1.4以上であり，ジドブジンのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジドブジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

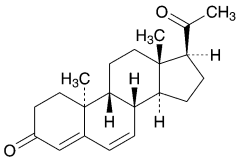
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジドロゲステロン

Dydrogesterone



$C_{21}H_{28}O_2$：312.45

9β,10α-Pregna-4,6-diene-3,20-dione

[*152-62-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$) 98.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)にやや溶けにくく，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5 mgに4－メトキシベンズアルデヒド・酢酸試液5 mL及び硫酸2 ～ 3滴を加え，水浴中で2分間加熱するとき，液は橙赤色を呈する.

（2）　本品のメタノール溶液(1→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－470 ～ －500° (乾燥後，0.1 g，クロロホルム，10 mL，100 mm).

融点〈*2.60*〉　167 ～ 171℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（2）　類縁物質　本品10 mgを移動相200 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジドロゲステロン以外のピークの合計面積は，標準溶液のジドロゲステロンのピーク面積より大きくない.

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約4 mm，長さ約15 cmのステンレス管に3 μm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填する.

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／エタノール(95)／アセトニトリル混液(53：26：21)

流量：ジドロゲステロンの保持時間が約12分になるように調整する.

カラムの選定：本品及びプロゲステロン1 mgずつを移動相20 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジドロゲステロン，プロゲステロンの順に溶出し，その分離度が8以上のものを用いる．ただし，測定波長は，265 nmとする.

検出感度：標準溶液10 μLから得たジドロゲステロンのピーク高さが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ジドロゲステロンの保持時間の約2倍の範囲

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(0.5 g，減圧，酸化リン(V)，24時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約50 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて，正確に100 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長286 nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)＝A／845 × 100000

貯法　容器　気密容器.

ジドロゲステロン錠

Dydrogesterone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$：312.45)を含む．

製法　本品は「ジドロゲステロン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験

（1）　本品を粉末とし，「ジドロゲステロン」0.05 gに対応する量をとり，メタノール50 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLを水浴上で蒸発乾固する．残留物につき，「ジドロゲステロン」の確認試験(1)を準用する．

（2）　(1)のろ液1 mLをとり，メタノールを加えて200 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長284 ～ 288 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，粉砕し，メタノールを加えて正確に100 mLとする．錠剤が完全に崩壊するまでかき混ぜた後，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液20 mLを除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約5 μgを含む液となるようにメタノールを加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1/20$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，ろ過し，初めのろ液10 mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約56 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．別に定量用ジドロゲステロンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で24時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液1 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，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長296 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)
C：1錠中のジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)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．ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)約10 mgに対応する量を精密に量り，メタノール50 mLを加えて振り混ぜた後，メタノールを加えて正確に100 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジドロゲステロンを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約10 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に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〈*2.24*〉により試験を行い，波長286 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

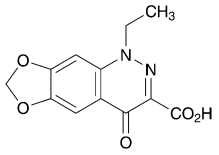
ジドロゲステロン($C_{21}H_{28}O_2$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用ジドロゲステロンの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

シノキサシン

Cinoxacin



$C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22

5-Ethyl-8-oxo-5,8-dihydro[1,3]dioxolo[4,5-*g*]cinnoline-7-carboxylic acid

[*28657-80-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$) 98.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはないか，又は僅かに特異なにおいがあり，味は苦い.

本品は*N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はアセトンに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希水酸化ナトリウム試液に溶ける.

融点：約265℃(分解).

確認試験

（1）　本品30 mgを希水酸化ナトリウム試液10 mLに溶かし，水を加えて100 mLとする．この液1 mLに0.1 mol/L塩酸試液を加えて50 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20 gを希水酸化ナトリウム試液10 mLに溶かし，0.1 mol/L塩酸試液20 mLを加えて振り混ぜ，ろ過し，ろ液に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸0.20 mL，希水酸化ナトリウム試液10 mL，0.1 mol/L塩酸試液20 mL及び水を加えて50 mLとする(0.048%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（3）　類縁物質　本品10 mgをアセトン10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に200 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約10 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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，1時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 60 mLを加え，加温して溶かす．冷後，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝26.22 mg $C_{12}H_{10}N_2O_5$

貯法　容器　気密容器.

シノキサシンカプセル

Cinoxacin Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$：262.22)を含む．

製法　本品は「シノキサシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「シノキサシン」10 mgに対応する量をとり，アセトン20 mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液3 mLをとり，アセトンを加えて10 mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシン10 mgをとり，アセトン20 mLに溶かす．この液3 mLをとり，アセトンを加えて10 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ィー〈2.03〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／アンモニア水(28)混液(14：4：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，希水酸化ナトリウム試液40 mLを加えて微温湯中で時々振り混ぜながらカプセルを溶かし，冷後，水を加えてよく振り混ぜた後，1 mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約1 mgを含む液となるように水を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液1 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液40 mLに溶かし，水を加えて正確に200 mLとする．この液1 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に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〈2.24〉により試験を行い，波長354 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約11 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約22 mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に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〈2.24〉により試験を行い，波長351 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)
C：1カプセル中のシノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)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，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，少量のジエチルエーテルで洗い，室温に放置してジエチルエーテルを揮散させた後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)約50 mgに対応する量を精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10 mLを加えて振り混ぜた後，水を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液1 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別に定量用シノキサシンを105℃で1時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，希水酸化ナトリウム試液10 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 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〈2.24〉により試験を行い，波長354 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

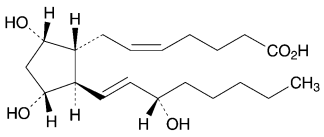
シノキサシン($C_{12}H_{10}N_2O_5$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：定量用シノキサシンの秤取量(mg)

貯法　容器　密閉容器．

ジノプロスト

Dinoprost



$C_{20}H_{34}O_5$：354.48

(5*Z*)-7-{(1*R*,2*R*,3*R*,5*S*)-3,5-Dihydroxy-2-[(1*E*,3*S*)-3-hydroxyoct-1-en-1-yl]cyclopentyl}hept-5-enoic acid

[*551-11-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジノプロスト($C_{20}H_{34}O_5$) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色のろう状の塊又は粉末，若しくは無色～淡黄色澄明の粘稠性のある液で，においはない．

本品は*N*,*N*－ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品5 mgに硫酸2 mLを加え，5分間振り混ぜて溶かすとき，液は暗赤色を呈する．この液に硫酸30 mLを追加するとき，液は橙黄色を呈し，緑色の蛍光を発する．

（2）　本品1 mgを薄めた硫酸(7→10) 50 mLに溶かし，50℃の水浴中で40分間加温する．冷後，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を40℃に加温して液状としたものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24 ～ ＋31°(0.2 g，エタノール(99.5)，10 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20 gをエタノール(99.5) 5 mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　類縁物質　本品10 mgをメタノール2 mLに溶かし，更に水を加えて10 mLとし，試料溶液とする．試料溶液3 mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→5)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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジノプロスト以外のピークの合計面積は標準溶液のジノプロストのピーク面積より大きくない．

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205 nm)

カラム：内径約5 mm，長さ約15 cmのステンレス管に5 μm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充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液／アセトニトリル混液(5：2)

流量：ジノプロストの保持時間が約20分になるように調整する．

カラムの選定：パラオキシ安息香酸イソプロピル及びパラオキシ安息香酸プロピル0.01 gずつをメタノール2 mLに溶かし，更に水を加えて10 mLとする．この液1 mLをとり，薄めたメタノール(1→5)を加えて30 mLとした液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，パラオキシ安息香酸イソプロピル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度が2.5以上のものを用いる．

検出感度：標準溶液から得たジノプロストのピーク高さがフルスケールの5 ～ 15%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ジノプロストの保持時間の約1.5倍の範囲

水分〈*2.48*〉　0.5%以下(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約50 mgを精密に量り，*N*,*N*－ジメチルホルムアミド30 mLに溶かし，窒素気流中で0.02 mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1 mL
＝7.090 mg $C_{20}H_{34}O_5$

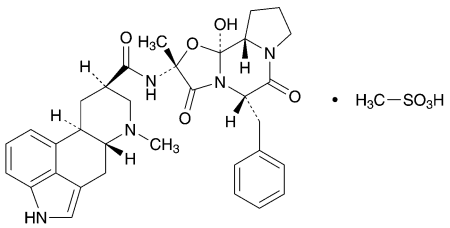
貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩

Dihydroergotamine Mesilate



$C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：679.78

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-methyl-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*6190-39-2*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロエルゴタミンメシル酸塩($C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$) 97.0%以上を含む．

性状　本品は白色～帯黄白色又は灰白色～帯赤白色の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，メタノール又はクロロホルムにやや溶けにくく，水又はエタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に着色する．

融点：約214℃(分解)．

確認試験

（1）　本品1 mgをL−酒石酸溶液(1→100) 5 mLに溶かし，この液1 mLに4−ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩化鉄(Ⅲ)試液2 mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　本品0.1 gに水酸化ナトリウム0.4 gを加えてよくかき混ぜ，徐々に強熱し，灰化する．冷後，残留物に水10 mLを加え，沸騰するまで加熱し，冷後，ろ過する．ろ液に塩酸0.5 mLを加えた液は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．別に本品0.1 gに希塩酸5 mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液に塩化バリウム試液1 mLを加えるとき，液は澄明である．

（3）　本品のメタノール溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−16.7 ～ −22.7° (乾燥物に換算したもの0.5 g，エタノール(99.5)／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(10：10：1)，20 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.05 gを水50 mLに溶かした液のpHは4.4 ～ 5.4である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10 gをメタンスルホン酸溶液(7→100) 0.1 mL及び水50 mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液(1)又は(2)より濃くない．

比較液(1)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6 mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.15 mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100 mLとする．

比較液(2)：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液0.6 mL，塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.25 mL及び硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.1 mLをそれぞれ正確にとって混和し，この液に薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に100 mLとする．

（2）　類縁物質　本操作は，光を避けて，遮光した容器を用いて行う．本品0.10 gをクロロホルム／メタノール混液(9：1) 5 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に200 mLとし，標準溶液(1)とする．この液10 mLを正確にとり，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて正確に25 mLとし，標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 5 μL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．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を冷風で1分以内に乾燥する．直ちに，新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：6：1)を展開溶媒として約15 cm再び展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用4−ジメチルアミノベンズアルデヒド試液を均等に噴霧した後，薄層板を温風で乾燥するとき，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(1)から得たスポットより濃くなく，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0％以下(0.5 g，減圧・0.67 kPa以下，100℃，6時間)．

定量法　本品約0.2 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(10：1) 170 mLに溶かし，0.02 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L過塩素酸1 mL＝13.60 mg $C_{33}H_{37}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$

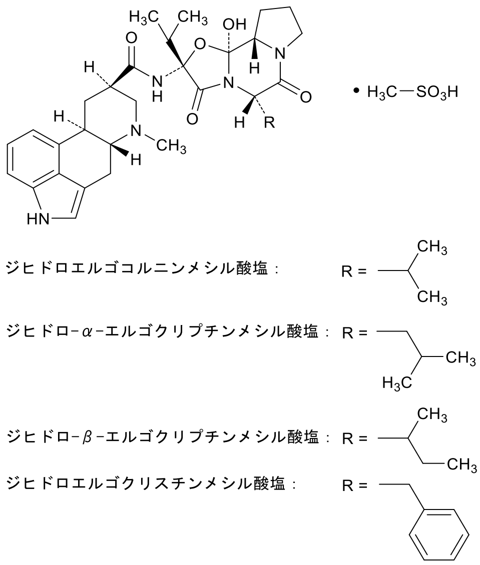
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩

Dihydroergotoxine Mesilate



ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩

$C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：659.79

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′,5′-bis(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(2-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩

$C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：673.82

(5′*S*,10*R*)-12′-Hydroxy-2′-(1-methylethyl)-5′-(1-methylpropyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩

$C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$：707.84

(5′*S*,10*R*)-5′-Benzyl-12′-hydroxy-2′-(1-methylethyl)-9,10-dihydroergotaman-3′,6′,18-trione monomethanesulfonate

[*8067-24-1*，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩[ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の混合物]を97.0 ～ 103.0％含み，ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩($C_{31}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩($C_{35}H_{41}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量はそれぞれ30.3 ～ 36.3％である．また，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩($C_{32}H_{43}N_5O_5 \cdot CH_4O_3S$)の相対含量比は1.5 ～ 2.5：1である．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水，アセトニトリル又はクロロホルムに溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋11.0 ～ ＋15.0°(脱水物に換算したもの0.2 g，希エタノール，20 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.10 gを水20 mLに溶かすとき，液は澄明で，その色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.0 mLに硫酸銅(Ⅱ)の色の比較原液0.4 mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4 mLに薄めた塩酸(1→40)を加えて正確に200 mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.100 gを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に5 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩10 mgを正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)に溶かし，正確に100 mLとする．この液6 mL，4 mL及び2 mLをそれぞれ正確に量り，クロロホルム／メタノール混液(9：1)を加えて，それぞれ正確に10 mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)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．ただし，展開用容器にろ紙を入れない．試料溶液，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3) 5 µL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．次にジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を冷風で乾燥し，直ちに新たに調製したジクロロメタン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(50：50：3：1)を展開溶媒とし再び約15 cm展開した後，薄層板を1分以内に冷風で乾燥させる．これに4－ジメチルアミノベンズアルデヒド・塩酸試液を均等に噴霧し，冷風で2分以内に乾燥し，次に40℃で15分間加熱するとき，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(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下で，かつ標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは4個以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0％以下(0.2 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1％以下(1 g)．

定量法

（1）　ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩　本品及びジヒド

ロエルゴトキシンメシル酸塩標準品約30 mgずつを精密に量り，それぞれを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，次に内標準溶液10 mLずつを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(3：1)を加えて50 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20 μL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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比を求め，次式によりジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量を求める．

ジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩の量(mg)
$= M_S \times (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) / (Q_{SA} + Q_{SB} + Q_{SC} + Q_{SD})$

M_S：脱水物に換算したジヒドロエルゴトキシンメシル酸塩標準品の秤取量(mg)
Q_{TA}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比× 659.80
Q_{TB}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比× 673.83
Q_{TC}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比× 707.85
Q_{TD}：内標準物質のピーク面積に対する試料溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比× 673.83
Q_{SA}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴコルニンのピーク面積の比× 659.80
Q_{SB}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－α－エルゴクリプチンのピーク面積の比× 673.83
Q_{SC}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロエルゴクリスチンのピーク面積の比× 707.85
Q_{SD}：内標準物質のピーク面積に対する標準溶液のジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比× 673.83

内標準溶液　クロラムフェニコール0.04 gを水／アセトニトリル混液(3：1)に溶かし，250 mLとする．
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)
カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：水／アセトニトリル／トリエチルアミン混液(30：10：1)
流量：クロラムフェニコールの保持時間が約5分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン，ジヒドロ－β－エルゴクリプチンの順に溶出し，ジヒドロ－α－エルゴクリプチンとジヒドロエルゴクリスチンの分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液20 μL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ジヒドロエルゴコルニン，ジヒドロ－α－エルゴクリプチン，ジヒドロエルゴクリスチン及びジヒドロ－β－エルゴクリプチンのピーク面積の比の相対標準偏差はそれぞれ0.5%以下である．

（2）　ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムよりジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩，ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩(ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩とジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩)及びジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量を以下の式に従い求める．

ジヒドロエルゴコルニンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TA} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリプチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= (Q_{TB} + Q_{TD}) / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$
ジヒドロエルゴクリスチンメシル酸塩の相対含量(%)
$= Q_{TC} / (Q_{TA} + Q_{TB} + Q_{TC} + Q_{TD}) \times 100$

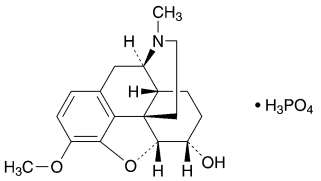
（3）　ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比　定量法(1)の試料溶液のクロマトグラムより以下の式に従い求める．

ジヒドロ－α－エルゴクリプチンメシル酸塩のジヒドロ－β－エルゴクリプチンメシル酸塩に対する含量比
$= Q_{TB} / Q_{TD}$

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩

Dihydrocodeine Phosphate



$C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$: 399.38

(5*R*,6*S*)-4,5-Epoxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-ol monophosphate

[*24204-13-5*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$) 98.0%以上を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である.

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)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1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは3.0 ～ 5.0である.

本品は光によって変化する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→10000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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.

（3）　本品の水溶液(1→20)はリン酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　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).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸1.0 mLを加える(0.240%以下).

（3）　類縁物質　本品0.20 gを薄めたエタノール(1→2) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，薄めたエタノール(1→2)を加えて正確に50 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にエタノール(99.5)／トルエン／アセトン／アンモニア水(28)混液(14：14：7：1)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，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.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5 g，105℃，4時間).

定量法　本品約0.5 gを精密に量り，酢酸(100) 70 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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帯緑青色に変わるときとする．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＝39.94 mg $C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジヒドロコデインリン酸塩散1%

1% Dihydrocodeine Phosphate Powder

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38) 0.90 ～ 1.10%を含む．

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	10 g
乳糖水和物	適量
全量	1000 g

以上をとり，顆粒剤又は散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液(1→100)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281 ～ 285 nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品約1 gを精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mL以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩(別途105℃，4時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水に溶かし，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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジヒドロコデインのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 9 / 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジヒドロコデインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品約5 gを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩(別途105℃，4時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μL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ジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　エチレフリン塩酸塩溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000) 500 mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.0に調整する．この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジヒドロコデインリン酸塩散10%

10% Dihydrocodeine Phosphate Powder

本品は定量するとき，ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$：399.38) 9.3 ～ 10.7%を含む．

製法

ジヒドロコデインリン酸塩	100 g
乳糖水和物	適量
全量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

確認試験　本品の水溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長281 ～ 285 nmに吸収の極大を示す．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品約0.1 gを精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液10 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mL以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩(別途105℃，4時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 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50 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジヒドロコデインのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 9 / 20$

M_S：乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデインのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ 3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジヒドロコデインのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品約2.5 gを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，水を加えて20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジヒドロコデインリン酸塩(別途105℃，4時間で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μL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ジヒドロコデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジヒドロコデインリン酸塩($C_{18}H_{23}NO_3 \cdot H_3PO_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：乾燥物に換算した定量用ジヒドロコデインリン酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　エチレフリン塩酸塩溶液(3→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000) 500 mLに溶かした後，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.0に調整する．この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを混和する．

流量：ジヒドロコデインの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

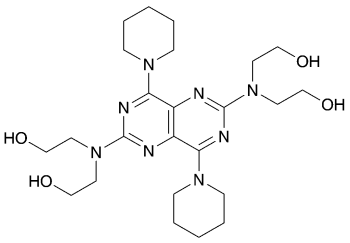
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジヒドロコデイン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジヒドロコデインのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジピリダモール

Dipyridamole



$C_{24}H_{40}N_8O_4$：504.63

2,2′,2″,2‴-{[4,8-Di(piperidin-1-yl)pyrimido[5,4-*d*]pyrimidine-2,6-diyl]dinitrilo}tetraethanol

[*58-32-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジピリダモール($C_{24}H_{40}N_8O_4$) 98.5%以上を含む．

性状　本品は黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は僅かに苦い．

本品はクロロホルムに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品5 mgを硫酸2 mLに溶かし，硝酸2滴を加えて振り混ぜるとき，液は濃紫色を呈する．

（2）　本品のメタノール／塩酸混液(99：1)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

融点〈*2.60*〉　165 ～ 169℃

純度試験

（1）　溶状　本品0.5 gをクロロホルム10 mLに溶かすとき，液は黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品50 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液0.5 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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジピリダモール以外のピークの合計面積は，標準溶液のジピリダモールのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 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ィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム0.2 gを水200 mLに溶かし，メタノール800 mLを加える．

流量：ジピリダモールの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：ジピリダモールの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に25 mLとする．この液20 μLから得たジピリダモールのピーク面積が，標準溶液のジピリダモールのピーク面積の15 ～ 25%になることを確認する．

システムの性能：本品7 mg及びテルフェニル3 mgをメタノール50 mLに溶かす．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジピリダモール，テルフェニルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジピリダモールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.2%以下(1 g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6 gを精密に量り，メタノール70 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝50.46 mg $C_{24}H_{40}N_8O_4$

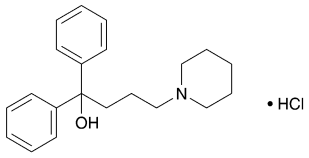
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

ジフェニドール塩酸塩

Difenidol Hydrochloride



$C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$: 345.91

1,1-Diphenyl-4-piperidin-1-ylbutan-1-ol monohydrochloride

[*3254-89-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェニドール塩酸塩($C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$) 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.

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，水又は酢酸(100)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.

融点：約217℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.01 gを硫酸1 mLに溶かすとき，液は橙赤色を呈する．この液に注意して水3滴を加えるとき，液は帯黄褐色となり，更に水10 mLを加えるとき，無色となる.

（2）　本品の水溶液(1→100) 5 mLにライネッケ塩試液2 mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる.

（3）　本品の水溶液(1→100) 10 mLに水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，クロロホルム15 mLずつで2回抽出する．抽出液を合わせ，水10 mLずつで3回洗った後，水浴上でクロロホルムを蒸発し，残留物をデシケーター(減圧，シリカゲル，55℃)で5時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は103 ～ 106℃である.

（4）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　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4.7 ～ 6.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをメタノール10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10 gをとり，メタノールに溶かし，正確に10 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用1,1－ジフェニル－4－ピペリジノ－1－ブテン塩酸塩10 mgをとり，メタノールに溶かし，正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(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／メタノール／酢酸(100)混液(10：2：1)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧，シリカゲル，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

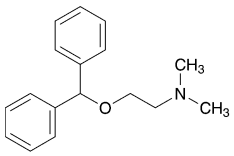
定量法　本品を乾燥し，その約0.35 gを精密に量り，酢酸(100) 30 mLを加え，必要ならば加温して溶かし，冷後，無水酢酸30 mLを加え，0.05 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05 mol/L過塩素酸1 mL＝17.30 mg $C_{21}H_{27}NO \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器.

ジフェンヒドラミン

Diphenhydramine



$C_{17}H_{21}NO$：255.35

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine

[*58-73-1*]

本品は定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$) 96.0%以上を含む．

性状　本品は淡黄色～黄色澄明の液で，特異なにおいがあり，味は初め舌をやくようであり，後に僅かに舌を麻痺させる．

本品は無水酢酸，酢酸(100)，エタノール(95)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水に極めて溶けにくい．

本品は光によって徐々に変化する．

屈折率　n_D^{20}：約1.55

沸点：約162℃(減圧・0.67 kPa)．

確認試験

（1）　本品50 mgに硫酸2 mLを加えるとき，直ちに橙赤色の沈殿を生じ，放置するとき，赤褐色に変わる．これに注意して水2 mLを加えるとき，色の濃さは変わるが，色調は変化しない．

（2）　本品0.1 gを希エタノール10 mLに溶かし，2,4,6－トリニトロフェノールの飽和希エタノール溶液の過量をかき混ぜながら加え，氷冷する．析出した結晶をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128 ～ 133℃である．

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.013 ～ 1.020

純度試験

（1）　β－ジメチルアミノエタノール　本品1.0 gをジエチルエーテル20 mLに溶かし，水10 mLずつとよく振り混ぜて2回抽出する．水抽出液を合わせ，フェノールフタレイン試液2滴及び0.05 mol/L硫酸1.0 mLを加えるとき，液は赤色を呈しない．

（2）　ベンズヒドロール　本品1.0 gを分液漏斗に入れ，ジエチルエーテル20 mLに溶かし，薄めた塩酸(1→15) 25 mLずつでよく振り混ぜて2回抽出する．ジエチルエーテル層を分取し，水浴上で徐々に蒸発し，残留物をデシケーター(シリカゲル)で2時間減圧乾燥するとき，その量は20 mg以下である．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品約0.5 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

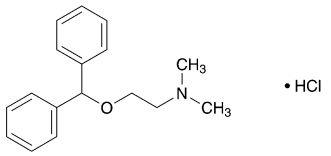
貯法

保存条件　遮光して，ほとんど全満して保存する．

容器　気密容器．

ジフェンヒドラミン塩酸塩

Diphenhydramine Hydrochloride



$C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$: 291.82

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine monohydrochloride

[*147-24-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン塩酸塩($C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$) 98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦く，舌を麻痺させる.

本品はメタノール又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，水又はエタノール(95)に溶けやすく，無水酢酸にやや溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって徐々に変化する.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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.

（3）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.0である.

融点〈*2.60*〉　166 ～ 170℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4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).

（3）　類縁物質　本品0.20 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200 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ィー〈*2.03*〉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．次にヘキサン／酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：4：2：1)の上層を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにヨウ素試液を均等に噴霧するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点の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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝29.18 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot HCl$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジフェンヒドラミン・バレリル尿素散

Diphenhydramine and Bromovalerylurea Powder

製法

タンニン酸ジフェンヒドラミン	90 g
ブロモバレリル尿素	500 g
デンプン，乳糖水和物又はこれらの混合物	適量
全量	1000 g

以上をとり，散剤の製法により製する．

性状　本品は僅かに灰色を帯びた白色である．

確認試験

（1）　本品0.1 gに希塩酸5 mL，エタノール(95) 1 mL及び水10 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液に水酸化ナトリウム試液10 mL及びクロロホルム10 mLを加えて抽出し，クロロホルム層を分取し，ブロモフェノールブルー試液1 mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する(タンニン酸ジフェンヒドラミン).

（2）　本品0.02 gにジエチルエーテル10 mLを加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液を水浴上で蒸留しジエチルエーテルを留去し，残留物を水酸化ナトリウム試液2 mLに溶かし，ジメチルグリオキシム・チオセミカルバジド試液5 mLを加えて水浴中で30分間加熱するとき，液は赤色を呈する(ブロモバレリル尿素).

（3）　本品0.3 gにメタノール5 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にブロムワレリル尿素0.15 g及びタンニン酸ジフェンヒドラミン0.03 gをそれぞれメタノール5 mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 5 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た3個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，この薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(2)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，橙色を呈する．

貯法　容器　密閉容器.

ジフェンヒドラミン・フェノール・亜鉛華リニメント

Diphenhydramine, Phenol and Zinc Oxide Liniment

製法

ジフェンヒドラミン	20 g
フェノール・亜鉛華リニメント	980 g
全量	1000 g

以上をとり，混和して製する．

性状　本品は白色～類白色ののり状で僅かにフェノールのにおいがある．

確認試験

（1）　本品は3 gにヘキサン20 mLを加えてよく振り混ぜた後，ヘキサン層を分取し，0.2 mol/L塩酸10 mLを加えてよく振り混ぜる．水層を分取し，水酸化ナトリウム試液を加えてpH 4.6に調整し，ブロモフェノールブルー・フタル酸水素カリウム試液1 mL及びクロロホルム10 mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は黄色を呈する(ジフェンヒドラミン).

（2）　本品1 gを磁製るつぼにとり，徐々に温度を高めて炭化し，更にこれを強熱するとき，黄色を呈し，冷えると色は消える．さらに残留物に水10 mL及び希塩酸5 mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過し，ろ液にヘキサシアノ鉄(Ⅱ)酸カリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる(酸化亜鉛).

（3）　本品0.5 gに，水1 mL及びクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜた後，クロロホルム層を分取し，試料溶液とする．別にジフェンヒドラミン及びフェノール0.01 gずつをそれぞれクロロホルム5 mLに溶かし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 5 μL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．次に酢酸エチル／エタノール(99.5)／アンモニア水(28)混液(50：5：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，試料溶液から得た2個のスポットのR_f値は，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得たそれぞれのスポットのR_f値に等しい．また，ヨウ素を揮散させた薄層板に噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，標準溶液(1)から得たスポット及びそれに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，橙色を呈する．

貯法

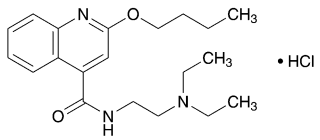
保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器.

ジブカイン塩酸塩

Dibucaine Hydrochloride

塩酸シンコカイン



$C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl：379.92

2-Butyloxy-*N*-(2-diethylaminoethyl)-4-quinolinecarboxamide monohydrochloride

[*61-12-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジブカイン塩酸塩($C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl) 98.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品は水，エタノール(95)又は酢酸(100)に極めて溶けやすく，無水酢酸に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の1 mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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.

（3）　本品の水溶液(1→10)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水50 mLに溶かした液のpHは5.0 ～ 6.0である.

融点〈*2.60*〉　95 ～ 100℃　本品を融点測定用毛細管に入れ，酸化リン(V)を乾燥剤とし，80℃で5時間減圧乾燥し，直ちに融封して測定する.

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．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430 nmにおける吸光度は0.03以下である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.30 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(0.056%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　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).

（4）　類縁物質　本品0.20 gをエタノール(95) 5 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，エタノール(95)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ィー〈*2.03*〉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．次に酢酸エチル／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.

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，80℃，5時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.3 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝19.00 mg $C_{20}H_{29}N_3O_2$・HCl

貯法　容器　気密容器.

乾燥ジフテリアウマ抗毒素

Freeze-dried Diphtheria Antitoxin, Equine

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品はウマ免疫グロブリン中のジフテリア抗毒素を含む．

本品は生物学的製剤基準の乾燥ジフテリアウマ抗毒素の条に適合する．

性状　本品は溶剤を加えるとき，無色～淡黄褐色の澄明又は僅かに白濁した液となる．

ジフテリアトキソイド

Diphtheria Toxoid

　　本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含む液状の注射剤である．

　　本品は生物学的製剤基準のジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状　本品は無色～淡黄褐色澄明の液である．

成人用沈降ジフテリアトキソイド

Adsorbed Diphtheria Toxoid for Adult Use

本品はジフテリア毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイドを含み，それ以外の抗原性物質の含量の少ない液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の成人用沈降ジフテリアトキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

沈降ジフテリア破傷風混合トキソイド

Adsorbed Diphtheria-Tetanus Combined Toxoid

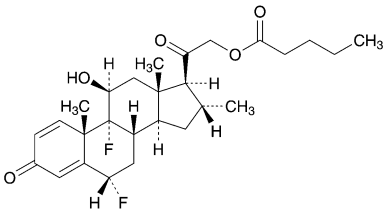
本品はジフテリア毒素及び破傷風毒素をホルムアルデヒド液でその免疫原性をなるべく損なわないように無毒化して得たジフテリアトキソイド及び破傷風トキソイドを含む液にアルミニウム塩を加えてトキソイドを不溶性とした液状の注射剤である．

本品は生物学的製剤基準の沈降ジフテリア破傷風混合トキソイドの条に適合する．

性状　本品は振り混ぜるとき，均等に白濁する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル

Diflucortolone Valerate



$C_{27}H_{36}F_2O_5$：478.57

6α,9-Difluoro-11β,21-dihydroxy-16α-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 21-pentanate

[*59198-70-8*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(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10 mgをとり，0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液0.5 mL及び水20 mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はジフルコルトロン吉草酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はジフルコルトロン吉草酸エステル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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋110 ～ ＋115° (乾燥物に換算したもの0.1 g，エタノール(99.5)，10 mL，100 mm)．

融点〈*2.60*〉　200 ～ 204℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gを白金るつぼにとり，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)．ただし，炭化及び灰化は強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用する．

（2）　類縁物質　定量法で得た試料溶液10 μL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，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.97，相対保持時間1.03及び相対保持時間1.05のフルコルトロン吉草酸エステル，12α ジフルコルトロン吉草酸エステル及び⊿4 ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークはそれぞれ0.6%以下，相対保持時間約1.09のクロコルトロン吉草酸エステルのピークは0.3%以下，その他の個々のピークは0.1%以下である．また，ジフルコルトロン吉草酸エステル以外のピークの合計量は2.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフルコルトロン吉草酸エステルの保持時間の約1.4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0.1 mLに水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて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／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%であることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g，白金るつぼ)．

定量法　本品及びジフルコルトロン吉草酸エステル標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約5 mg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)に溶かし，正確に10 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ジフルコルトロン吉草酸エステル($C_{27}H_{36}F_2O_5$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したジフルコルトロン吉草酸エステル標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmのスルホンアミド基を結合した液体クロマトグラフィー用ヘキサデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH 3.0に調整した溶液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 10	100 → 90	0 → 10
10 ～ 25	90	10
25 ～ 45	90 → 35	10 → 65
45 ～ 50	35	65

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

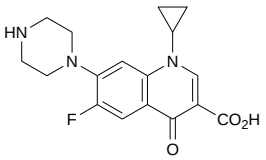
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジフルコルトロン吉草酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

シプロフロキサシン

Ciprofloxacin



$C_{17}H_{18}FN_3O_3$：331.34

1-Cyclopropyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid

[*85721-33-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロフロキサシン($C_{17}H_{18}FN_3O_3$) 98.5 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

本品はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に黄みを帯びる．

融点：約270℃(分解)．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシプロフロキサシ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．

（2）　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシプロフロキサシン標準品50 mgを，それぞれアンモニア試液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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板をアンモニア蒸気中に約15分間放置する．次にメタノール／ジクロロメタン／アンモニア水(28)／アセトニトリル混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.5 gに水75 mLを加え，5分間煮沸する．冷後，水を加えて75 mLとし，ろ過する．ろ液25 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．比較液は0.01 mol/L塩酸0.30 mLに希硫酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.021%以下)．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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）　フルオロキノロン酸　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgをアンモニア試液に溶かし，正確に5 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用フルオロキノロン酸10 mgをアンモニア試液0.1 mL及び水に溶かし，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10 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板をアンモニア蒸気中に15分間放置する．次にメタノール／ジクロロメタン／アンモニア水(28)／アセトニトリル混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約10 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，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない．

（4）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品25 mgに水／リン酸混液(13：1) 2 mLを加え，更に移動相を加えて溶かし，50 mLとし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の2.5倍より大きくない．ただし，シプロフロキサシンに対する相対保持時間約0.4，約0.5及び約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数6.7，1.3及び1.4を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒ピークの後からシプロフロキサシンの保持時間の約2.3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液50 μLから得たシプロフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の20 ～ 30%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(2 g，減圧，120℃，6時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(2 g)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシプロフロキサシン標準品を乾燥し，その約25 mgずつを精密に量り，それぞれに水／リン酸混液(13：1) 2 mLを加え，更に移動相を加えて溶かし，正確に50 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシプロフロキサシンのピーク面積 A_T及びA_Sを測定する．

シプロフロキサシン($C_{17}H_{18}FN_3O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：シプロフロキサシン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278 nm)

カラム：内径4 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸2.88 gに水を加えて1000 mLとし，トリエチルアミンを加えてpH 3.0に調整する．この液870 mLにアセトニトリル130 mLを加える．

流量：シプロフロキサシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

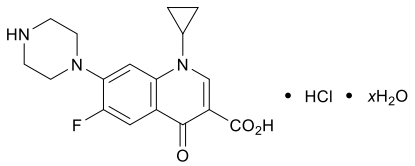
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シプロフロキサシン塩酸塩水和物

Ciprofloxacin Hydrochloride Hydrate



$C_{17}H_{18}FN_3O_3$・HCl・$x$$H_2O$

1-Cyclopropyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-dihydroquinoline-3-carboxylic acid monohydrochloride hydrate

[*86393-32-0*, 一水和物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シプロフロキサシン塩酸塩($C_{17}H_{18}FN_3O_3$・HCl：367.80) 98.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である.

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくい.

本品は光によって徐々に僅かに褐色を帯びた淡黄色となる.

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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.

（2）　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgを水5 mLに溶かし，試料溶液とする．別にシプロフロキサシン標準品45 mgをアンモニア試液5 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．この薄層板をアンモニア蒸気中に15分間放置する．次にメタノール／ジクロロメタン／アンモニア水(28)／アセトニトリル混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい.

（3）　本品の水溶液(1→500)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸0.50 mLを加える(0.048%以下).

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（3）　フルオロキノロン酸　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgを水に溶かし，正確に5 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用フルオロキノロン酸10 mgをアンモニア試液0.1 mL及び水に溶かし，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10 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．薄層板をアンモニア蒸気中に15分間放置する．次にメタノール／ジクロロメタン／アンモニア水(28)／アセトニトリル混液(4：4：2：1)を展開溶媒として約10 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，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液のスポットより濃くない.

（4）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品25 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の2.5倍より大きくない．ただし，シプロフロキサシンに対する相対保持時間約0.4，約0.5及び約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数6.7，1.3及び1.4を乗じた値とする.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒ピークの後からシプロフロキサシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液50 μLから得たシプロフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の20 ～ 30%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，1.5以下である.

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

水分〈*2.48*〉　4.7 ～ 6.7%(0.2 g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品約25 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にシプロフロキサシン標準品を120℃で6時間減圧乾燥し，その約22.5 mgを精密に量り，水／リン酸混液(13：1) 2 mLを加え，更に移動相を加えて溶かし，正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシプロフロキサシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する.

シプロフロキサシン塩酸塩($C_{17}H_{18}FN_3O_3$・HCl)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1.110$

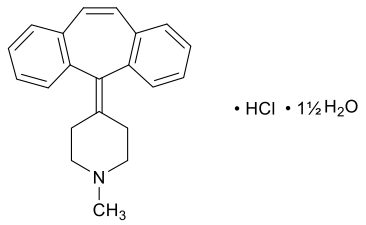
M_S：シプロフロキサシン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278 nm)
カラム：内径4 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：リン酸2.88 gに水を加えて1000 mLとし，トリエチルアミンを加えてpH 3.0に調整する．この液870 mLにアセトニトリル130 mLを加える．
流量：シプロフロキサシンの保持時間が約7分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3500段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

シプロヘプタジン塩酸塩水和物

Cyproheptadine Hydrochloride Hydrate



$C_{21}H_{21}N \cdot HCl \cdot 1\frac{1}{2}H_2O$：350.88

4-(5*H*-Dibenzo[*a*,*d*]cyclohepten-5-ylidene)-1-methylpiperidine monohydrochloride sesquihydrate

[*41354-29-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シプロヘプタジン塩酸塩($C_{21}H_{21}N \cdot HCl$：323.86) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはなく，味は僅かに苦い．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，クロロホルムにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.1 gをメタノール10 mLに溶かし，この液1滴をろ紙上に滴下し，風乾した後，紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，薄い青色の蛍光を発する．

（2）　本品0.1 gを分液漏斗に入れ，クロロホルム5 mLに溶かし，水4 mL及び炭酸ナトリウム試液1 mLを加えて振り混ぜる．クロロホルム層を別の分液漏斗にとり，水4 mLを加え，振り混ぜて洗う．クロロホルム層をあらかじめクロロホルムで潤した脱脂綿を用いてろ過し，ろ液を蒸発乾固する．残留物に希エタノール8 mLを加え，65℃に加温して溶かした後，冷却しながらガラス棒で内壁をこすり，結晶が析出し始めてから30分間放置する．結晶をろ取し，80℃で2時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は111 ～ 115℃である．

（3）　本品のエタノール(95)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の飽和水溶液は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　酸　本品2.0 gをメタノール25 mLに溶かし，メチルレッド試液1滴及び0.1 mol/L水酸化ナトリウム液0.30 mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　7.0 ～ 9.0%(1 g，減圧・0.67 kPa以下，100℃，5時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

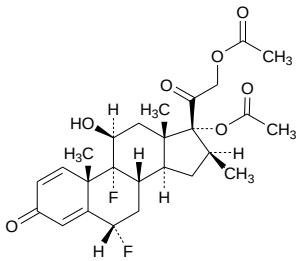
定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，酢酸(100) 20 mLを加え，50℃に加温して溶かす．冷後，無水酢酸40 mLを加え，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝32.39 mg $C_{21}H_{21}N \cdot HCl$

貯法　容器　密閉容器．

ジフロラゾン酢酸エステル

Diflorasone Diacetate



$C_{26}H_{32}F_2O_7$：494.52

6α,9-Difluoro-11β,17,21-trihydroxy-16β-methylpregna-1,4-diene-3,20-dione 17,21-diacetate

[*33564-31-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフロラゾン酢酸エステル($C_{26}H_{32}F_2O_7$) 97.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はアセトニトリルにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

融点　約222℃(分解).

確認試験

(1)　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又は乾燥したジフロラゾン酢酸エステル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.

(2)　本品10 mgをとり，薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム液(1→40) 20 mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋88 ～ ＋93° (乾燥後，0.1 g，アセトニトリル，10 mL，100 mm).

純度試験

(1)　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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1.0 mLを加える(10 ppm以下).

(2)　類縁物質　本品20 mgをアセトニトリル20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジフロラゾン酢酸エステルに対する相対保持時間約0.5，約0.7，約0.9及び約1.1のピーク面積は，それぞれ標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の1／4，1／4，1／2及び3／4より大きくなく，試料溶液のジフロラゾン酢酸エステル及び上記以外のピークの合計面積は，標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のジフロラゾン酢酸エステル以外のピークの合計面積は，標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の1.5倍より大きくない.

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジフロラゾン酢酸エステルの保持時間の約1.4倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する.

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積が，標準溶液のジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する.

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.2 g，減圧，酸化リン(V)，60℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5 g，白金るつぼ).

定量法　本品及びジフロラゾン酢酸エステル標準品を乾燥し，その約20 mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液4 mLずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて溶かして20 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10 μL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ジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

ジフロラゾン酢酸エステル($C_{26}H_{32}F_2O_7$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：ジフロラゾン酢酸エステル標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→200)を加えてpH 4.0に調整する．この液550 mLにアセトニトリル400 mL及びテトラヒドロフラン100 mLを加える.

流量：ジフロラゾン酢酸エステルの保持時間が約15分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：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，ジフロラゾン酢酸エステルの順に溶出し，その分離度は9以上である.

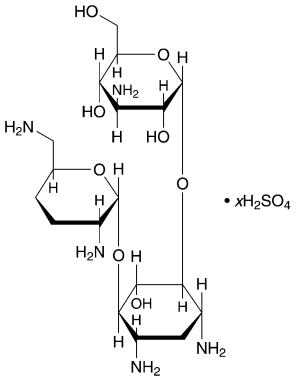
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するジフロラゾン酢酸エステルのピーク面積の比

95　　の相対標準偏差は1.0%以下である.

96　**貯法**　容器　気密容器.

ジベカシン硫酸塩

Dibekacin Sulfate



$C_{18}H_{37}N_5O_8 \cdot xH_2SO_4$

3-Amino-3-deoxy-α-D-glucopyranosyl-(1→6)-[2,6-diamino-2,3,4,6-tetradeoxy-α-D-*erythro*-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-D-streptamine sulfate

[*58580-55-5*]

本品は，ベカナマイシンの誘導体の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり640 ～ 740 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)としての量を質量(力価)で示す．

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(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品及びジベカシン硫酸塩標準品20 mgずつを水1 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ィー〈*2.03*〉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．次にアンモニア水(28)／メタノール混液(1：1)を展開溶媒として約10 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，100℃で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紫褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

（2）　本品の水溶液(1→50) 5 mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋96 ～ ＋106° (乾燥物に換算したもの0.25 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは6.0 ～ 8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品3.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.15以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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)．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の1)のｉを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5 ～ 6.6とする．

（ⅲ）　標準溶液　ジベカシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH 6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5 ～ 15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に20 μg(力価)及び5 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に20 μg(力価)及び5 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ジベカシン硫酸塩点眼液

Dibekacin Sulfate Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するジベカシン($C_{18}H_{37}N_5O_8$：451.52)を含む．

製法　本品は「ジベカシン硫酸塩」をとり，点眼剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の1 mL中に「ジベカシン硫酸塩」2.5 mg(力価)を含む液となるように水を加え，試料溶液とする．別にジベカシン硫酸塩標準品5 mg(力価)に対応する量を水2 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ィー〈*2.03*〉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．以下「ジベカシン硫酸塩」の確認試験(1)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　6.5 ～ 7.5

不溶性異物〈*6.11*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.08*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

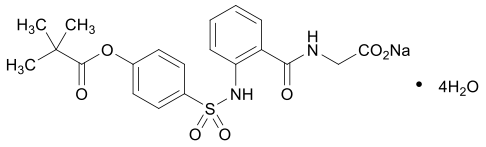
(ⅰ)　試験菌，培地及び標準溶液は「ジベカシン硫酸塩」の定量法を準用する．

(ⅱ)　試料溶液　「ジベカシン硫酸塩」約12 mg(力価)に対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に30 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に20 μg(力価)及び5 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

シベレスタットナトリウム水和物

Sivelestat Sodium Hydrate



$C_{20}H_{21}N_2NaO_7S \cdot 4H_2O$：528.51

Monosodium *N*-{2-[4-(2,2-dimethylpropanoyloxy)phenylsulfonylamino]benzoyl}aminoacetate tetrahydrate

[*201677-61-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シベレスタットナトリウム($C_{20}H_{21}N_2NaO_7S$：456.44) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

融点：約190℃(分解，ただし60℃で2時間減圧乾燥後)．

確認試験

（1）　本品のpH 9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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50 mgに水5 mLを加え，アンモニア試液1滴を加えて溶かした液は，ナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　類縁物質　本品10 mgを水／アセトニトリル混液(1：1) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシベレスタットに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は，標準溶液のシベレスタットのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のシベレスタットに対する相対保持時間約0.25，約0.60及び約2.7のピーク面積は，標準溶液のシベレスタットのピーク面積の3／10より大きくなく，試料溶液のシベレスタット及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシベレスタットのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のシベレスタット以外のピークの合計面積は，標準溶液のシベレスタットのピーク面積より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシベレスタットの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たシベレスタットのピーク面積が，標準溶液のシベレスタットのピーク面積の4 ～ 6%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シベレスタットのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シベレスタットのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　12.0 ～ 14.0%(0.2 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約50 mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加える．この液4 mLにアセトニトリル7 mL及び水9 mLを加え，試料溶液とする．別にシベレスタット標準品を60℃で2時間減圧乾燥し，その約40 mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加える．この液2 mLにアセトニトリル3 mL及び水5 mLを加え，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シベレスタットのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シベレスタットナトリウム($C_{20}H_{21}N_2NaO_7S$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1.051$

M_S：シベレスタット標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→2500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム5.44 gを水に溶かし，1000 mLとした後，リン酸を加えてpH 3.5に調整する．この液5容量にアセトニトリル4容量を加える．

流量：シベレスタットの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，シベレスタットの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シベレスタットのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

注射用シベレスタットナトリウム

Sivelestat Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシベレスタットナトリウム水和物($C_{20}H_{21}N_2NaO_7S$・$4H_2O$：528.51)を含む．

製法　本品は「シベレスタットナトリウム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　本品の「シベレスタットナトリウム水和物」0.1 gに対応する量をとり，水10 mLに溶かす．この液1 mLにpH 9.0のホウ酸・塩化カリウム・水酸化ナトリウム緩衝液を加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長311 ～ 315 nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の「シベレスタットナトリウム水和物」0.1 gに対応する量をとり，メタノール10 mLを加えて振り混ぜる．上澄液1 mLにメタノールを加えて10 mLとし，試料溶液とする．別にシベレスタットナトリウム水和物10 mgをメタノール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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(20：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

ｐＨ　別に規定する．

純度試験　類縁物質　本品の「シベレスタットナトリウム水和物」1.0 gに対応する量をとり，水に溶かし，100 mLとする．この液1 mLをとり，アセトニトリル／水混液(5：4) 9 mLを加え，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシベレスタットに対する相対保持時間約0.25のピーク面積は，標準溶液のシベレスタットのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「シベレスタットナトリウム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

システム適合性

「シベレスタットナトリウム水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　25 EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品につき，シベレスタットナトリウム水和物($C_{20}H_{21}N_2NaO_7S$・$4H_2O$)約1 gに対応する個数をとり，それぞれの内容物を水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，アセトニトリル5 mLを加える．この液2 mLをとり，水／アセトニトリル混液(1：1) 3 mLを加え，試料溶液とする．以下「シベレスタットナトリウム水和物」の定量法を準用する．

シベレスタットナトリウム水和物($C_{20}H_{21}N_2NaO_7S$・$4H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20 \times 1.216$

M_S：シベレスタット標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→2500)

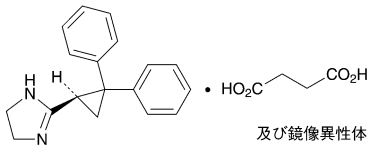
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

シベンゾリンコハク酸塩

Cibenzoline Succinate



及び鏡像異性体

$C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$：380.44

2-[(1*RS*)-2,2-Diphenylcyclopropan-1-yl]-4,5-dihydro-1*H*-imidazole monosuccinate

[*100678-32-8*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$) 98.5 ～ 101.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にやや溶けにくい．

本品のメタノール溶液(1→10)は旋光性を示さない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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0.4 gに水酸化ナトリウム試液2.5 mL及び酢酸エチル5 mLを加えて振り混ぜ，放置した後，水層1 mLをとり，1 mol/L塩酸試液0.5 mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.5 mLを加えるとき，褐色の沈殿を生じる．

融点〈*2.60*〉　163 ～ 167℃

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.20 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 mL及び2 mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に10 mLとし，標準溶液(1)及び標準溶液(2)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，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(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，酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(20：3：2)を展開溶媒として約10 cm展開する．薄層板を風乾した後，80℃で30分間乾燥する．冷後，これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，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(1)から得たスポットより濃くない．また，この薄層板をヨウ素蒸気中に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(1)から得たスポットより濃くなく，標準溶液(2)から得たスポットより濃いスポットは2個以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.3%以下(1 g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2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きとする．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＝38.04 mg $C_{18}H_{18}N_2 \cdot C_4H_6O_4$

貯法　容器　気密容器．

シベンゾリンコハク酸塩錠

Cibenzoline Succinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$：380.44)を含む．

製法　本品は「シベンゾリンコハク酸塩」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，「シベンゾリンコハク酸塩」50 mgに対応する量をとり，水100 mLを加えて10分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2 mLをとり，水を加えて50 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221 ～ 225 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，1 mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約10 mgを含む液となるように水を加え，時々振り混ぜながら10分間放置する．この液に，1 mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約2 mgを含む液となるようにメタノールを加えた後，シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$) 10 mgにつき内標準溶液1 mLを正確に加え，更に1 mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約1 mgを含む液となるようにメタノールを加える．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 100$

M_S：定量用シベンゾリンコハク酸塩の秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の表示量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.1 gをメタノールに溶かし，100 mLとする．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約11 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．別に定量用シベンゾリンコハク酸塩を105℃で2時間乾燥し，その約28 mgを精密に量り，水に溶かし，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50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長222 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$

M_S：定量用シベンゾリンコハク酸塩の秤取量(mg)
C：1錠中のシベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)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．シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)約0.1 gに対応する量を精密に量り，水10 mLを加えて振り混ぜ，メタノール40 mL及び内標準溶液10 mLを正確に加え，20分間振り混ぜた後，メタノールを加えて100 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用シベンゾリンコハク酸塩を105℃で2時間乾燥し，その約0.1 gを精密に量り，水10 mL及びメタノール40 mLに溶かし，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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シベンゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シベンゾリンコハク酸塩($C_{18}H_{18}N_2$・$C_4H_6O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用シベンゾリンコハク酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸－2－エチルヘキシル0.1 gをメタノールに溶かし，100 mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：スルホコハク酸ジ－2－エチルヘキシルナトリウム2.67 gを水／アセトニトリル／薄めたリン酸(1→10)混液(1000：1000：1) 2000 mLに溶かす．

流量：シベンゾリンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

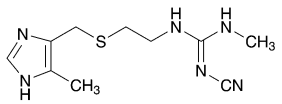
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シベンゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシベンゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シメチジン

Cimetidine



$C_{10}H_{16}N_6S$：252.34

2-Cyano-1-methyl-3-{2-[(5-methyl-1*H*-imidazol-4-yl)methylsulfanyl]ethyl}guanidine

[*51481-61-9*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シメチジン($C_{10}H_{16}N_6S$) 99.0%以上を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品はメタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験

（1）　本品のエタノール(95)溶液(1→100) 0.1 mLにクエン酸・無水酢酸試液5 mLを加え，水浴中で15分間加熱するとき，液は赤紫色を呈する.

（2）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5 gに新たに煮沸し冷却した水50 mLを加え，5分間振り混ぜた後，ろ過した液のpHは9.0 ～ 10.5である.

融点〈*2.60*〉　140 ～ 144℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをメタノール10 mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gを希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.5 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液4 μL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．次に酢酸エチル／メタノール／アンモニア水(28)混液(21：2：2)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾し，更に80℃で30分間乾燥する．これをヨウ素蒸気中に45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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.24 gを精密に量り，酢酸(100) 75 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝25.23 mg $C_{10}H_{16}N_6S$

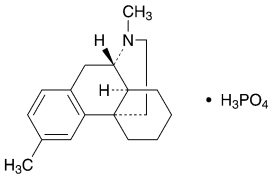
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

ジメモルファンリン酸塩

Dimemorfan Phosphate



$C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$：353.39

(9*S*,13*S*,14*S*)-3,17-Dimethylmorphinan monophosphate

[*36304-84-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジメモルファンリン酸塩($C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$) 98.5%以上を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は酢酸(100)に溶けやすく，水又はメタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：約265℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→5000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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．

（3）　本品の水溶液(1→100) 2 mLに硝酸銀試液2 ～ 3滴を加えるとき，黄色の沈殿を生じ，希硝酸を追加するとき，沈殿は溶ける．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋25 ～ ＋27° (乾燥後，1 g，メタノール，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを用いる(2 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品0.10 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉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．次にメタノール／クロロホルム／アンモニア水(28)混液(150：150：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.6 gを精密に量り，酢酸(100) 100 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

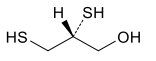
0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝35.34 mg $C_{18}H_{25}N \cdot H_3PO_4$

貯法　容器　気密容器．

48　　容器　気密容器.

ジメルカプロール

Dimercaprol



及び鏡像異性体

$C_3H_8OS_2$：124.23

(2*RS*)-2,3-Disulfanylpropan-1-ol

[*59-52-9*]

本品は定量するとき，ジメルカプロール($C_3H_8OS_2$) 98.5 ～ 101.5%を含む.

性状　本品は無色～微黄色の液で，メルカプタンようの不快なにおいがある.

本品はメタノール又はエタノール(99.5)と混和する.

本品はラッカセイ油にやや溶けやすく，水にやや溶けにくい.

本品は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品1滴を塩化コバルト(Ⅱ)六水和物溶液(1→200) 1滴及び水5 mLの混液に加えるとき，液は黄褐色を呈する.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の液膜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.

屈折率〈*2.45*〉　n_D^{20}：1.570 ～ 1.575

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.238 ～ 1.248

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 mLをラッカセイ油20 mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　臭化物　品2.0 gに希水酸化カリウム・エタノール試液25 mLを加え，還流冷却器を付けて水浴中で2時間加熱した後，加温空気を送りながらエタノールを蒸発し，水20 mLを加えて冷却する．これに過酸化水素(30) 10 mLと水40 mLの混液を加え，還流冷却器を付けて10分間穏やかに煮沸し，冷後，速やかにろ過する．残留物を水10 mLで2回洗い，洗液をろ液に合わせ，希硝酸10 mL及び0.1 mol/L硝酸銀液5 mLを正確に加え，過量の硝酸銀を0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．同様の方法で空試験を行う．0.1 mol/L硝酸銀液の消費量は1.0 mL以下である.

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

定量法　本品約0.15 gを共栓フラスコに精密に量り，メタノール10 mLに溶かし，直ちに0.05 mol/Lヨウ素液で，液が微黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝6.212 mg $C_3H_8OS_2$

貯法

保存条件　5℃以下で保存する.

ジメルカプロール注射液

Dimercaprol Injection

本品は油性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジメルカプロール($C_3H_8OS_2$：124.23)を含む．

製法　本品は「ジメルカプロール」をとり，注射剤の製法により製する．本品には溶解性を増すため，「安息香酸ベンジル」又は「ベンジルアルコール」を加えることができる．

性状　本品は無色～淡黄色澄明の液で，不快なにおいがある．

確認試験　本品の「ジメルカプロール」30 mgに対応する容量をとり，「ジメルカプロール」の確認試験(1)を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジメルカプロール($C_3H_8OS_2$)約0.1 gに対応する容量を正確に量り，フラスコに入れ，ピペットはメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)で数回洗い込み，更にメタノール／ジエチルエーテル混液(3：1)を加えて50 mLとし，0.05 mol/Lヨウ素液で持続する黄色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝6.212 mg $C_3H_8OS_2$

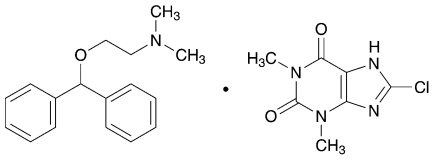
貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

ジメンヒドリナート

Dimenhydrinate



$C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96

2-(Diphenylmethoxy)-*N*,*N*-dimethylethylamine—
8-chloro-1,3-dimethyl-1*H*-purine-2,6(3*H*,7*H*)-dione (1/1)

[*523-87-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジフェンヒドラミン($C_{17}H_{21}NO$：255.35) 53.0 ～ 55.5%及び8－クロロテオフィリン($C_7H_7ClN_4O_2$：214.61) 44.0 ～ 47.0%を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い．

本品はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルに溶けにくい．

確認試験

（1）　本品0.5 gを希エタノール30 mLに溶かし，水30 mLを加え，試料溶液とする．試料溶液30 mLを分液漏斗に入れ，アンモニア水(28) 2 mLを加え，ジエチルエーテル10 mLずつで2回抽出する．ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水5 mLで洗った後ジエチルエーテル液を薄めた塩酸(1→100) 15 mLで抽出する．水層を分取して検液とし，次の試験を行う．

(i)　検液5 mLにライネッケ塩試液5滴を加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

(ii)　検液10 mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液10 mLを滴加し，30分間放置する．沈殿をろ取し，希エタノールから再結晶し，105℃で30分間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は128 ～ 133℃である．

（2）　(1)の試料溶液30 mLに希硫酸2 mLを加え，30分間冷却した後，器壁をしばしばこするとき，白色の沈殿を生じる．沈殿をろ取し，氷水少量で洗い，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は300 ～ 305℃(分解)である．

（3）　(2)で得た沈殿0.01 gに過酸化水素試液10滴及び塩酸1滴を加えて水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は黄赤色を呈する．また，これをアンモニア試液2 ～ 3滴を入れた容器の上にかざすとき，赤紫色に変わり，その色は水酸化ナトリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，消える．

（4）　(2)で得た沈殿0.05 gをニッケルるつぼにとり，過酸化ナトリウム0.5 gを加えてよく混ぜ，加熱して融解する．冷後，融解物を水20 mLに溶かし，希硝酸を加えて酸性とするとき，液は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

融点〈*2.60*〉　102 ～ 107℃

純度試験

（1）　塩化物　定量法(2)で得たろ液50 mLをネスラー管にとり，硝酸1 mLを加えて5分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない(0.044%以下)．

比較液：0.01 mol/L塩酸0.25 mLに希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとし，硝酸銀試液1 mLを加えて5分間放置する．

（2）　臭化物又はヨウ化物　本品0.10 gを共栓試験管にとり，亜硝酸ナトリウム0.05 g，クロロホルム10 mL及び希塩酸10 mLを加え，密栓してよく振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は無色である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(3 g，減圧，酸化リン(V)，24時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.3%以下(1 g)．

定量法

（1）　ジフェンヒドラミン　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，250 mLの分液漏斗に入れ，水50 mL，アンモニア試液3 mL及び塩化ナトリウム10 gを加え，ジエチルエーテル15 mLずつで6回振り混ぜて抽出する．全ジエチルエーテル抽出液を合わせ，水50 mLずつで3回洗い，ジエチルエーテル液に0.05 mol/L硫酸25 mLを正確に加え，更に水25 mLを加えてよく振り混ぜた後，ジエチルエーテルを徐々に蒸発し，冷後，過量の硫酸を0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：メチルレッド試液3滴)．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/L硫酸1 mL＝25.54 mg $C_{17}H_{21}NO$

（2）　8－クロロテオフィリン　本品を乾燥し，その約0.8 gを精密に量り，200 mLのメスフラスコに入れ，水50 mL，アンモニア試液3 mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10) 6 mLを加え，水浴上で5分間加熱する．次に0.1 mol/L硝酸銀液25 mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．冷後，水を加えて正確に200 mLとし，沈殿が沈着するまで一夜放置し，乾燥ろ紙を用いてろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液100 mLを正確に量り，硝酸を滴加して酸性とし，更に硝酸3 mLを追加し，過量の硝酸銀を0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(III)試液2 mL)．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝21.46 mg $C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器．

ジメンヒドリナート錠

Dimenhydrinate Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$：469.96)を含む.

製法　本品は「ジメンヒドリナート」をとり，錠剤の製法により製する.

確認試験

（1）　本品を粉末とし，「ジメンヒドリナート」0.5 gに対応する量をとり，温エタノール(95) 25 mLを加え，すり混ぜてろ過する．ろ液に水40 mLを加えて再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液30 mLを分液漏斗に入れ，以下「ジメンヒドリナート」の確認試験(1)を準用する.

（2）　(1)の試料溶液30 mLにつき，「ジメンヒドリナート」の確認試験(2)，(3)及び(4)を準用する.

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である.

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約28 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．別に定量用ジメンヒドリナートを酸化リン(V)を乾燥剤として24時間減圧乾燥し，その約28 mgを精密に量り，水に溶かし，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〈*2.24*〉により試験を行い，波長276 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

M_S：定量用ジメンヒドリナートの秤取量(mg)

C：1錠中のジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)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．ジメンヒドリナート($C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$)約0.5 gに対応する量を精密に量り，フラスコに入れ，エタノール(95) 40 mLを加え，水浴上で振り動かしながら沸騰するまで加熱する．30秒間加熱を続けた後，ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，温エタノール(95)でよく洗い，ろ液及び洗液をフラスコに入れ，水浴上で加熱し，エタノールを蒸発して5 mLとする．次に水50 mL，アンモニア試液3 mL及び硝酸アンモニウム溶液(1→10) 6 mLを加え，水浴上で5分間加熱し，0.1 mol/L硝酸銀液25 mLを正確に加え，時々振り混ぜて水浴上で15分間加熱する．これを200 mLのメスフラスコに水で洗い込み，冷後，水を加えて200 mLとし，以下「ジメンヒドリナート」の定量法(2)を準用する.

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝47.00 mg $C_{17}H_{21}NO \cdot C_7H_7ClN_4O_2$

貯法　容器　密閉容器.

次没食子酸ビスマス

Bismuth Subgallate

本品を乾燥したものは定量するとき，ビスマス(Bi：208.98) 47.0 ～ 51.0%を含む.

性状　本品は黄色の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，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.

本品は希塩酸，希硝酸又は希硫酸に温時溶け，また本品は水酸化ナトリウム試液に溶けて黄色澄明の液となり，その色は速やかに赤色に変わる.

本品は光によって変化する.

確認試験

（1）　本品0.5 gを強熱するとき，炭化して最後に黄色の物質を残す．この残留物はビスマス塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

（2）　本品0.5 gに水25 mL及び硫化水素試液20 mLを加え，よく振り混ぜ，生じた黒褐色の沈殿をろ過して除き，ろ液に塩化鉄(Ⅲ)試液1滴を加えるとき，液は青黒色を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを薄めた水酸化ナトリウム試液(1→8) 40 mLに溶かすとき，液は澄明である.

（2）　硫酸塩　本品3.0 gをるつぼにとり，強熱して得た残留物を注意しながら硝酸2.5 mLに加温して溶かし，これを水100 mL中に加えて振り混ぜ，ろ過する．ろ液50 mLを水浴上で蒸発して15 mLとし，水を加えて20 mLとし，再びろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液5 mLに硝酸バリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（3）　硝酸塩　本品0.5 gに希硫酸5 mL及び硫酸鉄(Ⅱ)試液25 mLを加え，よく振り混ぜてろ過し，ろ液5 mLを硫酸上に層積するとき，境界面は赤褐色を呈しない.

（4）　アンモニウム　本品1.0 gを水酸化ナトリウム試液5 mLに溶かし，加熱するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変しない.

（5）　銅　(2)の試料溶液5 mLにアンモニア試液1 mLを加え，ろ過した液は青色を呈しない.

（6）　鉛　本品1.0 gをるつぼにとり，約500℃で強熱し，残留物になるべく少量の硝酸を滴加して溶かし，小火炎を用いて蒸発乾固し，冷後，残留物に水酸化カリウム溶液(1→6) 5 mLを加え，注意しながら2分間煮沸し，冷後，遠心分離する．上澄液を試験管にとり，クロム酸カリウム試液10滴を加え，酢酸(100)を1滴ずつ加えて酸性にするとき，液は混濁又は黄色の沈殿を生じない.

（7）　銀　(2)の試料溶液5 mLに硝酸0.5 mL及び希塩酸2 ～ 3滴を加えるとき，液は混濁しない.

（8）　アルカリ土類金属又はアルカリ金属　本品1.0 gに薄めた酢酸(31) (1→2) 40 mLを加えて2分間煮沸し，冷後，水を加えて40 mLとし，ろ過する．ろ液20 mLに希塩酸2 mLを加えて煮沸し，直ちに硫化水素を十分に通じ，生じた沈殿をろ過し，水で洗う．ろ液及び洗液を合わせ，硫酸5滴を加えて蒸発乾固し，強熱残分試験法〈*2.44*〉を準用して強熱するとき，残分は5.0 mg以下である.

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.20 gを水酸化カルシウム0.20 gとよく混ぜ，強熱して得た残留物を希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(10 ppm以下).

(10)　没食子酸　本品1.0 gにエタノール(95) 20 mLを加え，1分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固するとき，残留物は5.0 mg以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1 g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，約500℃で30分間加熱し，冷後，残留物に薄めた硝酸(2→5) 5 mLを加え，加温して溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液30 mLを正確に量り，水200 mLを加え，0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：キシレノールオレンジ試液2 ～ 3滴)．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が黄色に変わるときとする.

0.02 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
　＝4.180 mg Bi

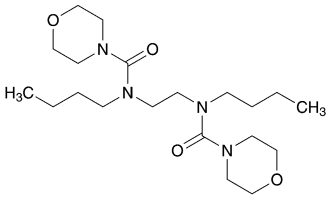
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

ジモルホラミン

Dimorpholamine



$C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54

N,*N*'-(Ethane-1,2-diyl)bis(*N*-butylmorpholine-4-carboxamide)

[*119-48-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$) 98.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末，塊又は粘性の液である.

本品はエタノール(99.5)又は無水酢酸に極めて溶けやすく，水にやや溶けやすい.

本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは6.0 ～ 7.0である.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水50 mLに溶かした液は，無色～微黄色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　(1)の液20 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0.40 mLを加える(0.036%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　(1)の液10 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0.40 mLを加える(0.096%以下).

（4）　重金属〈*1.07*〉　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).

（5）　類縁物質　本品0.20 gをエタノール(99.5) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉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．次にエタノール(99.5)／水混液(4：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に10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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，8時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.6 gを精密に量り，無水酢酸50 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝39.85 mg $C_{20}H_{38}N_4O_4$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

ジモルホラミン注射液

Dimorpholamine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$：398.54)を含む．

製法　本品は「ジモルホラミン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

pH：3.0 ～ 5.5

確認試験

（1）　本品の「ジモルホラミン」0.1 gに対応する容量をとり，ドラーゲンドルフ試液3滴を加えるとき，液は橙色を呈する．

（2）　本品の「ジモルホラミン」50 mgに対応する容量をとり，希塩酸1 mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．残留物を塩酸2 mLに溶かし，還流冷却器を付け，10分間煮沸し，更に水浴上で蒸発乾固する．残留物を水1 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，アセトアルデヒド溶液(1→20) 0.2 mL，ペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液0.1 mL及び炭酸ナトリウム試液0.5 mLを加えるとき，液は青色を呈する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　5.0 EU/mg未満．ただし，エンドトキシン試験用水を用いて0.15 w/v%に希釈して試験を行う．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)約30 mgに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に200 mLとする．この液1 mLを正確に量り，内標準溶液4 mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，試料溶液とする．別に定量用ジモルホラミンをデシケーター(減圧，酸化リン(V))で8時間乾燥し，その約0.15 gを精密に量り，水に溶かし，正確に1000 mLとする．この液1 mLを正確に量り，内標準溶液4 mLを正確に加えて5分間振り混ぜ，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ジモルホラミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジモルホラミン($C_{20}H_{38}N_4O_4$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1/5$

M_S：定量用ジモルホラミンの秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→25000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：216 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル混液(1：1)

流量：ジモルホラミンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジモルホラミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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ジモルホラミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

臭化カリウム

Potassium Bromide

KBr：119.00

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化カリウム(KBr) 99.0%以上を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶，粒又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は水又はグリセリンに溶けやすく，熱エタノール(95)にやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくい.

確認試験　本品の水溶液(1→10)はカリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水3 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2）　アルカリ　本品1.0 gを水10 mLに溶かし，0.05 mol/L硫酸0.10 mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である.

（3）　塩化物　定量法において，本品1 gに対応する0.1 mol/L硝酸銀液の量は84.5 mL以下である.

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸1.0 mLを加える(0.024%以下).

（5）　ヨウ化物　本品0.5 gを水10 mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2 ～ 3滴及びクロロホルム1 mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない.

（6）　臭素酸塩　本品1.0 gを新たに煮沸して冷却した水10 mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液0.1 mL，デンプン試液1 mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない.

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下).

（8）　バリウム　本品0.5 gを水10 mLに溶かし，希塩酸0.5 mL及び硫酸カリウム試液1 mLを加え，10分間放置するとき，混濁しない.

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1 g，110℃，4時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，水50 mLに溶かし，希硝酸10 mLを加え，更に0.1 mol/L硝酸銀液50 mLを正確に加えた後，過量の硝酸銀を0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝11.90 mg KBr

貯法　容器　気密容器.

臭化ナトリウム

Sodium Bromide

NaBr：102.89

本品を乾燥したものは定量するとき，臭化ナトリウム(NaBr) 99.0%以上を含む.

性状　本品は無色又は白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすい.

本品は吸湿性であるが，潮解しない.

確認試験　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩及び臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水3 mLに溶かすとき，液は．無色澄明である.

（2）　アルカリ　本品1.0 gを水10 mLに溶かし，0.005 mol/L硫酸0.10 mL及びフェノールフタレイン試液1滴を加え，沸騰するまで加熱した後，冷却するとき，液は無色である.

（3）　塩化物　定量法において，本品1 gに対応する0.1 mol/L硝酸銀液の量は97.9 mL以下である.

（4）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸1.0 mLを加える(0.024%以下).

（5）　ヨウ化物　本品0.5 gを水10 mLに溶かし，塩化鉄(Ⅲ)試液2 ～ 3滴及びクロロホルム1 mLを加えて振り混ぜるとき，クロロホルム層は赤紫色～紫色を呈しない.

（6）　臭素酸塩　本品1.0 gを新たに煮沸して冷却した水10 mLに溶かし，ヨウ化カリウム試液2滴，デンプン試液1 mL及び希硫酸3滴を加え，穏やかに振り混ぜ，5分間放置するとき，液は青色を呈しない.

（7）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下).

（8）　バリウム　本品0.5 gを水10 mLに溶かし，希塩酸0.5 mL及び硫酸カリウム試液1 mLを加え，10分間放置するとき，液は混濁しない.

（9）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(1 g，110℃，4時間).

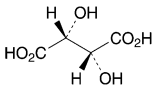
定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，水50 mLに溶かし，希硝酸10 mLを加え，更に0.1 mol/L硝酸銀液50 mLを正確に加えた後，過量の硝酸銀を0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．同様の方法で空試験を行う.

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝10.29 mg NaBr

貯法　容器　気密容器.

酒石酸

Tartaric Acid



$C_4H_6O_6$：150.09

(2*R*,3*R*)-2,3-Dihydroxybutanedioic acid

[*87-69-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，酒石酸($C_4H_6O_6$) 99.7%以上を含む．

性状　本品は無色の結晶又は白色の結晶性の粉末で，においはなく，強い酸味がある．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルに溶けにくい．

本品の水溶液(1→10)は右旋性である．

確認試験

（1）　本品は徐々に加熱するとき，分解し，砂糖を焼くようなにおいを発する．

（2）　本品の水溶液(1→10)は青色リトマス紙を赤変し，酒石酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸0.50 mLを加える(0.048%以下).

（2）　シュウ酸塩　本品1.0 gを水10 mLに溶かし，塩化カルシウム試液2 mLを加えるとき，液は混濁しない．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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).

（4）　カルシウム　本品1.0 gを水10 mLに溶かし，アンモニア試液を加えて中性とし，シュウ酸アンモニウム試液1 mLを加えるとき，液は混濁しない．

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(3 g，シリカゲル，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約1.5 gを精密に量り，水40 mLに溶かし，1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2滴).

1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝75.05 mg $C_4H_6O_6$

貯法　容器　密閉容器.

硝酸銀

Silver Nitrate

$AgNO_3$：169.87

本品を乾燥したものは定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$) 99.8%以上を含む．

性状　本品は光沢のある無色又は白色の結晶である．

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は光によって徐々に灰色～灰黒色になる．

確認試験　本品の水溶液(1→50)は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0 gを新たに煮沸して冷却した水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明で，中性である．

（2）　ビスマス，銅及び鉛　本品の水溶液(1→10) 5 mLにアンモニア試液3 mLを加えるとき，液は無色澄明である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.20%以下(2 g，シリカゲル，遮光，4時間)．

定量法　本品を粉末とした後，乾燥し，その約0.7 gを精密に量り，水50 mLに溶かし，硝酸2 mLを加え，0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．

0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1 mL
＝16.99 mg $AgNO_3$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

硝酸銀点眼液

Silver Nitrate Ophthalmic Solution

本品は水性の点眼剤である．

本品は定量するとき，硝酸銀($AgNO_3$：169.87) 0.95 ～ 1.05 w/v%を含む．

製法

硝酸銀	10 g
精製水又は精製水(容器入り)	適量
全量	1000 mL

以上をとり，点眼剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品は銀塩及び硝酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

定量法　本品20 mLを正確に量り，水30 mL及び硝酸2 mLを加え，0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液2 mL)．

0.1 mol/Lチオシアン酸アンモニウム液1 mL
＝16.99 mg $AgNO_3$

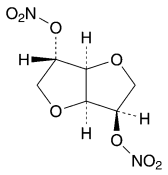
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

硝酸イソソルビド

Isosorbide Dinitrate



$C_6H_8N_2O_8$：236.14

1,4:3,6-Dianhydro-D-glucitol dinitrate

[*87-33-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$) 95.0%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，又は僅かに硝酸ようのにおいがある．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はアセトンに極めて溶けやすく，クロロホルム又はトルエンに溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．

本品は急速に熱するか又は衝撃を与えると爆発する．

確認試験

（1）　本品0.01 gに水1 mLを加え，注意して硫酸2 mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3 mLを層積して5 ～ 10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

（2）　本品0.1 gに薄めた硫酸(1→2) 6 mLを加え，水浴中で加熱して溶かす．冷後，過マンガン酸カリウム溶液(1→30) 1 mLを加えてよく振り混ぜ，更に過マンガン酸カリウムの色が消えるまで水浴中で加熱する．この液に2,4－ジニトロフェニルヒドラジン試液10 mLを加え，水浴中で加熱するとき，橙色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋134 ～ ＋139°（脱水物に換算したもの1 g，エタノール(95)，100 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをアセトン10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.5 gを*N,N*－ジメチルホルムアミド15 mLに溶かし，水60 mLを加え，冷後，ろ過する．ろ紙は水20 mLずつで3回洗い，洗液はろ液に合わせ，更に水を加えて150 mLとする．この液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0.40 mLを加える(0.048%以下)．

（3）　硝酸塩　本品0.05 gをトルエン30 mLに溶かし，水20 mLずつで3回抽出する．水層を合わせ，トルエン20 mLずつで2回洗った後，水層をとり，水を加えて100 mLとし，試料溶液とする．硝酸標準液5.0 mL及び試料溶液25 mLをそれぞれ別のネスラー管にとり，水を加えてそれぞれ50 mLとし，グリース・ロメン硝酸試薬0.06 gを加えてよく振り混ぜ，30分間放置し，ネスラー管の側面から観察するとき，試料溶液の色は標準溶液の色より濃くない．

（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをアセトン30 mLに溶かし，希酢酸2 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．比較液は鉛標準液2.0 mLにアセトン30 mL，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1 gを精密に量り，窒素定量法〈*1.08*〉のケルダールフラスコに入れ，メタノール10 mLに溶かし，デバルダ合金3 g及び水50 mLを加え，窒素定量法〈*1.08*〉の蒸留装置に連結する．受器には0.05 mol/L硫酸25 mLを正確に量り，ブロモクレゾールグリン・メチルレッド試液5滴を加え，冷却器の下端を浸す．漏斗から水酸化ナトリウム溶液(1→2) 15 mLを加え，注意して水20 mLで洗い込み，直ちにピンチコック付きゴム管のピンチコックを閉じ，徐々に水蒸気を通じて留液約100 mLを得るまで蒸留する．冷却器の下端を液面から離し，少量の水でその部分を洗い込み，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤色が淡赤紫色を経て淡青緑色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.05 mol/L硫酸1 mL＝11.81 mg $C_6H_8N_2O_8$

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

硝酸イソソルビド錠

Isosorbide Dinitrate Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応する硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$：236.14)を含む．

製法　本品は「硝酸イソソルビド」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，「硝酸イソソルビド」0.1 gに対応する量をとり，ジエチルエーテル50 mLを加え，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLをとり，ジエチルエーテルを注意して蒸発し，残留物に水1 mLを加え，注意して硫酸2 mLを加えて溶かす．冷後，この液に硫酸鉄(Ⅱ)試液3 mLを層積して5 ～ 10分間放置するとき，境界面に褐色の輪帯を生じる．

純度試験　硝酸塩　本品を粉末とし，「硝酸イソソルビド」0.05 gに対応する量を精密に量り，分液漏斗に入れ，トルエン30 mLを加えてよく振り混ぜた後，水20 mLずつで3回抽出し，以下「硝酸イソソルビド」の純度試験(3)を準用する．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水1 mLを加え，振り混ぜて崩壊させる．1 mL中に硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約0.1 mgを含む液となるように水／メタノール混液(1：1)を加えて正確にV mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V \times 1/500$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

崩壊性〈*6.09*〉　試験を行うとき，適合する．ただし，舌下投与を行う製剤にあっては，試験時間は2分間とし，補助盤は用いない．

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．硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)約5 mgに対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，10分間振り混ぜる．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別に定量用硝酸イソソルビド(別途「硝酸イソソルビド」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の硝酸イソソルビドのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

硝酸イソソルビド($C_6H_8N_2O_8$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 1/10$

M_S：脱水物に換算した定量用硝酸イソソルビドの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：硝酸イソソルビドの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

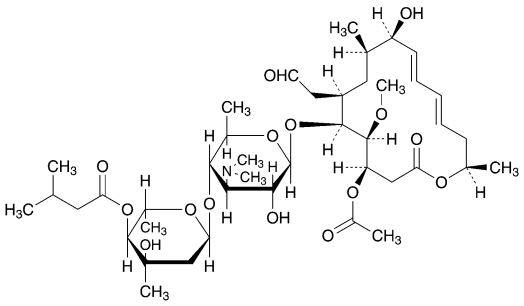
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，硝酸イソソルビドのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，硝酸イソソルビドのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

ジョサマイシン

Josamycin



$C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-9-hydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*16846-24-5*]

本品は，*Streptomyces narbonensis* var. *josamyceticus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系の化合物である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり900 ～ 1100 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に極めて溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はジョサマイシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシン標準品5 mgずつをメタノール1 mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて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10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液のジョサマイシンの保持時間は等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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3.0 mLを加える(30 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50 mgをメタノール5 mLに溶かし，薄めたメタノール(1→2)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシン以外のピークの量を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシン以外のピークの合計面積は20%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ5 cmのステンレス管に3 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム一水和物119 gを水に溶かし，1000 mLとし，1 mol/L塩酸試液を加えてpH 2.5に調整する．この液600 mLにアセトニトリル400 mLを加える．

流量：ジョサマイシンの保持時間が約10分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ジョサマイシンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3 mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に50 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2 mLを正確に量り，薄めたメタノール(1→2)を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たジョサマイシンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のジョサマイシンのピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

システムの性能：本品0.05 gをpH 2.0の0.1 mol/Lリン酸二水素カリウム試液50 mLに溶かした後，40℃で3時間放置する．この液に2 mol/Lの水酸化ナトリウム試液を加えて，pHを6.8 ～ 7.2とした後，メタノール50 mLを加える．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシンのピークに対する相対保持時間約0.9に溶出するジョサマイシンS_1との分離度は1.5以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(0.5 g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9 ～ 8.1とする．

(iii)　標準溶液　ジョサマイシン標準品約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール5 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，水を加えて1 mL中に30 μg(力価)及び7.5 μg(力

価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール5 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1 mL中に30 μg(力価)及び7.5 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジョサマイシン錠

Josamycin Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)を含む．

製法　本品は「ジョサマイシン」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，「ジョサマイシン」10 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100 mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液5 mLにメタノールを加えて50 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229 ～ 233 nmに吸収の極大を示す．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5 g，減圧，60℃，3時間)．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5 mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させる．次にメタノールを加え，超音波処理により分散させた後，1 mL中に「ジョサマイシン」約2 mg(力価)を含む液となるようにメタノールを加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にジョサマイシン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水5 mL及びメタノールに溶かし，正確に25 mLとする．この液3 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長231 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．ただし，判定式に用いる$\overline{X}$は，定量法の試験結果とする．

ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 25$

M_S：ジョサマイシン標準品の秤取量[mg(力価)]

崩壊性〈*6.09*〉　補助盤を使用して試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

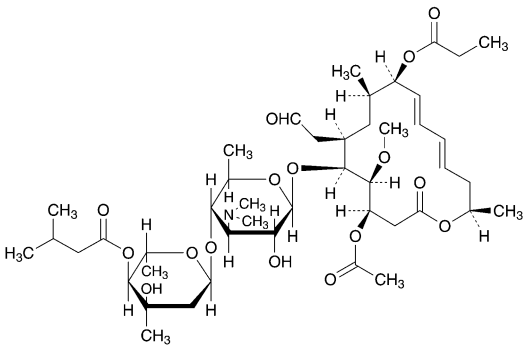
(ⅰ) 試験菌，培地及び標準溶液は，「ジョサマイシン」の定量法を準用する．

(ⅱ) 試料溶液　本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「ジョサマイシン」約0.3 g(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール50 mLを加えて激しく振り混ぜ，水を加えて正確に1000 mLとする．この液適量を正確に量り，水を加えて1 mL中に30 μg(力価)及び7.5 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器．

ジョサマイシンプロピオン酸エステル

Josamycin Propionate



$C_{45}H_{73}NO_{16}$：884.06

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[2,6-dideoxy-4-*O*-(3-methylbutanoyl)-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-9-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*16846-24-5*，ジョサマイシン]

本品は，ジョサマイシンの誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり843 ～ 1000 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ジョサマイシン($C_{42}H_{69}NO_{15}$：827.99)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品5 mgずつを，それぞれ薄めたアセトニトリル(1→2) 50 mLに溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行うとき，試料溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間は標準溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピークの保持時間と等しい．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は純度試験(2)の試験条件を準用する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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3.0 mLを加える(30 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50 mgを移動相に溶かして50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ6%以下であり，ジョサマイシンプロピオン酸エステル以外のピークの合計面積は22%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：234 nm)

カラム：内径6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：トリエチルアミン10 mLに水を加えて1000 mLとし，酢酸(100)を加えてpH 4.3に調整する．この液500 mLにアセトニトリル500 mLを加える．

流量：ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間が約24分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ジョサマイシンプロピオン酸エステルの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液3 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 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2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積がシステム適合性試験用溶液から得たジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

システムの性能：本品5 mg及びジョサマイシン2 mgを移動相50 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ジョサマイシン，ジョサマイシンプロピオン酸エステルの順に溶出し，その分離度は25以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジョサマイシンプロピオン酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　1.0%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の3)のiiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.9 ～ 8.1とする．

(iii)　標準溶液　ジョサマイシンプロピオン酸エステル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10 mLに溶かし，pH 5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に80 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む液を調製し，高濃

度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール10 mLに溶かし，pH 5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 5.6の1／15 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に80 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

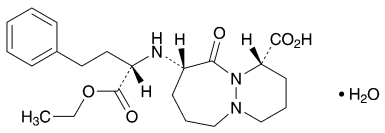
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル水和物

Cilazapril Hydrate



$C_{22}H_{31}N_3O_5 \cdot H_2O$：435.51

(1*S*,9*S*)-9-[(1*S*)-(1-Ethoxycarbonyl-3-phenylpropyl)amino]-10-oxooctahydro-6*H*-pyridazino[1,2-*a*][1,2]diazepine-1-carboxylic acid monohydrate

[*92077-78-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50) 98.5 ～ 101.0%を含む．

性状　白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)又は酢酸(100)に溶けやすく，水に溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄色となる．

融点：約101℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→1000) 4 mLに，ドラーゲンドルフ試液2 mLを加えるとき，橙色の沈殿を生じる．

（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〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－53 ～ －58° (脱水物に換算したもの0.2 g，メタノール，20 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.01 mol/L塩酸0.25 mLを加える(0.009%以下)．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0 gをとり，水40 mL及び希塩酸1.5 mLに溶かし，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0.40 mLを加える(0.019%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　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，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→8) 10 mLを用いる．比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gをメタノール20 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとし，標準溶液(1)とする．この液3 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとし，標準溶液(2)とする．別に，標準溶液(1) 2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとし，標準溶液(3)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，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3) 20 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，試料溶液から得たR_f値0.40付近の主スポット以外のスポットのうち，R_f値0.17付近のスポットは標準溶液(1)から得たスポットより濃くなく，R_f値0.44付近のスポットは標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．また，それら以外のスポットは3個以下で，これらのうち標準溶液(3)から得たスポットより濃いスポットは1個以下で，かつ標準溶液(2)から得たスポットより濃くない．

水分〈*2.48*〉　3.5 ～ 5.0%(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(0.5 g)．

定量法　本品約0.2 gを精密に量り，酢酸(100) 50 mLに溶かし，0.02 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.02 mol/L過塩素酸1 mL＝8.350 mg $C_{22}H_{31}N_3O_5$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シラザプリル錠

Cilazapril Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$：417.50)を含む．

製法　本品は「シラザプリル水和物」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，シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$) 2 mgに対応する量をとり，アセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1) 2 mLを加えて振り混ぜ，30秒間超音波処理した後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシラザプリル5 mgをアセトニトリル／酢酸エチル混液(3：1) 5 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／メタノール／酢酸(100)／ヘキサン／水混液(62：15：10：10：3)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に2時間放置した後，直ちに紫外線(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は暗褐色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル混液(7：3) 5 mLを加え，よく振り混ぜて崩壊させた後，1 mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約25 μgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液4 mLを正確に量り，内標準溶液1 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて10 mLとし，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約26 mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100 μL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シラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 1000$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液100 μL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シラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約0.28 μgを含む液となるように水を加えて正確にV' mLとする．この液10 mLを正確に量り，アセトニトリル5 mLを正確に加え，試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約29 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．さらにこの液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，アセトニトリル5 mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシラザプリルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 10$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)
C：1錠中のシラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180 mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120 mL及びトリエチルアミン3 mLに水を加えて1000 mLとした液に，リン酸を加えてpH 2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シラザプリルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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．シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)約1 mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3) 30 mLを加えて5分間超音波処理を行う．次に内標準溶液5 mLを正確に加え，更に水／アセトニトリル混液(7：3)を加えて50 mLとし，

遠心分離する．上澄液を孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に定量用シラザプリル(別途「シラザプリル水和物」と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約26 mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(7：3)に溶かし，正確に50 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル混液(7：3)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50 μL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シラザプリルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シラザプリル($C_{22}H_{31}N_3O_5$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1/25$

M_S：脱水物に換算した定量用シラザプリルの秤取量(mg)

内標準溶液　フタル酸ジメチルの水／アセトニトリル混液(7：3)溶液(1→12500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：23℃付近の一定温度

移動相：液体クロマトグラフィー用テトラヒドロフラン180 mL，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル120 mL及びトリエチルアミン3 mLに水を加えて1000 mLとした液に，リン酸を加えてpH 2.5に調整する．

流量：シラザプリルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

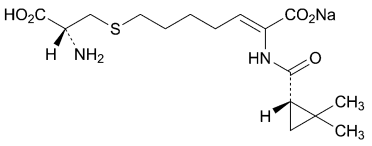
システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラザプリル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液50 μL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シラザプリルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シラスタチンナトリウム

Cilastatin Sodium



$C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$：380.43

Monosodium (2*Z*)-7-{[(2*R*)-2-amino-2-carboxyethyl]sulfanyl}-2-({[(1*S*)-2,2-dimethylcyclopropyl]carbonyl}amino)hept-2-enoate

[*81129-83-1*]

本品は定量するとき，換算した脱残留溶媒及び脱水物に対し，シラスタチンナトリウム($C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$) 98.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色～微帯黄白色の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい.

本品は，吸湿性である.

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

（2）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋41.5 ～ ＋44.5° (脱残留溶媒及び脱水物換算したもの0.1 g，塩酸のメタノール溶液(9→1000)，10 mL，100 mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは6.5 ～ 7.5である.

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水100 mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない.

比較液：塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液2.4 mL及び塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.6 mLの混液に水を加えて10 mLとした液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第2法により操作し，試験を行う．ただし，炭化後加える硫酸の量は0.5 mLとし，硝酸は加えない．比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(20 ppm以下).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，硝酸5 mL及び硫酸1 mLを加え，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2 mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30) 2 mLずつを数回加えて液が無色～微黄色になるまで加熱する．冷後，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5 mLとする．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：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2 mLを正確に加え，以下検液と同様に操作する(1 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品約40 mgを水25 mLに溶かし，試料溶液とする．この液3 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20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシラスタチン以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の1／6より大きくない．また，試料溶液のシラスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシラスタチンのピーク面積より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：210 nm)

カラム：内径4.5 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する.

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／アセトニトリル混液(7：3)

移動相B：薄めたリン酸(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する.

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	15 → 100	85 → 0
30 ～ 40	100	0

流量：毎分2.0 mL

面積測定範囲：40分

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に30 mLとする．この液20 μLから得たシラスタチンのピーク面積が，標準溶液のシラスタチンのピーク面積の2.3 ～ 4.5%になることを確認する.

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シラスタチンの保持時間は約20分である．また，シラスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，2.5以下である.

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，シラスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.2 gを精密に量り，内標準溶液2 mLを正確に加えた後，水に溶かして10 mLとし，試料溶液とする．別にアセトン2 mL，メタノール0.5 mL及び酸化メシチル0.5 mLをそれぞれ正確に量り，水を加えて正確に1000 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加えた後，水を加えて10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するアセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Sa}，Q_{Tb}及

びQ_{Sb}，Q_{Tc}及びQ_{Sc}を求める．次式によりアセトン，メタノール及び酸化メシチルの量を求めるとき，それぞれ1.0%以下，0.5%以下及び0.4%以下である．

アセトン(CH_3COCH_3)の量(%)
　＝1／M_T × Q_{Ta}／Q_{Sa} × 400 × 0.79
メタノール(CH_3OH)の量(%)
　＝1／M_T × Q_{Tb}／Q_{Sb} × 100 × 0.79
酸化メシチル($CH_3COCH=C(CH_3)_2$)の量(%)
　＝1／M_T × Q_{Tc}／Q_{Sc} × 100 × 0.86

M_T：本品の秤取量(mg)
0.79：アセトン及びメタノールの密度(g/mL)
0.86：酸化メシチルの密度(g/mL)

内標準溶液　1－プロパノール0.5 mLに水を加えて1000 mLとする．
試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3.2 mm，長さ2.1 mのガラス管に，250～420 μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーにガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20 Mを10%の割合で被覆したものを充塡する．
カラム温度：70℃付近の一定温度
キャリヤーガス：ヘリウム
流量：内標準物質の保持時間が約5分になるように調整する．
面積測定範囲：内標準物質の保持時間の約3倍の範囲
システム適合性
システムの性能：標準溶液につき，上記の条件で操作するとき，アセトン，メタノール，1－プロパノール，酸化メシチルの順に流出し，それぞれのピークが完全に分離するものを用いる．
システムの再現性：標準溶液2 μL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アセトン，メタノール及び酸化メシチルのピーク面積比の相対標準偏差は，各々4.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

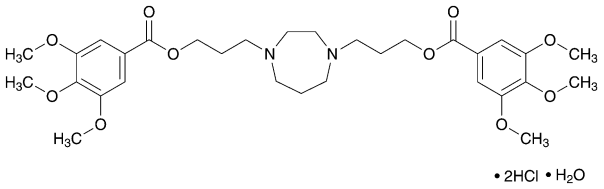
定量法　本品約0.3 gを精密に量り，メタノール30 mLに溶かし，水5 mLを加える．この液に0.1 mol/L塩酸試液を加え，pH 3.0に調整し，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第3変曲点とし，第1変曲点までの滴定量で，補正する．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
　＝19.02 mg $C_{16}H_{25}N_2NaO_5S$

貯法
保存条件　冷所に保存する．
容器　気密容器．

ジラゼプ塩酸塩水和物

Dilazep Hydrochloride Hydrate



• 2HCl • H_2O

$C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl・H_2O：695.63

3,3′-(1,4-Diazepane-1,4-diyl)dipropyl bis(3,4,5-trimethoxybenzoate) dihydrochloride monohydrate

[*20153-98-4*，無水物]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，ジラゼプ塩酸塩($C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl：677.61) 98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない．

本品は酢酸(100)又はクロロホルムに溶けやすく，水にやや溶けやすく，エタノール(95)又は無水酢酸に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

融点：200 ～ 204℃　110℃の浴液中に挿入し，140 ～ 150℃の間は1分間に約3℃，160 ～ 195℃の間は1分間に約10℃，その後は1分間に約1℃上昇するように加熱する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100) 1 mLに塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→10) 0.1 mL及び8 mol/L水酸化カリウム試液0.1 mLを加え，70℃の水浴中で10分間加温する．冷後，希塩酸0.5 mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液0.1 mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(3→500) 5 mLにライネッケ塩試液0.3 mLを加えるとき，淡赤色の沈殿を生じる．

（3）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは3.0 ～ 4.0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）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.5 gをとり，試験を行う．比較液には，0.005 mol/L硫酸0.50 mLを加える(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 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(10 ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.40 gをクロロホルム10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，クロロホルムを加えて正確に200 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ィー〈*2.03*〉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．次にメタノール／酢酸エチル／ジクロロメタン／塩酸混液(500：200：100：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これらに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を均等に噴霧するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　2.0 ～ 3.0%(1 g，105℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

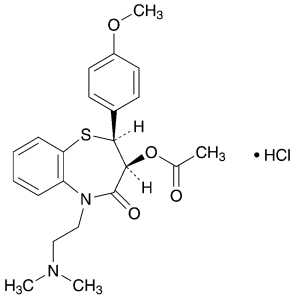
定量法　本品約0.3 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 40 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で適定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝33.88 mg $C_{31}H_{44}N_2O_{10}$・2HCl

貯法　容器　気密容器．

ジルチアゼム塩酸塩

Diltiazem Hydrochloride



$C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$: 450.98

(2*S*,3*S*)-5-[2-(Dimethylamino)ethyl]-2-(4-methoxyphenyl)-4-oxo-2,3,4,5-tetrahydro-1,5-benzothiazepin-3-yl acetate monohydrochloride

[*33286-22-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$) 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.

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水，メタノール又はクロロホルムに溶けやすく，アセトニトリルにやや溶けにくく，無水酢酸又はエタノール(99.5)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品0.05 gを1 mol/L塩酸試液1 mLに溶かし，チオシアン酸アンモニウム・硝酸コバルト(Ⅱ)試液2 mL及びクロロホルム5 mLを加えてよく振り混ぜて放置するとき，クロロホルム層は青色を呈する.

（2）　本品0.03 gをとり，水20 mLを吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により操作して得た検液は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

（3）　本品0.01 gを0.01 mol/L塩酸試液に溶かし，100 mLとする．この液2 mLをとり，0.01 mol/L塩酸試液を加えて20 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（4）　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の臭化カリウム錠剤法により測定するとき，波数1741 cm^{-1}，1678 cm^{-1}，1252 cm^{-1}及び1025 cm^{-1}付近に吸収を認める.

（5）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する.

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋115 ～ ＋120° (乾燥後，0.2 g，水，20 mL，100 mm).

融点〈*2.60*〉　210 ～ 215℃(分解).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水100 mLに溶かした液のpHは4.3 ～ 5.3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）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.005 mol/L硫酸0.50 mLを加える(0.024%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　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).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gを分解フラスコに入れ，硝酸5 mL及び硫酸2 mLを加え，フラスコの口に小漏斗をのせ，白煙が発生するまで注意して加熱する．冷後，硝酸2 mLを加えて加熱し，これを2回繰り返し，更に過酸化水素(30) 2 mLずつを数回加えて液が無色～微黄色となるまで加熱する．冷後，シュウ酸アンモニウム飽和溶液2 mLを加え，再び白煙が発生するまで加熱する．冷後，水を加えて5 mLとし，これを検液とし，試験を行うとき，次の比較液より濃くない(2 ppm以下).

比較液：本品を用いないで同様に操作した後，ヒ素標準液2.0 mL及び水を加えて5 mLとし，以下検液と同様に操作する.

（5）　類縁物質　本品50 mgを薄めたエタノール(4→5) 50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の3／5より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物8 g及び*d*－カンファスルホン酸1.5 gを水500 mLに溶かし，孔径0.4 μmのメンブランフィルターを用いてろ過する．このろ液にアセトニトリル250 mL及びメタノール250 mLを加える.

流量：ジルチアゼムの保持時間が約9分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ジルチアゼムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，薄めたエタノール(4→5)を加えて正確に10 mLとする．この液20 μLから得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の15 ～ 25%になることを確認する.

システムの性能：本品0.03 g，*d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩(以下，脱アセチル体という) 0.02 g及び安息香酸フェニル0.02 gをエタノール(99.5) 160 mLに溶かし，更に水を加えて200 mLとす

る．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼムの分離度及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.7 gを精密に量り，ギ酸2.0 mLに溶かし，無水酢酸60 mLを加え，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝45.10 mg $C_{22}H_{26}N_2O_4S \cdot HCl$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ジルチアゼム塩酸塩徐放カプセル

Diltiazem Hydrochloride Extended-release Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl：450.98)を含む．

製法　本品は「ジルチアゼム塩酸塩」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，粉末とする．「ジルチアゼム塩酸塩」0.1 gに対応する量をとり，0.01 mol/L塩酸試液100 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1 mLをとり，0.01 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長234 ～ 238 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，粉末とする．「ジルチアゼム塩酸塩」50 mgに対応する量をとり，メタノール30 mLを加え，20分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50 mLとし，孔径0.45 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，次のろ液を試料溶液とする．この液3 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のジルチアゼム以外のピークの合計面積は，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からジルチアゼムの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に30 mLとする．この液20 μLから得たジルチアゼムのピーク面積が，標準溶液のジルチアゼムのピーク面積の4.7 ～ 8.6%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ジルチアゼムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，メタノールV／2 mLを加え，次に内標準溶液V／10 mLを正確に加え，20分間激しく振り混ぜた後，1 mL中にジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl)約1 mgを含む液となるようにメタノールを加えてV mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液3 mLを量り，メタノールを加えて20 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用ジルチアゼム塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→400)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl)約0.1 gに対応する量を精密に量り，メタノール50 mLを加え，更に内標準溶液10 mLを正確に加え，20分間激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて100 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mLを除き，次のろ液3 mLをとり，メタノールを加えて20 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ジルチアゼム塩酸塩を105℃で2時間乾燥し，その約0.1 gを精密に量り，メタノール50 mLに溶かし，更に内標準溶液10 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて100 mLとする．この液3 mLをとり，メタノールを加えて20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μL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ジルチアゼムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

ジルチアゼム塩酸塩($C_{22}H_{26}N_2O_4S$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：定量用ジルチアゼム塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　安息香酸フェニルのメタノール溶液(3→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物8 g及び*d*－カンファスルホン酸1.5 gを水500 mLに溶かし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．ろ液にアセトニトリル250 mL及びメタノール250 mLを加える．

流量：ジルチアゼムの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

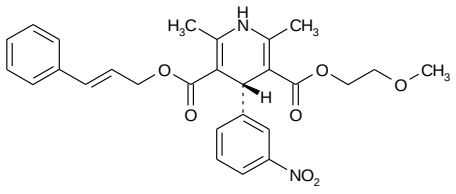
システムの性能：ジルチアゼム塩酸塩30 mg，*d*－3－ヒドロキシ－*cis*－2,3－ジヒドロ－5－[2－(ジメチルアミノ)エチル]－2－(4－メトキシフェニル)－1,5－ベンゾチアゼピン－4(5*H*)－オン塩酸塩(以下，脱アセチル体という) 20 mg及び安息香酸フェニル20 mgをメタノールに溶かし，200 mLとする．この液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，脱アセチル体，ジルチアゼム，安息香酸フェニルの順に溶出し，脱アセチル体とジルチアゼム及びジルチアゼムと安息香酸フェニルの分離度はそれぞれ2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μL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ジルチアゼムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シルニジピン

Cilnidipine



及び鏡像異性体

$C_{27}H_{28}N_2O_7$：492.52

3-(2-Methoxyethyl) 5-[(2*E*)-3-phenylprop-2-en-1-yl] (4*RS*)-2,6-dimethyl-4-(3-nitrophenyl)-1,4-dihydropyridine-3,5-dicarboxylate

[*132203-70-4*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリルに溶けやすく，メタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品のアセトニトリル溶液(1→100)は旋光性を示さない．

本品は光によって徐々に帯赤黄色となり，分解する．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシルニジピン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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又は乾燥したシルニジピ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．

融点〈*2.60*〉　107 ～ 112℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgをアセトニトリル20 mLに溶かし，移動相を加えて100 mLとし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシルニジピンに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の2／5より大きくなく，試料溶液のシルニジピン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のシルニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積より大きくない．ただし，シルニジピンに対する相対保持時間約1.15，約1.6及び約1.7のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数1.5，1.4及び1.6を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシルニジピンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たシルニジピンのピーク面積が，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シルニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシルニジピン標準品を乾燥し，その約50 mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル20 mLに溶かし，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 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10 μL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シルニジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シルニジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸ブチルのアセトニトリル溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用パーフルオロヘキシルプロピルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物1.36 gを水に溶かし，1000 mLとし，薄めた酢酸(100) (1→100)を加えてpH 5.5に調整する．この液400 mLにメタノール600 mLを加える．

流量：シルニジピンの保持時間が約20分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品を薄く広げ，蛍光灯を15000 lx･h照射し，その10 mgをアセトニトリル4 mLに溶かし，移動相を加えて20 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シルニジピンとシルニジピンに対する相対保持時間約1.07のピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シルニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シルニジピン錠

Cilnidipine Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$：492.52)を含む．

製法　本品は「シルニジピン」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，「シルニジピン」20 mgに対応する量をとり，メタノール20 mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液1 mLにメタノールを加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長238 ～ 242 nm及び350 ～ 360 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，「シルニジピン」25 mgに対応する量をとり，移動相40 mLを加えてよく振り混ぜた後，移動相を加えて50 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．この液3 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシルニジピンに対する相対保持時間約1.09のピーク面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の1／3より大きくなく，試料溶液のシルニジピン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の2／15より大きくない．また，試料溶液のシルニジピン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシルニジピンのピーク面積より大きくない．ただし，シルニジピンに対する相対保持時間約1.09のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数1.4を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシルニジピンの保持時間の約2倍の範囲．

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に150 mLとする．この液20 μLから得たシルニジピンのピーク面積が，標準溶液のシルニジピンのピーク面積の2.4 ～ 4.3%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき．シルニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ15000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シルニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，水V／10 mLを加えて錠剤が完全に崩壊するまでよく振り混ぜる．次に1 mL中にシルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)約0.2 mgを含む液となるようにアセトニトリルを加えて正確にV mLとした後，遠心分離する．上澄液4 mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて正確に20 mLとし，必要ならばろ過し，試料溶液とする．別にシルニジピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約20 mgを精密に量り，アセトニトリル／水混液(9：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，アセトニトリル／水混液(9：1)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，アセトニトリル／水混液(9：1)を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長355 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 100$

M_S：シルニジピン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にポリソルベート80 1 gに溶出試験第2液を加えて1000 mLとした液900 mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)約5.6 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にシルニジピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約28 mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシルニジピンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：シルニジピン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 6.0に調整する．この液400 mLにアセトニトリル600 mLを加える．

流量：シルニジピンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シルニジピンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下

である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シルニジピンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)約25 mgに対応する量を精密に量り，移動相40 mLを加えてよく振り混ぜた後，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液5 mLを正確に量り，内標準溶液2.5 mLを正確に加え，更に移動相を加えて25 mLとし，試料溶液とする．別にシルニジピン標準品を60℃で3時間減圧乾燥し，その約25 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液2.5 mLを正確に加え，更に移動相を加えて25 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シルニジピンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シルニジピン($C_{27}H_{28}N_2O_7$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シルニジピン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　4,4′－ジフルオロベンゾフェノンの移動相溶液(1→500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径6 mm，長さ30 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物3.58 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 6.0に調整する．この液400 mLにアセトニトリル600 mLを加える．

流量：シルニジピンの保持時間が約23分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，シルニジピンの順に溶出し，その分離度は15以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シルニジピンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

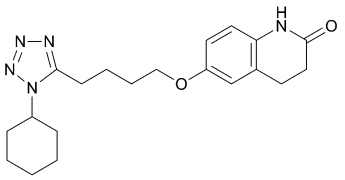
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

シロスタゾール

Cilostazol



$C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46

6-[4-(1-Cyclohexyl-1*H*-tetrazol-5-yl)butyloxy]-3,4-dihydroquinolin-2(1*H*)-one

[*73963-72-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$) 98.5 ～ 101.5%を含む.

性状　本品は白色～微黄白色の結晶又は結晶性の粉末である.

本品はメタノール，エタノール(99.5)又はアセトニトリルに溶けにくく，水にほとんど溶けない.

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシロスタゾール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシロスタゾール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.

融点〈*2.60*〉　158 ～ 162℃

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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).

（2）　類縁物質　本品25 mgをアセトニトリル25 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロスタゾール以外の各々のピーク面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7／10倍より大きくない．また，試料溶液のシロスタゾール以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の1.2倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用シリカゲルを充填する.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／酢酸エチル／メタノール混液(10：9：1)

流量：シロスタゾールの保持時間が約7分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シロスタゾールの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，アセトニトリルを加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たシロスタゾールのピーク面積が，標準溶液のシロスタゾールのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する.

システムの性能：試料溶液1 mLを正確に量り，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン5 mgをアセトニトリル10 mLに溶かした液1 mLを加え，アセトニトリルを加えて正確に100 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，3,4－ジヒドロ－6－ヒドロキシ－2(1*H*)－キノリノン，シロスタゾールの順に溶出し，その分離度は9以上である.

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロスタゾールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.1%以下(1 g，105℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品及びシロスタゾール標準品を乾燥し，その約50 mgずつを精密に量り，それぞれにメタノールを加えて溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて50 mLとする．これらの液1 mLずつをとり，それぞれにメタノールを加えて10 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10 μL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シロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／メタノール混液(10：7：3)

流量：シロスタゾールの保持時間が約9分になるように調整する.

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロスタゾール，内標準物質の順に溶

出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するシロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器.

シロスタゾール錠

Cilostazol Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$：369.46)を含む．

製法　本品は「シロスタゾール」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，「シロスタゾール」50 mgに対応する量をとり，アセトン10 mLを加えてよくかき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品25 mgをアセトン5 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ィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液6 μL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．次に酢酸エチル／アセトニトリル／メタノール／ギ酸混液(75：25：5：1)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに噴霧用ドラーゲンドルフ試液を噴霧するとき，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橙色を呈し，それらのR_f値は等しい．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，水2 mLを加えて錠剤を崩壊させた後，50 mg錠では内標準溶液5 mL，100 mg錠では内標準溶液10 mLを正確に加え，メタノールを加えて50 mLとし，50 mg錠では10分間，100 mg錠では20分間よく振り混ぜる．この液1 mLをとり，メタノールを加えて50 mg錠では10 mL，100 mg錠では20 mLとした後，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times C / 50$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

溶出性〈6.10〉　試験液にラウリル硫酸ナトリウム溶液(3→1000) 900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50 mg錠の45分間の溶出率は75%以上であり，100 mg錠の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)約5.6 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長257 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)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．シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)約50 mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて50 mLとし，10分間よく振り混ぜる．この液1 mLをとり，メタノールを加えて10 mLとした後，孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にシロスタゾール標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加え，メタノールを加えて50 mLとする．この液1 mLをとり，メタノールを加えて10 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シロスタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロスタゾール($C_{20}H_{27}N_5O_2$)の量(mg)$= M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：シロスタゾール標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　ベンゾフェノンのメタノール溶液(1→250)

試験条件

「シロスタゾール」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

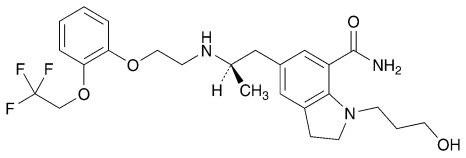
システムの性能：「シロスタゾール」の定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シロスタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

シロドシン

Silodosin



$C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$：495.53

1-(3-Hydroxypropyl)-5-[(2*R*)-2-({2-[2-(2,2,2-trifluoroethoxy)phenoxy]ethyl}amino)propyl]-2,3-dihydro-1*H*-indole-7-carboxamide

[*160970-54-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$) 98.0 ～ 102.0%を含む．

性状　本品は白色～微黄白色の粉末である．

本品はメタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

本品は光によって徐々に黄白色となる．

旋光度〔α〕$_D^{20}$：－13 ～ －17° (脱水物に換算したもの0.2 g，メタノール，20 mL，100 mm)．

融点：105 ～ 109℃

本品は結晶多形が認められる．

確認試験

（1）　本品10 mgをとり，0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液0.5 mL及び水20 mLの混液を吸収液とし，酸素フラスコ燃焼法〈*1.06*〉により得た検液はフッ化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品のメタノール溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシロドシン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　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シロドシ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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，別に規定する方法により再結晶し，結晶をろ取し，乾燥したものにつき，同様の試験を行う．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gを白金るつぼにとり，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)．

（2）　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品50 mgをメタノール100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質Aのピーク面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の3／20より大きくなく，試料溶液の相対保持時間約1.6の類縁物質B及び約2.0の類縁物質Cのピーク面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の1／16より大きくなく，試料溶液のシロドシン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の1／10より大きくない．また，試料溶液のシロドシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の7／20より大きくない．ただし，類縁物質A，類縁物質B及び類縁物質Cのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.6を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：225 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.9 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 3.4に調整する．

移動相B：液体クロマトグラフィー用アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 15	75	25
15 ～ 35	75 → 50	25 → 50
35 ～ 45	50	50

流量：シロドシンの保持時間が約13分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シロドシンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たシロドシンのピーク面積が，標準溶液のシロドシンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：本品を薄く広げ，D_{65}蛍光ランプ(4000 lx)を24時間以上照射した後，その4 mgをメタノール8 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンと類縁物質Aの分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

（3）　鏡像異性体　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品0.1 gをエタノール(99.5) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に200 mLとする．この液3 mLを正確に量り，エタノール(99.5)を加えて正確に10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの

液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約0.8の鏡像異性体のピーク面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用セルロースストリス(4－メチルベンゾエート)被覆シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：ヘキサン／ジエチルアミン／エタノール(99.5)混液(93：10：7)

流量：シロドシンの保持時間が約29分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ1000段以上，1.5以下である．

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6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分〈*2.48*〉　0.1%以下(1.5 g，電量滴定法)．ただし，水分気化装置を用いる(加熱温度：150℃，加熱時間：2分)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g，白金るつぼ)．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシロドシン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約50 mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLずつを正確に加え，更にメタノールを加えて25 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10 μL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シロドシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量(mg)＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール溶液(1→8000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.9 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 3.4に調整する．この液730 mLにアセトニトリル270 mLを加える．

流量：シロドシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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シロドシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

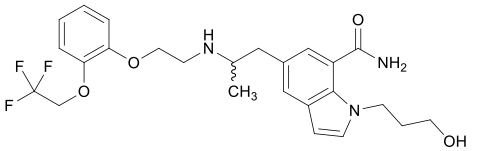
貯法

保存条件　遮光して保存する．

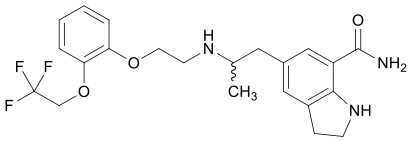
容器　密閉容器．

その他

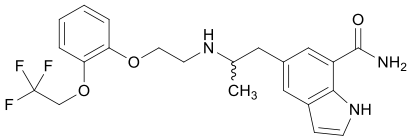
類縁物質A：1-(3-ヒドロキシプロピル)-5-[2-({2-[2-(2,2,2-トリフルオロエトキシ)フェノキシ]エチル}アミノ)プロピル]-1*H*-インドール-7-カルボキシアミド



類縁物質B：5-[2-({2-[2-(2,2,2-トリフルオロエトキシ)フェノキシ]エチル}アミノ)プロピル]-2,3-ジヒドロ-1*H*-インドール-7-カルボキシアミド



類縁物質C：5-[2-({2-[2-(2,2,2-トリフルオロエトキシ)フェノキシ]エチル}アミノ)プロピル]-1*H*-インドール-7-カルボキシアミド



シロドシン錠

Silodosin Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$：495.53)を含む．

製法　本品は「シロドシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，「シロドシン」2 mgに対応する量をとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加え，時々振り混ぜながら超音波処理を行った後，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて50 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にシロドシン標準品20 mgを量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，50 mLとする．この液5 mLを量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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25 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液の主ピークの保持時間は等しい．また，それらのピークの吸収スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：270 nm，スペクトル測定範囲：220 ～ 370 nm)

システム適合性

システムの性能：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.6以下である．

純度試験　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品10個以上をとり，粉末とする．「シロドシン」20 mgに対応する量をとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加え，時々振り混ぜながら超音波処理を行った後，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて100 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質Aのピーク面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のシロドシン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のシロドシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，類縁物質Aのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.6を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A及び移動相Bは「シロドシン」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 15	75	25
15 ～ 47	75 → 35	25 → 65
47 ～ 53	35	65

流量：シロドシンの保持時間が約13分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シロドシンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確に20 mLとする．この液25 μLから得たシロドシンのピーク面積が，標準溶液のシロドシンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：シロドシンを薄く広げ，D_{65}蛍光ランプ(4000 lx)を24時間以上照射した後，4 mgをメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，20 mLとする．この液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンと類縁物質Aの分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は2.5%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，内標準溶液2V／25 mLを正確に加え，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加え，錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行う．さらに1 mL中にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約40 μgを含む液となるようにメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えてV mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，正確に50 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，更にメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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25 μL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シロドシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)溶液(1→8000)

試験条件

「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

定量法のシステム適合性を準用する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液9 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約1.1 μgを含む液となるように0.2 mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシロドシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の表示量(mg)

試験条件

「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.6以下である．

システムの再現性：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約40 mgに対応する量を精密に量り，内標準溶液8 mLを正確に加えた後，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加え，時々振り混ぜながら超音波処理を行った後，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて100 mLとする．この液5 mLをとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて50 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り，内標準溶液4 mLを正確に加え，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，50 mLとする．この液5 mLをとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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25 μL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シロドシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量(mg)

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルのメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)溶液(1→800)

試験条件

「シロドシン」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液25 μL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シロドシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

その他

類縁物質Aは，「シロドシン」のその他を準用する．

シロドシン口腔内崩壊錠

Silodosin Orally Disintegrating Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$：495.53)を含む．

製法　本品は「シロドシン」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，「シロドシン」1 mg当たりメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3) 15 mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行う．さらに1 mL中に「シロドシン」約40 μgを含む液となるようにメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加え，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にシロドシン標準品20 mgをメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，50 mLとする．この液5 mLをとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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ィー〈2.01〉により試験を行うとき，試料溶液及び標準溶液から得た主ピークの保持時間は等しい．また，それらのピークの吸収スペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：フォトダイオードアレイ検出器(測定波長：270 nm，スペクトル測定範囲：200 ～ 370 nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

純度試験　類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品の「シロドシン」20 mgに対応する個数をとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3) 60 mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行った後，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて100 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)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25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシロドシンに対する相対保持時間約1.3の類縁物質Aのピーク面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積より大きくなく，試料溶液のシロドシン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のシロドシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシロドシンのピーク面積の2倍より大きくない．ただし，類縁物質Aのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.6を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A及び移動相Bは「シロドシン」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 15	75	25
15 ～ 47	75 → 35	25 → 65
47 ～ 53	35	65

流量：シロドシンの保持時間が約13分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シロドシンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確に20 mLとする．この液25 μLから得たシロドシンのピーク面積が，標準溶液のシロドシンのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：シロドシンを薄く広げ，D_{65}蛍光ランプ(4000 lx)を24時間以上照射した後，4 mgをメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，20 mLとする．この液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンと類縁物質Aの分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3) $3V$／5 mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行う．さらに1 mL中にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約40 μgを含む液となるようにメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 500$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

崩壊性　別に規定する．

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液9 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約1.1 μgを含む液となるように0.2 mol/L塩酸試液を加えて正

確にV' mLとし，試料溶液とする．別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシロドシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シロドシン ($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$) の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 9 / 2$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のシロドシン ($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$) の表示量(mg)

試験条件
定量法の試験条件を準用する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.6以下である．
システムの再現性：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品20個をとり，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3) $3V$／5 mLを加え，錠剤が完全に崩壊するまで時々振り混ぜながら超音波処理を行う．さらに1 mL中にシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)約160 μgを含む液となるようにメタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確にV mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確に20 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にシロドシン標準品(別途「シロドシン」と同様の方法で水分〈2.48〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノール／塩化ナトリウム溶液(1→200)混液(7：3)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシロドシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

本品1個中のシロドシン($C_{25}H_{32}F_3N_3O_4$)の量 (mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2500$

M_S：脱水物に換算したシロドシン標準品の秤取量(mg)

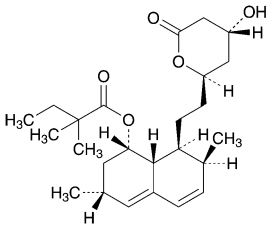
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)
カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.9 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 3.4に調整する．この液730 mLにアセトニトリル270 mLを加える．
流量：シロドシンの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シロドシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，1.6以下である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シロドシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

その他
類縁物質Aは，「シロドシン」のその他を準用する．

シンバスタチン

Simvastatin



$C_{25}H_{38}O_5$：418.57

(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8a*R*)-8-{2-[(2*R*,4*R*)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]ethyl}-3,7-dimethyl-1,2,3,7,8,8a-hexahydronaphthalen-1-yl 2,2-dimethylbutanoate

[*79902-63-9*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$) 98.0 ～ 101.0%を含む．

本品には適当な抗酸化剤を加えることができる．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はシンバスタチン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はシンバスタチ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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋285 ～ ＋300°（乾燥物に換算したもの50 mg，アセトニトリル，10 mL，100 mm）．

純度試験

（1）　溶状　本品1 gをメタノール10 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長440 nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，硫酸2 mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2 mL及び硫酸1 mLを加え，白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後，500 ～ 600℃で強熱し，灰化する．灰化が不十分なときには，更に硝酸0.5 mLを加え，同様に弱く加熱した後，500 ～ 600℃で強熱し，完全に灰化する．冷後，塩酸2 mLを加え，以下第2法により操作し，試験を行う．ただし，比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し，鉛標準液2.0 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品30 mgをアセトニトリル／pH 4.0の0.01 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2) 20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 μL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，シンバスタチンに対する相対保持時間約0.45，約0.80，約2.42及び約3.80のピークの量はそれぞれ0.2%以下，相対保持時間約2.38のピークの量は0.3%以下，相対保持時間約0.60のピークの量は0.4%以下であり，シンバスタチン及び上記のピーク以外のピークの量は0.1%以下である．また，シンバスタチン及びシンバスタチンに対する相対保持時間約0.60以外のピークの合計量は1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相A：薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

移動相B：リン酸の液体クロマトグラフィー用アセトニトリル溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 4.5	100	0
4.5 ～ 4.6	100 → 95	0 → 5
4.6 ～ 8.0	95 → 25	5 → 75
8.0 ～ 11.5	25	75

流量：毎分3.0 mL

面積測定範囲：シンバスタチンの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

システムの性能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0.5 mLにアセトニトリル／pH 4.0の0.01 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)を加えて100 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2 mLを正確に量り，アセトニトリル／pH 4.0の0.01 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)を加えて正確に10 mLとする．この液5 μLから得たシンバスタチンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の16 ～ 24%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品及びシンバスタチン標準品(別途本品と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約30 mgずつを精密に量り，それぞれをアセトニトリル／pH 4.0の0.01 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(3：2)に溶かし，正確に20 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 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シンバスチタン($C_{25}H_{38}O_5$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ33 mmのステンレス管に3 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：薄めたリン酸(1→1000)／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(1：1)

流量：シンバスタチンの保持時間が約3分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：ロバスタチン3 mgを標準溶液2 mLに溶かす．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ロバスタチン，シンバスタチンの順に溶出し，その分離度は3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6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　気密容器．

シンバスタチン錠

Simvastatin Tablets

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するシンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$：418.57)を含む．

製法　本品は「シンバスタチン」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，「シンバスタチン」2.5 mgに対応する量をとり，アセトニトリル25 mLを加え，15分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液2 mLにアセトニトリルを加えて20 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229 ～ 233 nm，236 ～ 240 nm及び245 ～ 249 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品20個以上をとり，粉末とする．「シンバスタチン」約50 mgに対応する量をとり，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1) 200 mLを加え，15分間超音波処理する．冷後，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて250 mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLにアセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて10 mLとし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のシンバスタチンに対する相対保持時間約0.5のピーク面積は，標準溶液のシンバスタチンのピーク面積の1.6倍より大きくなく，試料溶液のシンバスタチンに対する相対保持時間約2.0のピーク面積は，標準溶液のシンバスタチンのピーク面積より大きくない．また，シンバスタチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシンバスタチンのピーク面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からシンバスタチンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たシンバスタチンのピーク面積が，標準溶液のシンバスタチンのピーク面積の14 ～ 26%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，0.9 ～ 1.1である．

システム再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき適合する．

本品1個をとり，水V／20 mLを加え，超音波処理して崩壊させる．次にアセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて3V／4 mLとし，15分間超音波処理する．冷後，1 mL中にシンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)約0.1 mgを含む液となるようにアセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V / 200$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にポリソルベート80 3 gに水を加えて1000 mLとした液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液10 mL以上をとり，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液5 mL以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にシンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)約5.6 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．別にシンバスタチン標準品(別途「シンバスタチン」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約22 mgを精密に量り，アセトニトリルに溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 2$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

C：1錠中のシンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)の表示量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238 nm)

カラム：内径3.9 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：50℃付近の一定温度

移動相：メタノール／0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液混液(4：1)

流量：シンバスタチンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

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．シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)約50 mgに対応する量を精密に量り，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1) 200 mLを加えて，15分間超音波処理する．冷後，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて正確に250 mLとし，遠心分離する．上澄液5 mLを正確に量り，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)を加えて正確に10 mLとし，試料溶液とする．別にシンバスタチン標準品(別途「シンバスタチン」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約20 mgを精密に量り，アセトニトリル／pH 4.0の0.05 mol/L酢酸塩緩衝液混液(4：1)に溶かし，正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シンバスタチン($C_{25}H_{38}O_5$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：238 nm)
カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．
カラム温度：45℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.90 gを水900 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液又はリン酸を加えてpH 4.5に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液700 mLにアセトニトリル1300 mLを加える．
流量：シンバスタチンの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シンバスタチンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，0.9 ～ 1.1である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

常水

Water

H_2O : 18.02

　　本品は，水道法第4条に基づく水質基準(平成15年厚生労働省令第101号)に適合する．なお，本品を井水，工業用水等から各施設において製造する場合は，当該基準によるほか，次の試験に適合する水とする．

純度試験　アンモニウム〈*1.02*〉　本品30 mLを検液とし，試験を行う．比較液はアンモニウム標準液0.15 mLにアンモニウム試験用水を加えて30 mLとする(0.05 mg/L以下).

精製水

Purified Water

本品は，イオン交換，蒸留，逆浸透又は限外ろ過などを単独あるいは組み合わせたシステムにより，「常水」より製したものである．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，微生物の増殖抑制が図られる場合，一時的にこれを保存することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　有機体炭素〈*2.59*〉　試験を行うとき，0.50 mg/L以下である．

導電率〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1 μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1 μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

精製水(容器入り)

Purified Water in Containers

本品は「精製水」を気密容器に入れたものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100 mLに希硫酸10 mLを加えて煮沸し，0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液0.10 mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10 mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25 μS･cm^{-1}以下であり，内容量が10 mLを超える製品の場合は，5 μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1 μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

微生物限度〈*4.05*〉　本品1 mL当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^2 CFUである．ただし，ソイビーン・カゼイン・ダイジェストカンテン培地を用いる．

貯法　容器　気密容器．

滅菌精製水(容器入り)

Sterile Purified Water in Containers

滅菌精製水

本品は「精製水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「精製水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100 mLに希硫酸10 mLを加えて煮沸し，0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液0.10 mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10 mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25 μS･cm^{-1}以下であり，内容量が10 mLを超える製品の場合は，5 μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1 μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

無菌〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

貯法　容器　密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

注射用水

Water for Injection

本品は，「常水」にイオン交換，逆浸透等による適切な前処理を行った水又は「精製水」の，蒸留又は超ろ過により製したものである．

本品を超ろ過法(逆浸透膜，分子量約6000以上の物質を除去できる限外ろ過膜，又はこれらの膜を組み合わせた製造システムにより水を精製する方法)により製する場合，微生物による製造システムの汚染に特に注意し，蒸留法により製したものと同等の水質をもつものとする．

本品は，製造後，速やかに用いる．ただし，高温循環させるなど，微生物の増殖が抑制されるシステムが構築されている場合，一時的にこれを保存することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　有機体炭素〈*2.59*〉　試験を行うとき，0.50 mg/L以下である．

導電率〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，本品の導電率(25℃)は2.1 μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1 μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mL未満．

注射用水(容器入り)

Sterile Water for Injection in Containers

本品は「注射用水」を密封容器に入れ，滅菌して製したもの，又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後，密封して製したものである．

ただし，(容器入り)を省略して表示することができる．

なお，蒸留法により製した「注射用水」を用いて本品を製造した場合，別名として注射用蒸留水と表示することができる．

性状　本品は無色澄明の液で，においはない．

純度試験　過マンガン酸カリウム還元性物質　本品100 mLに希硫酸10 mLを加えて煮沸し，0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液0.10 mLを加え，更に10分間煮沸するとき，液の赤色は消えない．

導電率〈*2.51*〉　次の方法により試験を行うとき，内容量が10 mL以下の製品の場合，その導電率(25℃)は25 μS･cm^{-1}以下であり，内容量が10 mLを超える製品の場合は，5 μS･cm^{-1}以下である．

本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる．温度を25±1℃に調節し，強くかき混ぜながら，一定時間ごとにこの液の導電率の測定を行う．5分当たりの導電率変化が0.1 μS･cm^{-1}以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)とする．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.25 EU/mL未満．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　試験を行うとき，適合する．

貯法　容器　密封容器．ただし，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

乾燥水酸化アルミニウムゲル

Dried Aluminum Hydroxide Gel

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96) 50.0%以上を含む.

性状　本品は白色の無晶性の粉末で，におい及び味はない.

本品は水，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.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に大部分溶ける.

確認試験　本品0.2 gに希塩酸20 mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　液性　本品1.0 gに水25 mLを加え，よく振り混ぜた後，遠心分離して得た上澄液は中性である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 gに希硝酸30 mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて100 mLとし，遠心分離する．上澄液5 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0.40 mLを加える(0.284%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0 gに希塩酸15 mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，水を加えて250 mLとし，遠心分離する．上澄液25 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1.0 mLを加える(0.480%以下).

（4）　硝酸塩　本品0.10 gに水5 mLを加え，更に硫酸5 mLを注意して加え，よく振り混ぜて溶かし，冷後，硫酸鉄(Ⅱ)試液2 mLを層積するとき，その境界面に褐色の輪帯を生じない.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gに希塩酸10 mLを加え，加熱して溶かし，必要ならばろ過し，水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸10 mLを蒸発乾固し，鉛標準液2.0 mL，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(10 ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.8 gに希硫酸10 mLを加え，よく振り混ぜながら沸騰するまで穏やかに加熱し，冷後，ろ過する．ろ液5 mLをとり，これを検液とし，試験を行う(5 ppm以下).

制酸力　本品約0.2 gを精密に量り，共栓フラスコに入れ，0.1 mol/L塩酸100 mLを正確に加え，密栓して37±2℃で1時間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液50 mLを正確に量り，過量の塩酸を0.1 mol/L水酸化ナトリウム液でpH 3.5になるまで，よくかき混ぜながら滴定〈*2.50*〉する．本品1 gにつき，0.1 mol/L塩酸の消費量は250 mL以上である.

定量法　本品約2 gを精密に量り，塩酸15 mLを加え，水浴上で振り混ぜながら30分間加熱し，冷後，水を加えて正確に500 mLとする．この液20 mLを正確に量り，0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30 mLを正確に加え，pH 4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95) 55 mLを加え，0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液2 mL)．ただし，滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う.

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
＝2.549 mg Al_2O_3

貯法　容器　気密容器.

乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

本品は定量するとき，酸化アルミニウム(Al_2O_3：101.96) 47.0%以上を含む.

製法　本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり，顆粒剤の製法により製する.

確認試験　本品0.2 gに希塩酸20 mLを加え，加温した後，遠心分離して得た上澄液はアルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

制酸力　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の制酸力を準用する. ただし，本品1 gにつき，0.1 mol/L塩酸の消費量は235 mL以上である.

定量法　「乾燥水酸化アルミニウムゲル」の定量法を準用する.

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝2.549 mg Al_2O_3

貯法　容器　気密容器.

水酸化カリウム

Potassium Hydroxide

KOH：56.11

　本品は定量するとき，水酸化カリウム(KOH) 85.0%以上を含む.

性状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である.

　本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

　本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する.

　本品は湿気によって潮解する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である.

（2）　本品の水溶液(1→25)はカリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

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〈*1.03*〉　本品2.0 gを水に溶かし100 mLとし，この液25 mLに希硝酸8 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0.7 mLを加える(0.050%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gを水5 mLに溶かし，希塩酸7 mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35 mL，希酢酸2 mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸7 mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2 mL，鉛標準液3.0 mL及び水を加えて50 mLとする(30 ppm以下).

（4）　ナトリウム　本品0.10 gを希塩酸10 mLに溶かし，この液につき炎色反応試験(1)〈*1.04*〉を行うとき，持続する黄色を呈しない.

（5）　炭酸カリウム　定量法で得たB (mL)から次の式によって計算するとき，炭酸カリウム(K_2CO_3：138.21)の量は2.0%以下である.

炭酸カリウムの量(mg)＝138.21 × B

定量法　本品約1.5 gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水40 mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.5 mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの0.5 mol/L硫酸の量をA (mL)とする．さらにこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5 mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの0.5 mol/L硫酸の量をB (mL)とする．($A-B$) mLから水酸化カリウム(KOH)の量を求める.

0.5 mol/L硫酸1 mL＝56.11 mg KOH

貯法　容器　気密容器.

50　**貯法**　容器　気密容器.

水酸化カルシウム

Calcium Hydroxide

$Ca(OH)_2$: 74.09

　本品は定量するとき，水酸化カルシウム[$Ca(OH)_2$] 90.0%以上を含む.

性状　本品は白色の粉末で，味は僅かに苦い.

　本品は水に溶けにくく，熱湯に極めて溶けにくく，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.

　本品は希酢酸，希塩酸又は希硝酸に溶ける.

　本品は空気中で二酸化炭素を吸収する.

確認試験

（1）　本品に3 ～ 4倍量の水を加えるとき泥状となり，アルカリ性を呈する.

（2）　本品1 gを希酢酸30 mLに溶かし，煮沸し，冷後，アンモニア試液を加えて中性とした液は，カルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(2)及び(3)を呈する.

純度試験

（1）　酸不溶物　本品5 gに水100 mLを加え，かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し，更に塩酸1 mLを加える．この液を5分間煮沸し，冷後，質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い，105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は25 mg以下である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gを希塩酸10 mLに溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を水40 mLに溶かし，ろ過する．ろ液20 mLに希酢酸2 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．比較液は希塩酸5 mLを水浴上で蒸発乾固し，鉛標準液2.0 mL，希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(40 ppm以下).

（3）　マグネシウム又はアルカリ金属　本品1.0 gに水20 mL及び希塩酸10 mLを加えて溶かし，煮沸した後，アンモニア試液を加えて中性とし，これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる．これを水浴上で1時間加熱し，冷後，水を加えて100 mLとし，よく振り混ぜてろ過する．ろ液50 mLに硫酸0.5 mLを加えて蒸発乾固し，残留物を恒量になるまで600℃で強熱するとき，その量は24 mg以下である.

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.5 gを希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(4 ppm以下).

定量法　本品約1 gを精密に量り，希塩酸10 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水90 mL及び8 mol/L水酸化カリウム試液1.5 mLを加えて振り混ぜ，3 ～ 5分間放置した後，NN指示薬0.1 gを加え，直ちに0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
　＝3.705 mg $Ca(OH)_2$

水酸化ナトリウム

Sodium Hydroxide

NaOH：40.00

　本品は定量するとき，水酸化ナトリウム(NaOH) 95.0%以上を含む．

性状　本品は白色の小球状，薄片状，棒状又はその他の塊で，堅く，もろく，断面は結晶性である．

　本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

　本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する．

　本品は湿気によって潮解する．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である．

（2）　本品の水溶液(1→25)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

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〈*1.03*〉　本品2.0 gを水に溶かし100 mLとし，この液25 mLに希硝酸10 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0.7 mLを加える(0.050%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gを水5 mLに溶かし，希塩酸11 mLを加えて水浴上で蒸発乾固し，残留物に水35 mL，希酢酸2 mL及びアンモニア試液1滴を加えて溶かし，更に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は希塩酸11 mLを水浴上で蒸発乾固し，希酢酸2 mL，鉛標準液3.0 mL及び水を加えて50 mLとする(30 ppm以下)．

（4）　カリウム　本品0.10 gを水に溶かし40 mLとする．この液4.0 mLに希酢酸1.0 mLを加えて振り混ぜた後，テトラフェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30) 5.0 mLを加え，直ちに振り混ぜ，10分間放置するとき，液の混濁は次の比較液より濃くない．

　比較液：塩化カリウム9.5 mgを水に溶かし，1000 mLとする．この液4.0 mLに希酢酸1.0 mLを加えて振り混ぜた後，以下同様に操作する．

（5）　炭酸ナトリウム　定量法で得たB (mL)から次の式によって計算するとき，炭酸ナトリウム(Na_2CO_3：105.99)の量は2.0%以下である．

炭酸ナトリウムの量(mg)＝105.99 × B

（6）　水銀　本品2.0 gに過マンガン酸カリウム溶液(3→50) 1 mL及び水30 mLを加えて溶かす，これに精製塩酸を徐々に加えて中和し，更に薄めた硫酸(1→2) 5 mLを加え，これに二酸化マンガンの沈殿が消えるまで塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→5)を加えた後，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液につき，原子吸光光度法(冷蒸気方式)〈*2.23*〉により試験を行う．試料溶液を原子吸光分析装置の検水瓶に入れ，塩化スズ(Ⅱ)・硫酸試液10 mLを加え，直ちに原子吸光分析装置を連結し，空気を循環させ，波長253.7 nmで記録計の指示が急速に上昇して一定値を示したときの吸光度を測定し，A_Tとする．別に水銀標準液2.0 mLをとり，過マンガン酸カリウム溶液(3→50) 1 mL，水30 mL及び試料溶液の調製に使用した量の精製塩酸を加え，試料溶液と同様に操作して調製した液から得た吸光度をA_Sとするとき，A_TはA_Sより小さい．

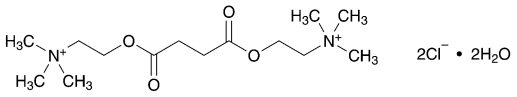
定量法　本品約1.5 gを精密に量り，新たに煮沸して冷却した水40 mLを加えて溶かし，15℃に冷却した後，フェノールフタレイン試液2滴を加え，0.5 mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液の赤色が消えたときの0.5 mol/L硫酸の量をA (mL)とする．さらにこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え，再び0.5 mol/L硫酸で滴定〈*2.50*〉し，液が持続する淡赤色を呈したときの0.5 mol/L硫酸の量をB (mL)とする．($A-B$) mLから水酸化ナトリウム(NaOH)の量を計算する．

0.5 mol/L硫酸1 mL＝40.00 mg NaOH

貯法　容器　気密容器．

スキサメトニウム塩化物水和物

Suxamethonium Chloride Hydrate



$C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O$：397.34

2,2′-Succinyldioxybis(*N*,*N*,*N*-trimethylethylaminium) dichloride dihydrate

[*6101-15-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31) 98.0%以上を含む．

性状　本品は白色の結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，無水酢酸に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（2）　本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.0である．

融点〈*2.60*〉　159 ～ 164℃(未乾燥)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　類縁物質　本品0.25 gを水5 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200 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1 μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧し，15分間放置した後観察するとき，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．

水分〈*2.48*〉　8.0 ～ 10.0%(0.4 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品約0.4 gを精密に量り，無水酢酸／酢酸(100)混液(7：3) 80 mLに溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法　容器　気密容器．

スキサメトニウム塩化物注射液

Suxamethonium Chloride Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験　本品の「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 gに対応する容量をとり，水を加えて10 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05 gを水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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1 μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈*2.54*〉　3.0 ～ 5.0

純度試験　加水分解物　定量法における初めの中和に消費する0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の量は，スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$) 200 mgにつき0.7 mL以下である．

エンドトキシン〈*4.01*〉　2.0 EU/mg未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)約0.2 gに対応する容量を正確に量り，分液漏斗に入れ，新たに煮沸して冷却した水30 mLを加え，ジエチルエーテル20 mLずつで5回洗う．全ジエチルエーテル洗液を合わせ，新たに煮沸して冷却した水10 mLずつで2回抽出する．この水抽出液を合わせ，ジエチルエーテル10 mLずつで2回洗い，水層は初めの水溶液に合わせ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．次に0.1 mol/L水酸化ナトリウム液25 mLを正確に加え，還流冷却器を付けて40分間煮沸する．冷後，過量の水酸化ナトリウムを0.1 mol/L塩酸で滴定〈*2.50*〉する．新たに煮沸して冷却した水50 mLをフラスコに入れ，ブロモチモールブルー試液2滴を加え，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で中和する．以下同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
＝18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法

保存条件　凍結を避け，5℃以下で保存する．

容器　密封容器．

有効期間　製造後12箇月．

注射用スキサメトニウム塩化物

Suxamethonium Chloride for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の93.0 ～ 107.0%に対応するスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$：361.31)を含む．

本品の濃度はスキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$)の量で表示する．

製法　本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の「スキサメトニウム塩化物水和物」0.05 gに対応する量をとり，水に溶かし，10 mLとし，試料溶液とする．別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム0.05 gを水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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液1 μLずつを薄層クロマトグラフィー用セルロースを用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトン／1－ブタノール／ギ酸混液(20：20：20：1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を105℃で15分間乾燥する．これにヘキサクロロ白金(Ⅳ)酸・ヨウ化カリウム試液を均等に噴霧するとき，試料溶液及び標準溶液から得たスポットは青紫色を呈し，それらのR_f値は等しい．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.0である．

純度試験　類縁物質　本品の「スキサメトニウム塩化物水和物」0.25 gに対応する量をとり，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の純度試験(2)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　1.5 EU/mg未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

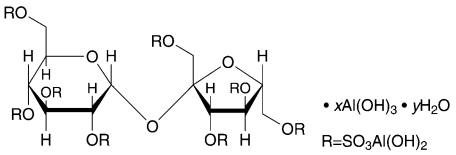
定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．その約0.5 gを精密に量り，以下「スキサメトニウム塩化物水和物」の定量法を準用する．

0.1 mol/L過塩素酸1 mL＝18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

貯法　容器　密封容器．

スクラルファート水和物

Sucralfate Hydrate



$C_{12}H_{30}Al_8O_{51}S_8 \cdot x\mathrm{Al(OH)_3} \cdot y\mathrm{H_2O}$

[*54182-58-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，アルミニウム(Al：26.98) 17.0 ～ 21.0%及びショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$：982.80)として34.0 ～ 43.0%を含む．

性状　本品は白色の粉末で，におい及び味はない．

本品は水，熱湯，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．

本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける．

確認試験

（1）　本品0.05 gを小試験管にとり，ナトリウムの新しい切片0.05 gを加え，注意しながら加熱融解し，直ちに水100 mLの中に入れ，小試験管を割り，よく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLにペンタシアノニトロシル鉄(Ⅲ)酸ナトリウム試液1滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品40 mgを希硫酸2 mLに溶かし，アントロン試液2 mLを穏やかに加えて二層とするとき，境界面は青色を呈し，徐々に青緑色に変わる．

（3）　本品0.5 gを希塩酸10 mLに溶かした液は，アルミニウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを希硫酸10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.5 gを希硝酸30 mLに溶かし，沸騰するまで穏やかに加熱する．冷後，水を加えて100 mLとし，この液10 mLに希硝酸3 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0.70 mLを加える(0.50%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，塩化ナトリウム溶液(1→5) 20 mL及び希塩酸1 mLを加えて溶かし，これに希酢酸2 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．比較液は希塩酸1 mLを水浴上で蒸発乾固し，これに塩化ナトリウム溶液(1→5) 20 mL，希酢酸2 mL，鉛標準液2.0 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，希塩酸5 mLに溶かし，これを検液とし，試験を行う(2 ppm以下)．

（5）　遊離アルミニウム　本品3.0 gに水50 mLを加え，水浴中で5分間加熱し，冷後，ろ過し，残留物を水5 mLずつで4回洗い，ろ液及び洗液を合わせ，希塩酸2 mLを加え，水浴中で30分間加熱する．冷後，水酸化ナトリウム試液を加えて中和し，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液50 mLを正確に量り，0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mLを正確に加え，pH 4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95) 50 mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液3 mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う(0.2%以下)．

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝1.349 mg Al

（6）　類縁物質　定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた試料溶液50 μLにつき，定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し，液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積の比を求めるとき，0.1以下である．

検出感度：定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られた標準溶液50 μLから得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの60 ～ 100%になるように調整する．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0%以下(1 g，105℃，3時間)．

制酸力　本品を乾燥し，その約0.25 gを精密に量り，200 mLの共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L塩酸100 mLを正確に加え，密栓して37±2℃で正確に1時間振り混ぜ(振とう速度毎分150回，振幅20 mm)た後，5分間水冷する．上澄液10 mLを正確に量り，過量の酸を0.1 mol/L水酸化ナトリウム液でpH 3.5になるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．本品1 gにつき，0.1 mol/L塩酸の消費量は130 mL以上である．

定量法

（1）　アルミニウム　本品約1 gを精密に量り，希塩酸10 mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，水を加えて正確に250 mLとする．この液25 mLを正確に量り，0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mLを正確に加え，pH 4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後，5分間煮沸し，冷後，エタノール(95) 50 mLを加え，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：ジチゾン試液3 mL)．ただし，滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるときとする．同様の方法で空試験を行う．

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝1.349 mg Al

（2）　ショ糖オクタ硫酸エステル　本品約0.55 gを精密に量り，硫酸・水酸化ナトリウム試液10 mLを正確に加え，激しく振り混ぜた後，30℃以下に保ちながら5分間超音波を照射して溶かす．次に0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を加えて正確に25 mLとし，試料溶液とする．別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約0.25 gを精密に量り，移動相を加えて正確に25 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶

液は速やかに調製し，直ちに試験を行う．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

ショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times 0.763$

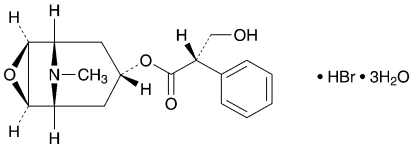
M_S：脱水物に換算したショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の秤取量(mg)

操作条件
検出器：示差屈折計
カラム：内径約4 mm，長さ約30 cmのステンレス管に約8 μmの液体クロマトグラフィー用アミノプロピルシリル化シリカゲルを充塡する．
カラム温度：室温
移動相：硫酸アンモニウム適当量(26 ～ 132 g)を水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 3.5に調整する．硫酸アンモニウムの量は，ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちに試験を行うとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピークが，ほぼベースラインに戻り，かつ，ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出する量とする．
流量：ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が6 ～ 11分になるように調整する．
カラムの選定：ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し，冷後，直ちにこの液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の分離度が1.5以上のものを用いる．
試験の再現性：上記の条件で標準溶液につき，試験を6回繰り返すとき，ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スコポラミン臭化水素酸塩水和物

Scopolamine Hydrobromide Hydrate



$C_{17}H_{21}NO_4$・HBr・$3H_2O$：438.31

(1*R*,2*R*,4*S*,5*S*,7*s*)-9-Methyl-3-oxa-9-azatricyclo[3.3.1.$0^{2,4}$]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate

[*6533-68-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スコポラミン臭化水素酸塩($C_{17}H_{21}NO_4$・HBr：384.26) 98.5%以上を含む．

性状　本品は無色若しくは白色の結晶又は白色の粒，若しくは粉末で，においはない．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)又は酢酸(100)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．

確認試験

（1）　本品1 mgに発煙硝酸3 ～ 4滴を加え，水浴上で蒸発乾固し，冷後，残留物を*N*,*N*−ジメチルホルムアミド1 mLに溶かし，テトラエチルアンモニウムヒドロキシド試液6滴を加えるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：−24.0 ～ −26.0° (乾燥後，0.5 g，水，10 mL，100 mm)．

融点〈*2.60*〉　195 ～ 199℃(乾燥後，あらかじめ浴液を180℃に加熱しておく)．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品0.50 gを水15 mLに溶かし，0.02 mol/L水酸化ナトリウム液0.50 mL及びメチルレッド・メチレンブルー試液1滴を加えるとき，液の色は緑色である．

（3）　アポアトロピン　本品0.20 gを水20 mLに溶かし，0.002 mol/L過マンガン酸カリウム液0.60 mLを加え，5分間放置するとき，液の赤色は消えない．

（4）　類縁物質　本品0.15 gを水3 mLに溶かし，試料溶液とする．

（i）　試料溶液1 mLにアンモニア試液2 ～ 3滴を加えるとき，液は混濁しない．

（ii）　試料溶液1 mLに水酸化カリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる．

乾燥減量〈*2.41*〉　13.0%以下[1.5 g，初めデシケーター(シリカゲル)で24時間，次に105℃で3時間乾燥する]．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%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) 10 mLを加え，加温して溶かす．冷後，無水酢酸40 mLを加え，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝38.43 mg $C_{17}H_{21}NO_4$・HBr

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

ステアリルアルコール

Stearyl Alcohol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてステアリルアルコール($C_{18}H_{38}O$：270.49)からなる．

性状　本品は白色のろう様物質で，僅かに特異なにおいがあり，味はない．

本品はエタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

融点〈*1.13*〉　56 ～ 62℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約17 mm，高さ約170 mmの試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約25 mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水を入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸価〈*1.13*〉　1.0以下．

エステル価〈*1.13*〉　3.0以下．

水酸基価〈*1.13*〉　200 ～ 220

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0以下．

純度試験

（1）　溶状　本品3.0 gをエタノール(99.5) 25 mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

（2）　アルカリ　(1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2 g)．

貯法　容器　密閉容器．

ステアリン酸

Stearic Acid

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本品は，植物又は動物に由来する脂肪又は脂肪油から製した脂肪酸で，主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)からなる．

本品はステアリン酸50，ステアリン酸70及びステアリン酸95の脂肪酸組成を要素としたタイプがあり，それぞれ定量するとき，次の表に示すステアリン酸の量及びステアリン酸とパルミチン酸の合計量を含む．

タイプ	脂肪酸組成	
	ステアリン酸の含量	ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量
ステアリン酸50	40.0 ～ 60.0%	90.0%以上
ステアリン酸70	60.0 ～ 80.0%	90.0%以上
ステアリン酸95	90.0%以上	96.0%以上

本品はそのタイプを表示する．

◆**性状**　本品は白色のろう状の塊，結晶性の塊又は粉末で，僅かに脂肪のにおいがある．

本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく，水にほとんど溶けない．◆

凝固点　装置は内径約25 mm，長さ約150 mmの試験管を，内径約40 mm，長さ約160 mmの試験管の内側に取り付けた構造を持つものからなる．内側試験管は栓をし，その栓には最小目盛りが0.2℃，全長約175 mmの温度計を水銀球◆の上端◆が試験管の底から約15 mmの位置にくるように固定する．内側試験管の栓は，更に下端に外径約18 mmの輪が直角に取り付けられたガラス製又は他の適切な材料からなるかき混ぜ棒を通す穴を開けたものとする．1 Lのビーカーの中央に上記のようにジャケットを取り付けた構造を持つ内側試験管を取り付け，そのビーカーには，適切な冷却液を上部から20 mm以内まで満たす．試料をあらかじめ加温して溶かし，内側試験管に温度計の水銀球が十分にかくれるまで入れ，急速に冷却し，概略の凝固点を求める．内側試験管を概略の凝固点よりも約5℃高い温度の浴に入れ，最後の少量の結晶のほかは全て溶けるまで放置する．ビーカーに予想した凝固点よりも5℃低い温度の水又は飽和食塩水を満たし，内側試験管を外側試験管に取り付ける．幾らかの種結晶が存在することを確認し，結晶が析出し始めるまで十分にかき混ぜる．結晶が析出する際の最高温度を読み取り，凝固点とする．

◆また，凝固点測定法〈2.42〉に規定する装置も使用できる．試料をあらかじめ加温して溶かし，試料容器Bの標線Cまで入れ，浸線付温度計Fの浸線Hを試料のメニスカスに合わせた後，急速に冷却し，概略の凝固点を求める．試料容器Bを概略の凝固点よりも約5℃高い温度の浴に入れ，最後の少量の結晶のほかは全て溶けるまで放置する．Dに予想した凝固点よりも5℃低い温度の水又は飽和食塩水を満たし，BをAに取り付ける．幾らかの種結晶が存在することを確認し，結晶が析出し始めるまで十分にかき混ぜる．結晶が析出する際の最高温度を読み取り，凝固点とする．◆

凝固点は，ステアリン酸50は53 ～ 59℃，ステアリン酸70は57 ～ 64℃及びステアリン酸95は64 ～ 69℃である．

酸価〈1.13〉　194 ～ 212

ヨウ素価　本品約1 gを精密に量り，あらかじめ乾燥するか，又は酢酸(100)ですすいだ250 mLの共栓フラスコに入れ，クロロホルム15 mLに溶かし，正確に臭化ヨウ素(Ⅱ)試液25 mLをゆっくり加える．密栓して遮光し，30分間時々振り混ぜて放置する．次にヨウ化カリウム溶液(1→10) 10 mL及び水100 mLを加えた後，激しく振り混ぜながら，遊離したヨウ素を0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で液の色の黄色がほとんど消えるまで滴定〈2.50〉する．デンプン試液5 mLを加え，0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で色が消えるまで滴定する．同様の方法で空試験を行う．次式によりヨウ素価を求めるとき，その値は，ステアリン酸50は4.0以下，ステアリン酸70は4.0以下及びステアリン酸95は1.5以下である．

$$ヨウ素価 = (a - b) \times 1.269 / M$$

M：本品の秤取量(g)

a：空試験における0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

b：本品の試験における0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液の消費量(mL)

純度試験

(1)　酸　本品5.0 gを加熱して融解し，煮沸した水10 mLを加えて2分間振り混ぜ，放冷した後，ろ過する．ろ液にメチルオレンジ試液0.05 mLを加えるとき，赤色を呈しない．

◆(2)　重金属〈1.07〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．◆

◆**強熱残分**〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．◆

定量法　本品0.100 gを還流冷却器を付けた◆小さな◆コニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mLを加えて◆振り混ぜ，溶けるまで約10分間加熱する◆．冷却器からヘプタン4 mLを加え，10分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液20 mLを加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層2 mLをとり，◆あらかじめヘプタンで洗った◆約0.2 gの無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液1.0 mLを10 mLのメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて10 mLとし，試料溶液とする．試料溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積A及び全ての脂肪酸エステルのピーク面積B(検出した全てのピークの面積)を測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の含量(%)を次式により計算する．

$$ステアリン酸の含量(\%) = A / B \times 100$$

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の含量(%)を計算し，ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量(%)を求める．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32 mm，長さ30 mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20 Mを厚さ0.5 μmで被覆する．

カラム温度：70℃を2分間保持した後，毎分5℃で240℃まで昇温し，240℃を5分間保持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：260℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分2.4 mL

◆スプリットレス◆

◆面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後41分まで◆

システム適合性

◆検出の確認：ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ50 mgをとり，還流冷却器を付けた小さなフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mLを加えて振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作し，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，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．この液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．さらに，この液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．この液1 μLから得たステアリン酸メチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のステアリン酸メチルのピーク面積の0.05 ～ 0.15%になることを確認する．◆

システムの性能：システム適合性試験用溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.9であり，その分離度は5.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．また，この繰り返しで得られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

◆**貯法**　容器　密閉容器．◆

50　**貯法**　容器　密閉容器.

ステアリン酸カルシウム

Calcium Stearate

本品は主としてステアリン酸($C_{18}H_{36}O_2$：284.48)及びパルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$：256.42)のカルシウム塩である.

本品を乾燥したものは定量するとき，カルシウム(Ca：40.08) 6.4 ～ 7.1%を含む.

性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな触感があり，皮膚につきやすく，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある.

本品は水，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.

確認試験

（1）　本品3 gに薄めた塩酸(1→2) 20 mL及びジエチルエーテル30 mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置する．分離した水層はカルシウム塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)，(2)及び(4)を呈する.

（2）　(1)のジエチルエーテル層を分取し，希塩酸20 mL，10 mL，次に水20 mLを用いて順次洗った後，水浴上でジエチルエーテルを留去するとき，残留物の融点〈*1.13*〉は54℃以上である.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，塩酸2 mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20 mL及び希酢酸2 mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，水15 mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2 mLを水浴上で蒸発乾固し，これに希酢酸2 mL，鉛標準液2.0 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gに薄めた塩酸(1→2) 5 mL及びクロロホルム20 mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，放置して水層を分取し，これを検液とし，試験を行う(2 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(1 g，105℃，3時間).

定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，初めは弱く注意しながら加熱し，次第に強熱して灰化する．冷後，残留物に希塩酸10 mLを加え，水浴上で10分間加温した後，温湯10 mL，10 mL及び5 mLを用いてフラスコに移し入れ，次に液が僅かに混濁を生じ始めるまで水酸化ナトリウム試液を加え，更に0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mL，pH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウム緩衝液10 mL，エリオクロムブラックT試液4滴及びメチルエロー試液5滴を加えた後，直ちに過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.05 mol/L塩化マグネシウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の緑色が消え，赤色を呈するときとする．同様の方法で空試験を行う.

0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
＝2.004 mg Ca

ステアリン酸ポリオキシル40

Polyoxyl 40 Stearate

本品は酸化エチレンの縮重合体のモノステアリン酸エステルで，$H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$で表され，$n$は約40である．

性状　本品は白色～淡黄色のろう様の塊又は粉末で，においはないか，又は僅かに脂肪様のにおいがある．

本品は水，エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶けやすい．

凝固点〈*2.42*〉　39.0 ～ 44.0℃

脂肪酸の凝固点〈*1.13*〉　53℃以上．

酸価〈*1.13*〉　1以下．

けん化価〈*1.13*〉　25 ～ 35

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）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.67 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(3 ppm以下)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

貯法　容器　気密容器．

ステアリン酸マグネシウム

Magnesium Stearate

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本品は植物又は動物由来の固体混合脂肪酸のマグネシウム塩で，主としてステアリン酸マグネシウム及びパルミチン酸マグネシウムからなる．

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，マグネシウム(Mg : 24.31) 4.0 ～ 5.0%を含む．

◆性状　本品は白色の軽くてかさ高い粉末で，なめらかな感触があり，皮膚につきやすく，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品5.0 gを丸底フラスコにとり，過酸化物を含まないジエチルエーテル50 mL，希硝酸20 mL及び水20 mLを加え，振り混ぜた後，還流冷却器を付けて完全に溶けるまで加熱する．冷後，フラスコの内容物を分液漏斗に移し，振り混ぜた後，放置して水層を分取する．ジエチルエーテル層は水4 mLずつで2回抽出し，抽出液を先の水層に合わせる．この抽出液を過酸化物を含まないジエチルエーテル15 mLで洗った後，50 mLのメスフラスコに移し，水を加えて50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液1 mLにアンモニア試液1 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じ，塩化アンモニウム試液1 mLを追加するとき，沈殿は溶ける．さらにリン酸水素二ナトリウム十二水和物溶液(4→25) 1 mLを追加するとき，白色の結晶性の沈殿を生じる．

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品1.0 gに新たに煮沸して冷却した水20 mLを加え，振り混ぜながら水浴上で1分間加熱し，冷後，ろ過する．このろ液10 mLにブロモチモールブルー試液0.05 mLを加える．この液に液の色が変わるまで0.1 mol/L塩酸又は0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を滴加するとき，その量は0.05 mL以下である．

（2）　塩化物〈*1.03*〉　確認試験で得た試料溶液10.0 mLにつき試験を行う．比較液には0.02 mol/L塩酸1.4 mLを加える(0.1%以下).

（3）　硫酸塩〈*1.14*〉　確認試験で得た試料溶液6.0 mLにつき試験を行う．比較液には0.02 mol/L硫酸3.0 mLを加える(1.0%以下).

◆（4）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，初めは弱く加熱し，次に約500±25℃で強熱して灰化する．冷後，塩酸2 mLを加え，水浴上で蒸発乾固し，残留物に水20 mL及び希酢酸2 mLを加え，2分間加温し，冷後，ろ過し，ろ紙を水15 mLで洗う．ろ液及び洗液を合わせ，更に水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は塩酸2 mLを水浴上で蒸発し，これに希酢酸2 mL，鉛標準液2.0 mL及び水を加えて50 mLとする(20 ppm以下). ◆

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(2 g，105℃，恒量).

◆微生物限度〈*4.05*〉　本品1 g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3 CFU，総真菌数の許容基準は5×10^2 CFUである．また，サルモネラ及び大腸菌を認めない．◆

ステアリン酸・パルミチン酸含量比　本品0.10 gを還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mLを加えて振り混ぜ，溶けるまで約10分間加熱する．冷却器からヘプタン4 mLを加え，10分間加熱する．冷後，塩化ナトリウム飽和溶液20 mLを加えて振り混ぜ，放置して液を二層に分離させる．分離したヘプタン層を，あらかじめヘプタンで洗った約0.1 gの無水硫酸ナトリウムを通して別のフラスコにとる．この液1.0 mLを10 mLのメスフラスコにとり，ヘプタンを加えて10 mLとし，試料溶液とする．試料溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．試料溶液のステアリン酸メチルのピーク面積A及び全ての脂肪酸エステルのピークの合計面積Bを測定し，本品の脂肪酸分画中のステアリン酸の比率(%)を次式により計算する．

ステアリン酸の比率(%)$=A/B\times100$

同様に，本品中に含まれるパルミチン酸の比率(%)を計算する．ステアリン酸メチルのピーク面積及びステアリン酸メチルとパルミチン酸メチルのピークの合計面積は，全ての脂肪酸エステルのピークの合計面積の，それぞれ40%以上及び90%以上である．

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32 mm，長さ30 mのフューズドシリカ管の内面に厚さ0.5 μmでガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール15000－ジエポキシドを被覆したもの．

カラム温度：注入後2分間70℃に保ち，その後，毎分5℃で240℃まで昇温し，240℃を5分間保持する．

注入口温度：220℃付近の一定温度

検出器温度：260℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：毎分2.4 mL

スプリットレス

◆面積測定範囲：溶媒のピークの後から41分まで◆

システム適合性

◆検出の確認：◆ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ約50 mgを，還流冷却器を付けた小さなコニカルフラスコにとる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mLを加えて振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作し，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，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．この液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．さらに，この液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．この液1 μLから得たステアリン酸メチルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のステアリン

酸メチルのピーク面積の0.05 ～ 0.15%になることを確認する．◆

システムの性能：システム適合性試験用溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ステアリン酸メチルに対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.9であり，その分離度は5.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パルミチン酸メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．また，ステアリン酸メチルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

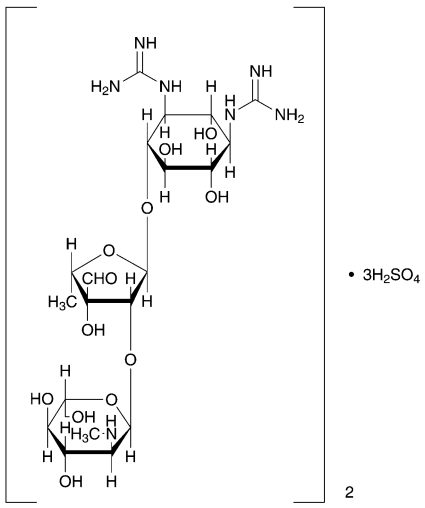
定量法　本品約0.5 gを精密に量り，250 mLのフラスコにとり，これにエタノール(99.5)／1－ブタノール混液(1：1) 50 mL，アンモニア水(28) 5 mL，pH 10の塩化アンモニウム緩衝液3 mL，0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液30.0 mL及びエリオクロムブラックT試液1 ～ 2滴を加え，振り混ぜる．この液が澄明になるまで45 ～ 50℃で加熱し，冷後，過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを0.1 mol/L硫酸亜鉛液で液の青色が紫色に変わるまで滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．

0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液
1 mL
＝2.431 mg Mg

◆**貯法**　容器　気密容器．◆

ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate



$(C_{21}H_{39}N_7O_{12})_2 \cdot 3H_2SO_4$：1457.38

2-Deoxy-2-methylamino-α-L-glucopyranosyl-(1→2)-5-deoxy-3-*C*-formyl-α-L-lyxofuranosyl-(1→4)-*N*,*N*′-diamidino-D-streptamine sesquisulfate

[*3810-74-0*]

本品は，*Streptomyces griseus*の培養によって得られる抗細菌活性を有するアミノグリコシド系化合物の硫酸塩である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり740 ～ 820 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，ストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に溶けやすく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品50 mgを水5 mLに溶かし，ニンヒドリン試液1 mL及びピリジン0.5 mLを加え，10分間加熱するとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品10 mgずつを水10 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ィー〈*2.03*〉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．次にリン酸二水素カリウム溶液(7→100)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1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，約150℃で約5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主スポットは同様の色調を呈し，それらのR_f値は等しい．

（3）　本品の水溶液(1→5)は硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－79 ～ －88° (乾燥物に換算したもの0.5 g，水，50 mL，100 mm).

pH〈*2.54*〉　本品2.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水5 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.17以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.20 gを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5 mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にD－マンノース36 mgを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)に溶かして5 mLとし，還流冷却器を付けて1時間加熱した後，冷却する．冷却器をメタノール／硫酸混液(97：3)適量で洗い，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，メタノール／硫酸混液(97：3)を加えて正確に50 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液10 μL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．次にトルエン／メタノール／酢酸(100)混液(2：1：1)を展開溶媒として13 ～ 15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに1,3－ジヒドロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1→500)／薄めた硫酸(1→5)混液(1：1)を均等に噴霧した後，110℃で5分間加熱するとき，標準溶液から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1 g).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ii)　培地　培地(1)の1)のiを用いる．ただし，滅菌後のpHは7.8 ～ 8.0とする．

(iii)　標準溶液　ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し，その約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたpH 6.0のリン酸塩緩衝液(1→2)に溶かして正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5 ～ 15℃に保存し，30日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に8 μg(力価)及び2 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(iv)　試料溶液　本品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に8 μg(力価)及び2 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料

90　　溶液及び低濃度試料溶液とする.

91　**貯法**　容器　気密容器.

注射用ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するストレプトマイシン($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$：581.57)を含む．

製法　本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である．

確認試験　「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験(2)を準用する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0である．

純度試験　溶状　本品の「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0 g(力価)に対応する量をとり，水3 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.50以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.0%以下(0.5 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

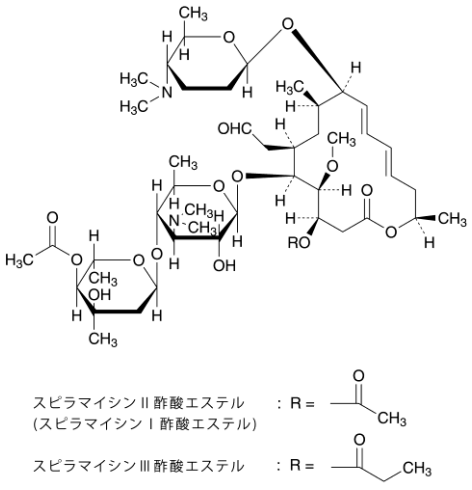
(ⅰ)　試験菌，培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫酸塩」の定量法を準用する．

(ⅱ)　試料溶液　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「ストレプトマイシン硫酸塩」約1 g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に200 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に8 μg(力価)及び2 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器．

スピラマイシン酢酸エステル

Spiramycin Acetate



(スピラマイシンⅡ酢酸エステル(スピラマイシンⅠ酢酸エステル))

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*87111-42-0*]

(スピラマイシンⅢ酢酸エステル)

(3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-[4-*O*-Acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl-α-L-*ribo*-hexopyranosyl-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetradeoxy-4-dimethylamino-β-D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

[*112501-15-2*]

本品は，*Streptomyces ambofaciens*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物の誘導体である．

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり900 ～ 1450 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スピラマイシンⅡ酢酸エステル($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$：927.13)としての量をスピラマイシン酢酸エステル質量(力価)で示し，スピラマイシン酢酸エステル1 mg(力価)はスピラマイシンⅡ酢酸エステル($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$) 0.7225 mgに対応する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はアセトニトリル又はメタノールに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

(1)　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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．

成分含量比　本品25 mgを移動相25 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 μL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，スピラマイシンⅡ酢酸エステル，スピラマイシンⅢ酢酸エステル，スピラマイシンⅣ酢酸エステル，スピラマイシンⅤ酢酸エステル，スピラマイシンⅥ酢酸エステル及びスピラマイシンⅦ酢酸エステルのピーク面積A_{II}，A_{III}，A_{IV}，A_{V}，A_{VI}及びA_{VII}を自動積分法により測定し，これらのピーク面積の和に対するA_{II}，A_{IV}及びA_{III}とA_{V}の和の割合を求めるとき，A_{II}は30 ～ 45%，A_{IV}は30 ～ 45%，A_{III}とA_{V}の和は25%以下である．ただし，スピラマイシンⅢ酢酸エステル，スピラマイシンⅣ酢酸エステル，スピラマイシンⅤ酢酸エステル，スピラマイシンⅥ酢酸エステル及びスピラマイシンⅦ酢酸エステルのスピラマイシンⅡ酢酸エステルに対する相対保持時間はそれぞれ約1.3，約1.7，約2.3，約0.85及び約1.4である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：231 nm)

カラム：内径6 mm，長さ15 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／0.02 mol/Lリン酸二水素カリウム試液／リン酸水素二カリウム溶液(87→25000)混液(26：7：7)

流量：スピラマイシンⅡ酢酸エステルの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：スピラマイシンⅡ酢酸エステル標準品25 mgを移動相に溶かし，100 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピラマイシンⅡ酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ14500段以上，2.0以下である．

システムの再現性：試料溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピラマイシンⅡ酢酸エステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

純度試験　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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1.0 mLを加える(10 ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，60℃，3時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.5%以下(1 g)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(i)　試験菌　*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

(ⅱ)　培地　培地(1)の1)のⅰを用いる．

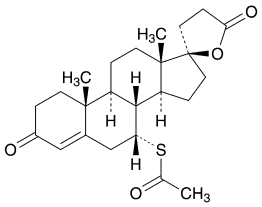
(ⅲ)　標準溶液　スピラマイシンⅡ酢酸エステル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20 mLに溶かし，更に，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に80 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

(ⅳ)　試料溶液　本品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20 mLに溶かし，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に80 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　気密容器.

スピロノラクトン

Spironolactone



$C_{24}H_{32}O_4S$：416.57

7α-Acetylsulfanyl-3-oxo-17α-pregn-4-ene-21,17-carbolactone

[*52-01-7*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$) 97.0 ～ 103.0%を含む．

性状　本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である．

本品はクロロホルムに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点：198 ～ 207℃　125℃の浴液中に挿入し，140 ～ 185℃の間は1分間に約10℃，その前後は1分間に約3℃上昇するように加熱を続ける．

本品は結晶多形が認められる．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは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〈*2.25*〉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又は乾燥したスピロノラクト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．もし，これらのスペクトルに差を認めるときは，本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後，メタノールを蒸発し，残留物につき，同様の試験を行う．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33 ～ －37° (乾燥後，0.25 g，クロロホルム，25 mL，200 mm)．

純度試験

（1）　メルカプト化合物　本品2.0 gに水20 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過し，ろ液10 mLにデンプン試液1 mL及び0.01 mol/Lヨウ素液0.05 mLを加えて振り混ぜるとき，液は青色を呈する．

（2）　類縁物質　本品0.20 gをエタノール(95) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉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．次に酢酸*n*－ブチルを展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに硫酸のメタノール溶液(1→10)を均等に噴霧した後，105℃で10分間加熱するとき，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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，2時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品及びスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約50 mgずつを精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に250 mLとする．これらの液5 mLずつを正確に量り，それぞれにメタノールを加えて正確に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につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長238 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

スピロノラクトン錠

Spironolactone Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$：416.57)を含む．

製法　本品は「スピロノラクトン」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，「スピロノラクトン」10 mgに対応する量をとり，メタノール100 mLを加えて激しくかき混ぜた後，遠心分離する．上澄液5 mLをとり，メタノールを加えて50 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236 ～ 240 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，1 mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約0.5 mgを含む液となるように水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確にV mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液にポリソルベート80 1 gに水を加えて500 mLとした液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，25 mg錠及び50 mg錠の30分間の溶出率はそれぞれ80%以上及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約14 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約28 mgを精密に量り，エタノール(95) 20 mLに溶かした後，試験液を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，試験液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長243 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)
C：1錠中のスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量(mg)

定量法　本品10個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)約50 mgに対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)を加えて正確に100 mLとする．30分間かき混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にスピロノラクトン標準品を105℃で2時間乾燥し，その約25 mgを精密に量り，水／アセトニトリル混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のスピロノラクトンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S \times 2$

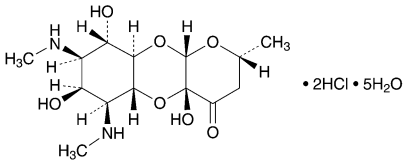
M_S：スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)
カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：メタノール／水混液(3：2)
流量：スピロノラクトンの保持時間が約11分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スピロノラクトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，1.5以下である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スピロノラクトンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スペクチノマイシン塩酸塩水和物

Spectinomycin Hydrochloride Hydrate



$C_{14}H_{24}N_2O_7$・2HCl・$5H_2O$：495.35

(2*R*,4a*R*,5a*R*,6*S*,7*S*,8*R*,9*S*,9a*R*,10a*S*)-
4a,7,9-Trihydroxy-2-methyl-6,8-bis(methylamino)-
2,3,4a,5a,6,7,8,9,9a,10a-decahydro-
4*H*-pyrano[2,3-*b*][1,4]benzodioxin-4-one
dihydrochloride pentahydrate
[*22189-32-8*]

本品は，*Streptomyces spectabilis*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である．

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり763 ～ 831 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$：332.35)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の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)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100) 5 mLにアントロン試液を穏やかに加えるとき，接界面は，青色～青緑色を呈する．

（2）　本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき，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，両者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）　本品の水溶液(1→150) 3 mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき，液は白濁する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋15 ～ ＋21°(脱水物に換算したもの2.1 g，水，25 mL，200 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.6である．

純度試験　類縁物質　本品0.20 gを水5 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100 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ィー〈*2.03*〉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1－プロパノール／水／ピリジン／酢酸(100)混液(10：8：1：1)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにアルカリ性1.6%過ヨウ素酸カリウム・0.2%過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき，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．

水分〈*2.48*〉　16.0 ～ 20.0%(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　1.0%以下(1 g)．

定量法　本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし，1,1,1,3,3,3－ヘキサメチルジシラザン1 mLをそれぞれに加え，室温に1時間放置し，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するスペクチノマイシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：スペクチノマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　トリフェニルアンチモンの*N*,*N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→500)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm，長さ60 cmのガラス管にガスクロマトグラフィー用5%フェニル－メチルシリコーンポリマーをシラン処理した150 ～ 180 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充填する．

カラム温度：190℃付近の一定温度

注入口温度：215℃付近の一定温度

検出器温度：220℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：スペクチノマイシンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，スペクチノマイシンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液1 μL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スペクチノマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5以下である．

貯法　容器　気密容器．

注射用スペクチノマイシン塩酸塩

Spectinomycin Hydrochloride for Injection

本品は用時懸濁して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の97.5 ～ 117.5%に対応するスペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$：332.35)を含む．

製法　本品は「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

確認試験　「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」の確認試験(2)を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」70 mg(力価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 5.6である．

純度試験　溶状　本品の「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」0.70 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長425 nmにおける吸光度は0.10以下である．

水分〈*2.48*〉　16.0 ～ 20.0%(0.3 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する(T：107.5%)．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし，1,1,1,3,3,3－ヘキサメチルジシラザン1 mLを加え，室温に1時間放置し，試料溶液とする．別にスペクチノマイシン塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし，1,1,1,3,3,3－ヘキサメチルジシラザン1 mLを加え，室温に1時間放置し，標準溶液とする．以下「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S$

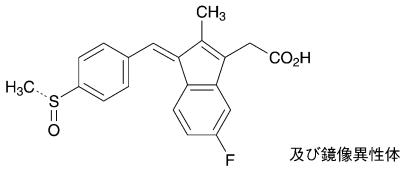
M_S：スペクチノマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　トリフェニルアンチモンの*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(1→500)

貯法　容器　密封容器．

スリンダク

Sulindac



及び鏡像異性体

$C_{20}H_{17}FO_3S$：356.41

(1*Z*)-(5-Fluoro-2-methyl-1-{4-[(*RS*)-methylsulfinyl]benzylidene}-1*H*-inden-3-yl)acetic acid

[*38194-50-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スリンダク($C_{20}H_{17}FO_3S$) 99.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は黄色の結晶性の粉末である.

本品はメタノール又はエタノール(99.5)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない.

融点：約184℃(分解).

確認試験

（1）　本品15 mgを塩酸のメタノール溶液(1→120) 1000 mLに溶かした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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).

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（3）　類縁物質　本品0.25 gをとり，メタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 mL，4 mL及び2 mLを正確に量りそれぞれにメタノールを加えて正確に10 mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)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，標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3) 4 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(97：3)を展開溶媒として，約17 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，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)から得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき，その合計量は1.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧・0.7 kPa以下，100℃，2時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g，白金るつぼ).

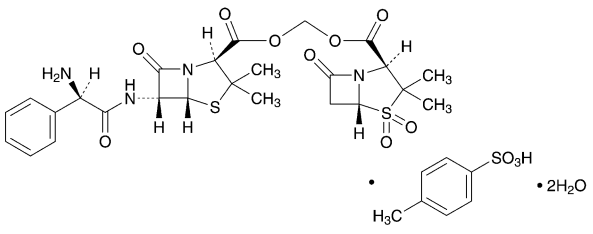
定量法　本品を乾燥し，その約0.3 gを精密に量り，メタノール50 mLに溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝35.64 mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

貯法　容器　気密容器.

スルタミシリントシル酸塩水和物

Sultamicillin Tosilate Hydrate



$C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S \cdot 2H_2O$：802.89

(2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetylamino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate mono-4-toluenesulfonate dihydrate

[*83105-70-8*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱残留溶媒物1 mg当たり698 ～ 800 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価はスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→1000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はスルタミシリントシル酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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スルタミシリントシル酸塩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．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋173 ～ ＋187°（脱水物に換算したもの0.5 g，水／アセトニトリル混液(3：2)，25 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　アンピシリン　本操作は速やかに行う．本品約20 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にアンピシリン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に100 mLとする．この液6 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25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のアンピシリンのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12 gを水約750 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 3.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル80 mLに加え，1000 mLとする．

流量：アンピシリンの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：アンピシリン標準品12 mg，スルバクタム標準品4 mg及び*p*－トルエンスルホン酸一水和物4 mgを移動相1000 mLに溶かす．この液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，*p*－トルエンスルホン酸，アンピシリンの順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，アンピシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　スルバクタム　本操作は速やかに行う．本品約20 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，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25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液のスルバクタムのピーク面積を自動積分法で測定するとき，試料溶液のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．

試験条件

純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

（4）　ペニシロ酸　本品約25 mgを精密に量り，100 mLの共栓フラスコに入れ，アセトニトリル1 mLに溶かし，pH 3.0の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液25 mLを加える．この液に0.005 mol/Lヨウ素液5 mLを正確に加え，密栓して5分間放置した後，0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：デンプン試液1.0 mL)．同様の方法で空試験を行い，補正するとき，ペニシロ酸($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69)の量は3.0%以下である．

0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL
＝0.2585 mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

（5）　残留溶媒〈*2.46*〉　本品約0.1 gを精密に量り，メタノール2 mLに溶かし，更に水を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別に酢酸エチル約1 gを精密に量り，水を混和し，正確に200 mLとする．この液2 mLを正確に量り，メタノール10 mLを加え，更に水を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確に

とり，次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試験を行う．それぞれの液の酢酸エチルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．次式により酢酸エチルの量を求めるとき，2.0%以下である．

酢酸エチルの量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 1／5

M_S：酢酸エチルの秤取量(mg)
M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件
検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径3 mm，長さ1 mの管に150 ～ 180 μmのガスクロマトグラフィー用多孔性スチレン－ジビニルベンゼン共重合体(平均孔径0.0085 μm，300 ～ 400 m^2/g)を充塡する．
カラム温度：155℃付近の一定温度
キャリヤーガス：窒素
流量：酢酸エチルの保持時間が約6分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，酢酸エチルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ500段以上，1.5以下である．
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6回繰り返すとき，酢酸エチルのピーク面積の相対標準偏差は5%以下である．

水分〈2.48〉　4.0 ～ 6.0%(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.2%以下(1 g)．

定量法　本操作は速やかに行う．本品及びスルタミシリントシル酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 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10 μL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スルタミシリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[μg(力価)]
＝M_S × Q_T／Q_S × 1000

M_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→2500)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)
カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μm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塡する．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12 gに水約750 mLを加えて溶かし，薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 3.0に調整した後，水を加えて1000 mLとする．この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル400 mLに加えて1000 mLとする．
流量：スルタミシリンの保持時間が約4分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，*p*－トルエンスルホン酸，スルタミシリン，内標準物質の順に溶出し，それぞれの分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルタミシリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スルタミシリントシル酸塩錠

Sultamicillin Tosilate Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 105.0%に対応するスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$：594.66)を含む．

製法　本品は「スルタミシリントシル酸塩水和物」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，「スルタミシリントシル酸塩水和物」7 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール2 mLを加えて振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液1 mLに塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液1 mLを加え，3分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1 mLを加えて混和するとき，液は赤褐色を呈する．

純度試験　ペニシロ酸　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「スルタミシリントシル酸塩水和物」約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 3.0の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，時々振り混ぜながら5分間超音波処理した後，pH 3.0の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液で正確に50 mLとする．この液を0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液5 mLを除き，次のろ液10 mL を正確に量り，共栓フラスコに入れ，0.005 mol/Lヨウ素液5 mLを正確に加え，密栓して5分間放置した後，0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉する(指示薬：デンプン試液1.0 mL)．同様の方法で空試験を行い,補正するとき，ペニシロ酸($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$：630.69)の量は5.5%以下である．

0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL
＝0.2585 mg $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本操作は試料溶液及び標準溶液調製後，2時間以内に行う．本品1個をとり，移動相を加え，超音波処理した後，移動相を加えて正確に200 mLとし，必要ならばろ過又は遠心分離する．この液の「スルタミシリントシル酸塩水和物」約5.6 mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 mLとし，試料溶液とする．別にスルタミシリントシル酸塩標準品約47 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25 mLとする．この液3 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 mLとし，標準溶液とする．以下「スルタミシリントシル酸塩水和物」の定量法を準用する．

スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 24 / V$

M_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶液(1→2500)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)約0.42 mg(力価)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*p*－トルエンスルホン酸一水和物を硫酸を乾燥剤として18時間乾燥し，その約27 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の*p*－トルエンスルホン酸のピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450 \times 3.126$

M_S：*p*－トルエンスルホン酸一水和物の秤取量(mg)
C：1錠中のスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：222 nm)
カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸二水素カリウム13.6 gを水に溶かし，1000 mLとした後，水酸化カリウム試液を加えてpH 5.5に調整する．この液950 mLにアセトニトリル50 mLを加える．
流量：*p*－トルエンスルホン酸の保持時間が約8分となるよう調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，*p*－トルエンスルホン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000 段以上，2.0以下である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*p*－トルエンスルホン酸のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である．

定量法　本操作は試料溶液及び標準溶液調製後，2時間以内に行う．本品20個以上をとり，その質量を精密に量り，粉末とする．「スルタミシリントシル酸塩水和物」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相40 mLを加え，超音波処理した後，移動相を加えて正確に50 mLとし，必要ならばろ過又は遠心分離する．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 mLとし，試料溶液とする．別にスルタミシリントシル酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 mLとし，標準溶液とする．以下「スルタミシリントシル酸塩水和物」の定量法を準用する．

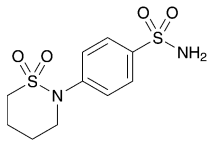
スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

101　　M_S：スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

102　　内標準溶液　4－アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶
103　　液(1→2500)
104　**貯法**　容器　気密容器.

スルチアム

Sultiame



$C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$：290.36

4-(3,4,5,6-Tetrahydro-2*H*-1,2-thiazin-2-yl)benzenesulfonamide *S*,*S*-dioxide

[*61-56-3*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルチアム($C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$) 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，においはなく，味は僅かに苦い.

本品は*N*,*N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，*n*−ブチルアミンに溶けやすく，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，水に極めて溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

確認試験

（1）　本品0.02 gに水5 mL及び*n*−ブチルアミン1 mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2 ～ 3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は緑色を呈する.

（2）　本品0.1 gに炭酸ナトリウム十水和物0.5 gを混和し，注意して融解するとき，発生するガスは潤した赤色リトマス紙を青変する．冷後，融解物をガラス棒で砕き，水10 mLを加えてかき混ぜ，ろ過する．ろ液4 mLに過酸化水素(30) 2滴，薄めた塩酸(1→5) 5 mL及び塩化バリウム試液2 ～ 3滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる.

（3）　本品のメタノール溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

融点〈*2.60*〉　185 ～ 188℃

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液20 mLを加え，加温して溶かし，冷後，酢酸(100) 2 mL及び水を加えて100 mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液40 mLをとり，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．比較液は0.01 mol/L塩酸0.25 mLに水酸化ナトリウム試液8 mL，酢酸(100) 0.8 mL，希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.022%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液20 mLを加え，加温して溶かし，冷後，希塩酸8 mL及び水を加えて100 mLとして振り混ぜ，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液40 mLをとり，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．比較液は0.005 mol/L硫酸0.40 mLに水酸化ナトリウム試液8 mL，希塩酸4.2 mL及び水を加えて50 mLとする(0.048%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　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).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（5）　類縁物質　本品0.10 gをとり，メタノールに溶かし，正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にスルファニルアミド10 mgをとり，メタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(30：8：1)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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

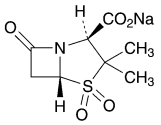
定量法　本品を乾燥し，その約0.8 gを精密に量り，*N*,*N*−ジメチルホルムアミド70 mLに溶かし，0.2 mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.2 mol/Lテトラメチルアンモニウムヒドロキシド液1 mL
＝58.07 mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

貯法　容器　密閉容器.

スルバクタムナトリウム

Sulbactam Sodium



$C_8H_{10}NNaO_5S$：255.22

Monosodium (2*S*,5*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide

[*69388-84-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり875 ～ 941 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$：233.24)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋219 ～ ＋233°(1 g，水，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.2 ～ 7.2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，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430 nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　スルバクタムペニシラミン　本品約0.2 gを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約40 mgを精密に量り，水2 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5 mLを加え，室温で10分間放置した後，1 mol/L塩酸試液0.5 mLを加え，更に移動相を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法で測定するとき，スルバクタムペニシラミンの量は1.0%以下である．

スルバクタムペニシラミンの量(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$

M_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びスルバクタム標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれ移動相に溶かし，内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50 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10 μL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スルバクタムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μm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填する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：0.005 mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液750 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250 mLを加える．

流量：スルバクタムの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

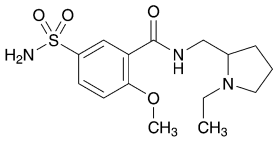
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

スルピリド

Sulpiride



$C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43

N-(1-Ethylpyrrolidin-2-ylmethyl)-2-methoxy-5-sulfamoylbenzamide

[*15676-16-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 98.5 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は酢酸(100)又は希酢酸に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は0.05 mol/L硫酸試液に溶ける.

本品のメタノール溶液(1→100)は，旋光性を示さない.

融点：約178℃(分解).

確認試験

（1）　本品0.1 gを0.05 mol/L硫酸試液に溶かし，100 mLとする．この液5 mLに水を加えて100 mLとした液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

純度試験

（1）　溶状　本品2.0 gを希酢酸7 mLに溶かし，水を加えて20 mLとするとき，液は澄明である．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450 nmにおける吸光度は0.020以下である.

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　類縁物質　本品50 mgをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(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1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：2：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない．また，薄層板をヨウ素蒸気中に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2個以下で，標準溶液から得たスポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，酢酸(100) 80 mLを加えて溶かし，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：クリスタルバイオレット試液2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きとする．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＝34.14 mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$

貯法　容器　密閉容器.

スルピリド錠

Sulpiride Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む．

製法　本品は「スルピリド」をとり，錠剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289 ～ 293 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05 mol/L硫酸試液30 mLを加え，30分間振り混ぜた後，1 mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1 mgを含む液となるように0.05 mol/L硫酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50 mg錠の30分間の溶出率は80%以上であり，100 mg錠及び200 mg錠の45分間の溶出率はそれぞれ75%以上及び70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約56 μgを含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約28 mgを精密に量り，試験液に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に25 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長291 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)
C：1錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)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．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約0.1 gに対応する量を精密に量り，0.05 mol/L硫酸試液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.05 mol/L硫酸試液を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，0.05 mol/L硫酸試液に溶かし，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100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長291 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

スルピリドカプセル

Sulpiride Capsules

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$：341.43)を含む．

製法　本品は「スルピリド」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　定量法で得た試料溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長289 ～ 293 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.05 mol/L硫酸試液30 mLを加え，30分間振り混ぜた後，1 mL中にスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約1 mgを含む液となるように0.05 mol/L硫酸試液を加えて正確にV mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 50$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)約0.1 gに対応する量を精密に量り，0.05 mol/L硫酸試液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後，0.05 mol/L硫酸試液を加えて正確に100 mLとし，ろ過する．初めのろ液20 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾燥し，その約50 mgを精密に量り，0.05 mol/L硫酸試液に溶かし，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100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長291 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

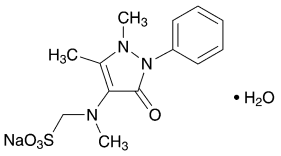
スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)$= M_S \times A_T / A_S \times 2$

M_S：定量用スルピリドの秤取量(mg)

貯法　容器　気密容器．

スルピリン水和物

Sulpyrine Hydrate



$C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35

Monosodium [(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-4-yl)(methyl)amino]methanesulfonate monohydrate

[*5907-38-0*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物に対し，スルピリン($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$：333.34) 98.5%以上を含む.

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末で，においはなく，味は苦い.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は光によって着色する.

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→15) 3 mLに希硫酸2滴及びサラシ粉試液1 mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる.

（2）　本品の水溶液(1→25) 5 mLに希塩酸3 mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化硫黄のにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する.

（3）　本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　溶状及び液性　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は澄明で，中性である.

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.20 gを0.05 mol/L塩酸に溶かして50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は，0.005 mol/L硫酸0.50 mLに0.05 mol/L塩酸を加えて50 mLとする(0.120%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（4）　メルブリン　本品0.10 gに水2 mL及び希硫酸1 mLを加え，漏斗で覆い，穏やかに15分間煮沸する．冷後，酢酸ナトリウム三水和物溶液(1→2) 2 mL及び水を加えて5 mLとし，ベンズアルデヒド飽和溶液5 mLを加えて振り混ぜ，5分間放置するとき，液は澄明である.

（5）　クロロホルム可溶物　本品1.0 gにクロロホルム10 mLを加え，30分間しばしば振り混ぜた後，ろ過する．沈殿は更にクロロホルム5 mLずつで2回洗う．ろ液及び洗液を合わせ，水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で4時間乾燥するとき，その量は5.0 mg以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(1 g，105℃，4時間).

定量法　本品約0.25 gを精密に量り，10℃以下に冷却した薄めた塩酸(1→20) 100 mLを加えて溶かし，5 ～ 10℃に保ちながら直ちに0.05 mol/Lヨウ素液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は0.05 mol/Lヨウ素液を滴加後，1分間強く振り混ぜても脱色しない青色を呈するときとする(指示薬：デンプン試液1 mL).

0.05 mol/Lヨウ素液1 mL＝16.67 mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

スルピリン注射液

Sulpyrine Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$：351.35)を含む．

製法　本品は「スルピリン水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 8.5

確認試験

（1）　本品の「スルピリン水和物」0.2 gに対応する容量をとり，水を加えて3 mLとする．この液に希硫酸2滴及びサラシ粉試液1 mLを加えるとき，液は初め濃青色を呈し，直ちに赤色を経て徐々に黄色に変わる．

（2）　本品の「スルピリン水和物」0.2 gに対応する容量をとり，水を加えて5 mLとする．この液に希塩酸3 mLを加えて煮沸するとき，初め二酸化硫黄のにおい，次にホルムアルデヒド臭を発する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品2 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)約50 mgに対応する容量$V$ mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に定量用スルピリン(別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量〈*2.41*〉を測定しておく)約50 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 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2 mLずつを正確に量り，それぞれを25 mLのメスフラスコに入れ，エタノール(95) 5 mL，4－ジメチルアミノシンナムアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→250) 2 mL及び酢酸(100) 2 mLずつを加え，よく振り混ぜて15分間放置した後，水を加えて25 mLとする．これらの液につき，水2 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液から得たそれぞれの液の波長510 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

本品1 mL中のスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S \times 50 / V \times 1.054$

M_S：乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量(mg)

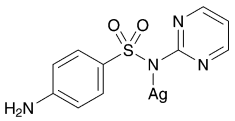
貯法

保存条件　遮光して，空気を「窒素」で置換して保存する．

容器　密封容器．本品は着色容器を使用することができる．

スルファジアジン銀

Sulfadiazine Silver



$C_{10}H_9AgN_4O_2S$：357.14

Monosilver 4-amino-*N*-(pyrimidin-2-yl)benzenesulfonamidate

[*22199-08-2*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$) 99.0 ～ 102.0%を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水，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.

本品はアンモニア試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

融点：約275℃(分解).

確認試験　本品を乾燥し，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乾燥したスルファジアジン銀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.

純度試験

(1)　硝酸塩　本品1.0 gを水250 mLに加え，50分間振り混ぜてろ過し，ろ液を試料溶液とする．別に硝酸カリウム0.25 gを精密に量り，水に溶かし，正確に2000 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液2.0 mLずつを正確に量り，クロモトロープ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液(1→10000) 5 mL及び硫酸を加えて正確に10 mLとする．別に水2.0 mLを正確に量り，同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長408 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定するとき，A_TはA_Sより大きくない(0.05%以下).

(2)　類縁物質　本品50 mgをエタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2) 5 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)を加えて正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，エタノール(95)／アンモニア水(28)混液(3：2)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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にクロロホルム／メタノール／アンモニア水(28)混液(10：5：2)を展開溶媒として約15 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポット及び原点のスポット以外のスポットは，標準溶液から得た主スポットより濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧，酸化リン(V)，80℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　41 ～ 45%(1 g).

銀含量　本品を乾燥し，その約50 mgを精密に量り，硝酸2 mLに溶かし，水を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，試料溶液とする．別に原子吸光光度用銀標準液適量を正確に量り，水を加えて1 mL中に銀(Ag：107.87) 1.0 ～ 2.0 μgを含むように薄め，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉により試験を行い，標準溶液の吸光度から得た検量線を用いて銀含量を定量するとき，28.7 ～ 30.8%である.

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：銀中空陰極ランプ

波長：328.1 nm

定量法　本品及びスルファジアジン銀標準品を乾燥し，その約0.1 gずつを精密に量り，アンモニア試液に溶かし，正確に100 mLとする．これらの液1 mLずつを正確に量り，水を加えて正確に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につき，アンモニア試液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとした液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長255 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)の量(mg)

$= M_S \times A_T / A_S$

M_S：スルファジアジン銀標準品の秤取量(mg)

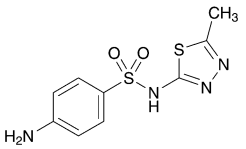
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

スルファメチゾール

Sulfamethizole



$C_9H_{10}N_4O_2S_2$：270.33

4-Amino-*N*-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-yl)benzenesulfonamide

[*144-82-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメチゾール($C_9H_{10}N_4O_2S_2$) 99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末で，においはない.

本品はエタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

融点〈*2.60*〉　208 ～ 211℃

純度試験

(1)　溶状　本品0.5 gに水酸化ナトリウム試液3 mL及び水20 mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である.

(2)　酸　本品1.0 gに水50 mLを加え，70℃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0.60 mLを加えるとき，液は黄色を呈する.

(3)　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

(4)　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

(5)　類縁物質　本品0.10 gをアセトン10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，アセトンを加えて正確に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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(20：1)を展開溶媒として約10 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.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，塩酸5 mL及び水50 mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10) 10 mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する.

0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液1 mL＝27.03 mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

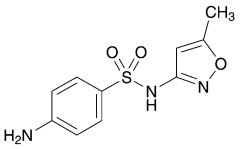
貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

スルファメトキサゾール

Sulfamethoxazole



$C_{10}H_{11}N_3O_3S$：253.28

4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide

[*723-46-6*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファメトキサゾール($C_{10}H_{11}N_3O_3S$) 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，においはなく，味は僅かに苦い．

本品は*N,N*−ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，ジエチルエーテルに溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験　本品を乾燥し，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

融点〈*2.60*〉　169 ～ 172℃

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液5 mL及び水20 mLを加えて溶かすとき，液は無色澄明である．

（2）　酸　本品1.0 gに水50 mLを加え，70℃で5分間加熱した後，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0.60 mLを加えるとき，液は黄色を呈する．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（5）　類縁物質　本品0.20 gをアンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)を加えて正確に10 mLとする．この液1 mLを正確に量り，アンモニア水(28)のメタノール溶液(1→50)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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸エチル／アセトニトリル／薄めたアンモニア水(28) (7→100)混液(10：8：1)を展開溶媒として約10 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．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約0.4 gを精密に量り，*N,N*−ジメチルホルムアミド30 mLに溶かし，水10 mLを加えた後，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で淡青色を呈するまで滴定〈*2.50*〉する(指示薬：チモールフタレイン試液0.5 mL)．別に*N,N*−ジメチルホルムアミド30 mLに水26 mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝25.33 mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

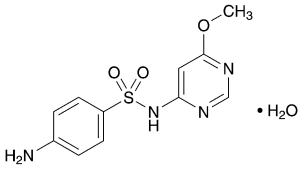
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルファモノメトキシン水和物

Sulfamonomethoxine Hydrate



$C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$：298.32

4-Amino-*N*-(6-methoxypyrimidin-4-yl)benzenesulfonamide monohydrate

[*1220-83-3*，無水物]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルファモノメトキシン($C_{11}H_{12}N_4O_3S$：280.30) 99.0%以上を含む.

性状　本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはない.

本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない.

本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける.

本品は光によって徐々に着色する.

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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.

融点〈*2.60*〉　204 ～ 206℃

純度試験

（1） 溶状　本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液5 mL及び水20 mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.また，本品0.5 gを水酸化ナトリウム試液5 mLに溶かし，加熱するとき，白濁を生じない．冷後，更にアセトン5 mLを加えるとき，液は澄明である.

（2） 重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（3） ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（4） 類縁物質　本品0.02 gをエタノール(95) 10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(95)を加えて正確に200 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ィー〈*2.03*〉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ィー用シリカゲル(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1－ブタノール／アンモニア水(28)混液(4：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット以外のスポットは，標準溶液から得られた主スポットより大きくなく，かつ濃くない.

乾燥減量〈*2.41*〉　4.5 ～ 6.5%(1 g，105℃，4時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%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，塩酸5 mL及び水50 mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→10) 10 mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液で電位差滴定法又は電流滴定法により滴定〈*2.50*〉する.

0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液1 mL＝28.03 mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

貯法

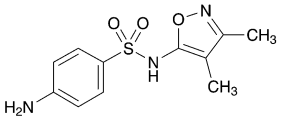
保存条件　遮光して保存する.

容器　密閉容器.

スルフイソキサゾール

Sulfisoxazole

スルファフラゾール



$C_{11}H_{13}N_3O_3S$：267.30

4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-5-yl)benzenesulfonamide

[*127-69-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルフイソキサゾール($C_{11}H_{13}N_3O_3S$) 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，においはなく，味は僅かに苦い．

本品はピリジン又は*n*－ブチルアミンに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，酢酸(100)に溶けにくく，水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい．

本品は希塩酸，水酸化ナトリウム試液又はアンモニア試液に溶ける．

本品は光によって徐々に着色する．

確認試験

（1）　本品0.01 gに希塩酸1 mL及び水4 mLを加えて溶かした液は芳香族第一アミンの定性反応〈*1.09*〉を呈する．

（2）　本品0.02 gに水5 mL及び*n*－ブチルアミン1 mLを加えて溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2 ～ 3滴を加え，よく振り混ぜる．これにクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は青緑色を呈する．

（3）　本品0.01 gをピリジン1 mLに溶かし，硫酸銅(Ⅱ)試液2滴を加えて振り混ぜる．さらに水3 mL及びクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜ，放置するとき，クロロホルム層は淡黄褐色を呈する．

（4）　本品0.5 gに酢酸(100) 2 mLを加え，還流冷却器を付けて加熱して溶かし，無水酢酸1 mLを加えて10分間煮沸する．これに水10 mLを加えて冷却した後，更に水酸化ナトリウム溶液(3→10)約7 mLを加えてアルカリ性とし，必要ならばろ過する．この液に直ちに酢酸(100)を滴加して酸性とし，生じた沈殿をろ取し，メタノールから再結晶し，105℃で1時間乾燥するとき，その融点〈*2.60*〉は208 ～ 210℃である．

融点〈*2.60*〉　192 ～ 196℃(分解)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液5 mL及び水20 mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　酸　本品1.0 gに水50 mLを加え，70℃で5分間加熱した後，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．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(2 g，105℃，4時間)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品を乾燥し，その約1 gを精密に量り，メタノール50 mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.2 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液3滴)．別にメタノール50 mLに水18 mLを加えた液につき，同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.2 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL＝53.46 mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

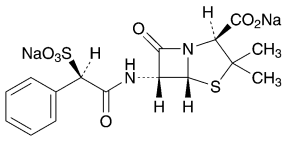
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密閉容器．

スルベニシリンナトリウム

Sulbenicillin Sodium



$C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$：458.42

Disodium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate

[*28002-18-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 970 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，スルベニシリン($C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$：414.45)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はスルベニシリンナトリウム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．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋167 ～ ＋182°（脱水物に換算したもの1 g，水，20 mL，100 mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.20 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品2.5 gを水5 mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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).

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下).

（4）　類縁物質　本品0.10 gを移動相15 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，スルベニシリンの二つのピーク以外のピークの量は2.0%以下である．また，スルベニシリンの二つのピーク以外のピークの合計は5.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム10 gを水750 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液でpH 6.0±0.1に調整し，水を加えて1000 mLとする．この液940 mLにアセトニトリル60 mLを加える．

流量：スルベニシリンの二つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間が18分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スルベニシリンの二つのピークのうち，後に溶出するピークの保持時間の1.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 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，移動相を加えて正確に10 mLとした液10 μLから得たスルベニシリンの二つのピークの合計面積が，システム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの二つのピークの合計面積の7 ～ 13%であることを確認する．

システムの性能：試料溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルベニシリンの二つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルベニシリンの二つのピークの和の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定).

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

（ⅰ）　試験菌*Bacillus subtilis* ATCC 6633を用いる．

（ⅱ）　培地　培地(1)の1)のⅰを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.4 ～ 6.6とする．

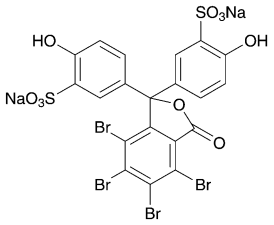
（ⅲ）　標準溶液　スルベニシリンナトリウム標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は凍結して保存し，4日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に40 μg(力価)及び10 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

（ⅳ）　試料溶液　本品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に40 μg(力価)及び10 μg(力価)を含む液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

貯法　容器　密封容器.

スルホブロモフタレインナトリウム

Sulfobromophthalein Sodium



$C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00

Disodium 5,5′-(4,5,6,7-tetrabromo-3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

[*71-67-0*]

本品を乾燥したものは定量するとき，スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$) 96.0 ～ 104.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末で，においはない.

本品は水にやや溶けやすく，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.

本品は吸湿性である.

確認試験

（1）　本品0.02 gを水10 mLに溶かし，炭酸ナトリウム試液1 mLを加えるとき，液は青紫色を呈し，これに希塩酸1 mLを加えるとき，液の色は消える.

（2）　本品0.2 gを磁製るつぼにとり，無水炭酸ナトリウム0.5 gを加えてよくかき混ぜた後，強熱して炭化し，冷後，残留物に熱湯15 mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，ろ過する．ろ液に塩酸を加え，僅かに酸性とした液は，臭化物の定性反応〈*1.09*〉並びに硫酸塩の定性反応〈*1.09*〉の(1)及び(2)を呈する.

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する.

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水20 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0.5 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である.

（2）　塩化物〈*1.03*〉　本品2.0 gをとり，試験を行う．比較液には0.01 mol/L塩酸0.10 mLを加える(0.002%以下).

（3）　硫酸塩　本品の水溶液(1→500) 10 mLに希塩酸5滴を加え，沸騰するまで加熱し，これに熱塩化バリウム試液1 mLを加え，1分間後に観察するとき，液は澄明である.

（4）　カルシウム　本品約5 gを精密に量り，磁製皿に入れ，弱く加熱して炭化した後，700 ～ 750℃に強熱して炭化する．冷後，希塩酸10 mLを加え，水浴上で5分間加熱した後，内容物を50 mLの水を用いてフラスコに移し，8 mol/L水酸化カリウム試液5 mL及びNN指示薬0.1 gを加えた後，0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する．ただし，滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする.

0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液 1 mL
＝0.4008 mg Ca

カルシウム(Ca：40.08)の量は0.05%以下である.

（5）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（6）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.65 gをるつぼにとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，炭化物が残るときは更に少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，希硫酸10 mLを加えて白煙が発生するまで加熱し，冷後，残留物に水5 mLを加える．これを検液とし，試験を行う(3.1 ppm以下).

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.5 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　14 ～ 19%(乾燥後，0.5 g，700 ～ 750℃).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に500 mLとする．この液5 mLを正確に量り，無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200 mLとする．この液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長580 nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する.

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)
＝A／881 × 200000

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

スルホブロモフタレインナトリウム注射液

Sulfobromophthalein Sodium Injection

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，表示量の94.0 ～ 106.0%に対応するスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$：838.00)を含む．

製法　本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は無色～微黄色澄明の液である．

pH：5.0 ～ 6.0

確認試験

（1）　本品の「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02 gに対応する容量をとり，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(1)を準用する．

（2）　本品の「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1 gに対応する容量をとり，無水炭酸ナトリウム0.5 gを加えて水浴上で蒸発乾固し，更に強熱して炭化し，以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の確認試験(2)を準用する．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

発熱性物質〈*4.04*〉　本品に生理食塩液を加えて0.5 w/v%溶液とし，ウサギの体重1 kgにつき，この液5 mLを注射し，試験を行うとき，適合する．

定量法　本品のスルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)約0.1 gに対応する容量を正確に量り，水を加えて正確に500 mLとする．以下「スルホブロモフタレインナトリウム」の定量法を準用する．

スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)の量(mg)

$= A / 881 \times 200000$

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

Human Menopausal Gonadotrophin

本品は健康な閉経後の婦人の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したもので，卵胞刺激ホルモン作用と黄体形成ホルモン(間質細胞刺激ホルモン)作用を有する．

本品は1 mg当たり40卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

本品は水にやや溶けやすい．

黄体形成ホルモン・卵胞刺激ホルモン比　定量法及び次の方法により試験を行うとき，黄体形成ホルモン単位の卵胞刺激ホルモン単位に対する比率は1以下である．

(ⅰ)　試験動物　体重約45 ～ 65 gの健康な雄シロネズミを用いる．

(ⅱ)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をpH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，1.0 mL中に10，20及び40黄体形成ホルモン単位を含む3種の溶液を調製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に(ⅳ)に従って注射し，精のうの質量を測定する．試験の結果に基づき精のうの質量が20 ～ 35 mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．高用量標準溶液にpH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5 ～ 2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

(ⅲ)　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液とほぼ等しい作用を示すようにpH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし，高用量試料溶液T_Hとする．この高用量試料溶液を高用量標準溶液と同様に希釈して低用量試料溶液T_Lとする．

調製した標準溶液及び試料溶液は2 ～ 8℃に保存する．

(ⅳ)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを1日1回0.2 mLずつ5日間皮下注射し，第6日に精のうを摘出し，付着する外液と不要組織を分離し，ろ紙にはさみ手で軽く押しつぶして内容物を出し，精のうの質量を量る．

(ⅴ)　計算法　定量法の(ⅴ)を準用する．ただし，卵巣質量を精のう質量に，卵胞刺激ホルモン単位を黄体形成ホルモン単位に読み替える．

水分〈2.48〉　5.0%以下(0.2 g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉　本品をエンドトキシン試験用水1 mL当たり75卵胞刺激ホルモン単位を溶かし，試験を行うとき，エンドトキシンとして1卵胞刺激ホルモン単位当たり0.66 EU未満である．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，タンパク質1 mg当たり50卵胞刺激ホルモン単位以上を含む．

(ⅰ)　試料溶液　本品約10 mgを精密に量り，水を加え，その1 mL中に正確に200 μgを含むように溶かし，試料溶液とする．

(ⅱ)　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20 mLとする．この液に水を加え，1 mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50 μg含む4種の標準溶液を調製する．

(ⅲ)　操作法　内径約18 mm，長さ約130 mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5 mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5 mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，薄めたフォリン試液(1→2) 0.5 mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長750 nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のタンパク質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

(ⅰ)　試験動物　体重約45 ～ 65 gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ⅱ)　標準溶液　ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品をヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液に溶かし，1.0 mL中に0.75，1.5及び3.0卵胞刺激ホルモン単位を含む3種の溶液を調製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物に，(ⅳ)に従って注射し，卵巣の質量を測定する．試験の結果に基づき卵巣の質量がほぼ120 ～ 160 mgになると推定される標準品の濃度を高用量標準溶液S_Hとする．高用量標準溶液にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて1.5 ～ 2.0倍容量に希釈して低用量標準溶液S_Lとする．

(ⅲ)　試料溶液　本品の適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液を加えて溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(ⅳ)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びDの4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを第1日の午後1回，第2日の午前，正午及び午後の3回，第3日の午前及び午後の2回にわたって1回0.2 mLずつ皮下注射する．第5日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他不要組織を分離し，ろ紙で付着する水を軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

(ⅴ)　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．さらに各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1 mg中の卵胞刺激ホルモン単位数

＝antilog M × (S_H 1 mL中の単位数) × b/a

$M = IY_a / Y_b$

$I = \log(S_H/S_L) = \log(T_H/T_L)$

$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$

$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$

a：本品の秤取量(mg)

b：本品をヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，

また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す.

$F'=(Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2/(4fs^2)$

f: 各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2 - (Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

$Y=Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$

$n=4(f-1)$

$L=2\sqrt{(C-1)(CM^2+I^2)}$

$C=Y_b^2/(Y_b^2 - 4fs^2t^2)$

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する.

容器　気密容器.

ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin

胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は健康な妊婦の尿からウイルスを除去又は不活化する工程を経て得た性腺刺激ホルモンを乾燥したものである．

本品は1 mg当たり2500ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位以上を含む．また，タンパク質1 mg当たり3000単位以上の絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

本品は定量するとき，表示単位の80 ～ 125%を含む．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末で，水に溶けやすい．

確認試験　定量法で得たY_3及びY_4につき，次の式によってbを計算するとき，bは120以下である．

$$b = E / I$$

$$E = (Y_3 - Y_4) / f$$

f: 1群の試験動物の数

$$I = \log (T_H / T_L)$$

純度試験

(1)　溶状　本品0.05 gを生理食塩液5 mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

(2)　卵胞ホルモン　去勢後少なくとも2週間以上経た雌のシロネズミ又はシロハツカネズミ3匹に，表示単位に従い100単位に対応する量を精密に量り，生理食塩液0.5 mLに溶かし，皮下注射する．注射後，第3日，第4日及び第5日の3日間，一日二回ずつ腟分泌物をとり，スライドガラスに薄く塗付して乾燥した後，ギムザ試液で染色し，水で洗い，乾燥して鏡検〈*5.01*〉するとき，発情像を認めない．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1 g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

異常毒性否定試験　本品の適量をとり，生理食塩液を加えて，1 mL中に120単位を含むように調製し，試料溶液とする．体重約350 gの栄養状態のよい健康なモルモット2匹以上を使用し，1匹当たり試料溶液5.0 mLずつを腹腔内に注射し，7日間以上観察するとき，いずれも異常を示さない．

比活性　本品につき，定量法及び次の試験を行うとき，タンパク質1 mg当たり3000単位以上のヒト絨毛性性腺刺激ホルモンを含む．

(i)　試料溶液　本品の適量に水を加え，1 mL中にヒト絨毛性性腺刺激ホルモン約500単位を含むように調製する．

(ii)　標準溶液　ウシ血清アルブミン約10 mgを精密に量り，水に溶かし，正確に20 mLとする．この液に水を加え，1 mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300，200，100及び50 μg含む4種の標準溶液を調製する．

(iii)　操作法　内径約18 mm，長さ約130 mmのガラス試験管に各標準溶液及び試料溶液0.5 mLずつを，正確にとる．それぞれにアルカリ性銅試液5 mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で10分間加温した後，更に，薄めたフォリン試液(1→2) 0.5 mLを正確に加えて振り混ぜ，30℃の水浴中で20分間加温する．これらの液につき，水0.5 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長750 nmにおける吸光度を測定する．

各標準溶液から得た吸光度から，縦軸を吸光度，横軸を濃度とする検量線を作成する．これに試料溶液から得た吸光度をあてて試料溶液中のタンパク質量を求め，検体中の含量を計算する．

定量法

(i)　試験動物　体重約45 ～ 65 gの健康な雌シロネズミを用いる．

(ii)　標準溶液　ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液2.5 mL中に，7.5，15，30及び60単位を含む4種の溶液を製する．この溶液を5匹を1群とする試験動物の4群に，(iv)の操作法に従ってそれぞれ注射し，卵巣質量を測定する．別の1群にウシ血清アルブミン・生理食塩液を注射し，対照とする．試験の結果に基づき，卵巣質量が対照の約2.5倍になると推定される標準品の濃度を低用量標準品の濃度とし，その用量の1.5 ～ 2.0倍の濃度を高用量標準溶液の濃度と定める．ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，この液の濃度が上記の試験の結果定められた高用量標準溶液及び低用量標準溶液の濃度となるように製し，それぞれ高用量標準溶液S_H及び低用量標準溶液S_Lとする．

(iii)　試料溶液　本品の表示単位に従い，その適量を精密に量り，高用量標準溶液及び低用量標準溶液と等しい単位数を等容量中に含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，これらをそれぞれ高用量試料溶液T_H及び低用量試料溶液T_Lとする．

(iv)　操作法　試験動物を1群10匹以上で各群同数のA，B，C及びD群の4群に無作為に分け，各群にそれぞれS_H，S_L，T_H及びT_Lを一日一回0.5 mLずつ5日間皮下注射し，第6日に卵巣を摘出し，付着する脂肪その他の不要組織を分離し，ろ紙で軽く吸いとり，直ちに卵巣質量を量る．

(v)　計算法　S_H，S_L，T_H及びT_Lによって得た卵巣質量をそれぞれy_1，y_2，y_3及びy_4とする．さらに各群のy_1，y_2，y_3及びy_4を合計してそれぞれY_1，Y_2，Y_3及びY_4とする．

本品1 mg中の単位数

$$= \text{antilog}\, M \times S_H \text{ 1 mL中の単位数} \times b / a$$

$$M = I Y_a / Y_b$$

$$I = \log (S_H / S_L) = \log (T_H / T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

a: 本品の秤取量(mg)

b: 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし，高用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

ただし，次の式によって計算されるF'はs^2を計算したときのnに対するF_1より小さい．また，次の式によってL (P＝0.95)を計算するとき，Lは0.3以下である．もし，F'がF_1を，また，Lが0.3を超えるときは，この値以下になるまで試験動物の数を増加し，又は実験条件を整備して試験を繰り返す．

$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4 f s^2)$$

f: 各群の試験動物の数

$s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$

Σy^2：各群のy_1，y_2，y_3及びy_4をそれぞれ2乗し，合計した値

$Y=Y_1^2+Y_2^2+Y_3^2+Y_4^2$

$n=4(f-1)$

$$L=2\sqrt{(C-1)(CM^2+I^2)}$$

$C=Y_b^2/(Y_b^2-4fs^2t^2)$

t^2：s^2を計算したときのnに対する次の表の値

n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$	n	$t^2=F_1$
1	161.45	13	4.667	25	4.242
2	18.51	14	4.600	26	4.225
3	10.129	15	4.543	27	4.210
4	7.709	16	4.494	28	4.196
5	6.608	17	4.451	29	4.183
6	5.987	18	4.414	30	4.171
7	5.591	19	4.381	40	4.085
8	5.318	20	4.351	60	4.001
9	5.117	21	4.325	120	3.920
10	4.965	22	4.301	∞	3.841
11	4.844	23	4.279		
12	4.747	24	4.260		

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　気密容器．

注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

Human Chorionic Gonadotrophin for Injection

注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示されたヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位の80 ～ 125%を含む．

製法　本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である．

確認試験　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の確認試験を準用する．

ｐＨ〈*2.54*〉　生理食塩液1 mL中に本品2 mgを含むように調製した液のpHは5.0 ～ 7.0である．

乾燥減量〈*2.41*〉　5.0%以下(0.1 g，減圧，酸化リン(V)，4時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.03 EU/単位未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．ただし，*M*を表示量とせず，平均含量として判定値を計算する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」の定量法を準用する．ただし，表示単位に対する定量された単位の比率は，次の式によって求める．

表示単位に対する定量された単位の比率＝antilog M

貯法

保存条件　遮光して，冷所に保存する．

容器　密封容器．

生理食塩液

Isotonic Sodium Chloride Solution

0.9%塩化ナトリウム注射液

本品は水性の注射剤である．

本品は定量するとき，塩化ナトリウム(NaCl：58.44) 0.85 ～ 0.95 w/v%を含む．

製法

塩化ナトリウム	9 g
注射用水又は注射用水(容器入り)	適量
全量	1000 mL

以上をとり，注射剤の製法により製する．

本品には保存剤を加えない．

性状　本品は無色澄明の液で，弱い塩味がある．

確認試験　本品はナトリウム塩及び塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

ｐＨ〈*2.54*〉　4.5 ～ 8.0

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品100 mLを水浴上で濃縮して約40 mLとし，希酢酸2 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．比較液は鉛標準液3.0 mLに希酢酸2 mL及び水を加えて50 mLとする(0.3 ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品20 mLをとり，これを検液とし，試験を行う(0.1 ppm以下)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.50 EU/mL未満．

採取容量〈*6.05*〉　試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品20 mLを正確に量り，水30 mLを加え，強く振り混ぜながら0.1 mol/L硝酸銀液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フルオレセインナトリウム試液3滴)．

0.1 mol/L硝酸銀液1 mL＝5.844 mg NaCl

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

石油ベンジン

Petroleum Benzin

本品は石油から得た低沸点の炭化水素類の混合物である．

性状　本品は無色澄明の揮発性の液で，蛍光がなく，特異なにおいがある．

本品はエタノール(99.5)又はジエチルエーテルと混和する．

本品は水にほとんど溶けない．

本品は極めて引火しやすい．

比重　d_{20}^{20}：0.65 ～ 0.71

純度試験

（1）　酸　本品10 mLに水5 mLを加え，2分間激しく振り混ぜて放置する．分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変しない．

（2）　硫黄化合物又は還元性物質　本品10 mLにアンモニア・エタノール試液2.5 mL及び硝酸銀試液2 ～ 3滴を加え，光を避け，約50℃で5分間加温するとき，液は褐色を呈しない．

（3）　油脂又は硫黄化合物　加温ガラス板上に無臭のろ紙を置き，これに本品10 mLを少量ずつ滴下し，揮散させるとき，しみを残さず，また，異臭を発しない．

（4）　ベンゼン　本品5滴に硫酸2 mL及び硝酸0.5 mLを加え，約10分間加温した後，30分間放置し，次に磁製皿に移し，水で薄めるとき，ニトロベンゼンのにおいを発しない．

（5）　蒸発残留物　本品140 mLを水浴上で蒸発乾固し，残留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき，その量は1 mg以下である．

（6）　硫酸呈色物　本品5 mLをネスラー管にとり，硫酸呈色物用硫酸5 mLを加え，5分間激しく振り混ぜて放置するとき，硫酸層の色は色の比較液Aより濃くない．

蒸留試験〈2.57〉　50 ～ 80℃，90 vol%以上．

貯法

保存条件　火気を避け，30℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セタノール

Cetanol

本品は固形アルコールの混合物で，主としてセタノール($C_{16}H_{34}O$：242.44)からなる．

性状　本品は白色の薄片状，粒状又は塊状のろう様物質で，僅かに特異なにおいがあり，味はない．

本品はピリジンに極めて溶けやすく，エタノール(95)，エタノール(99.5)又はジエチルエーテルに溶けやすく，無水酢酸に極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

融点〈*1.13*〉　47 ～ 53℃　ただし，試料を調製した後，毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ，毛細管の下部と温度計の下端をそろえる．この温度計を内径約17 mm，高さ約170 mmの試験管に挿入し，温度計の下端と試験管の底との間が約25 mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する．この試験管を水に入れたビーカー中につるし，水を絶えずかき混ぜながら加熱する．予想した融点より5℃低い温度に達したとき，1分間に1℃上昇するように加熱を続ける．試料が透明になり，濁りを認めなくなったときの温度を融点とする．

酸価〈*1.13*〉　1.0以下．

エステル価〈*1.13*〉　2.0以下．

水酸基価〈*1.13*〉　210 ～ 232

ヨウ素価〈*1.13*〉　2.0以下．

純度試験

（1）　溶状　本品3.0 gをエタノール(99.5) 25 mLに加温して溶かすとき，液は澄明である．

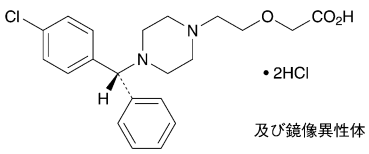
（2）　アルカリ　(1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を加えるとき，液は赤色を呈しない．

強熱残分〈*2.44*〉　0.05%以下(2 g)．

貯法　容器　密閉容器．

セチリジン塩酸塩

Cetirizine Hydrochloride



$C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81

2-(2-{4-[(*RS*)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]piperazin-1-yl}ethoxy)acetic acid dihydrochloride

[*83881-52-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl) 99.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は白色の結晶性の粉末である.

本品は水に極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい.

本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける.

本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない.

確認試験

（1）　本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める.

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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.

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する.

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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).

（2）　類縁物質　本品0.10 gを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液5 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセチリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセチリジンのピーク面積の2.5倍より大きくない.

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.0 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充塡する.

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：アセトニトリル／薄めた0.5 mol/L硫酸試液(2→25)混液(47：3)

流量：セチリジンの保持時間が約9分になるよう調整する.

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセチリジンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセチリジンのピーク面積が，標準溶液のセチリジンのピーク面積の35 ～ 65%になることを確認する.

システムの性能：本品20 mgを移動相に溶かし，100 mLとする．この液5 mLに，アミノピリンの移動相溶液(1→2500) 3 mLを加えた後，移動相を加えて20 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，アミノピリンの順に溶出し，その分離度は7以上である.

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セチリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である.

乾燥減量〈*2.41*〉　0.5%以下(1 g，減圧，60℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g).

定量法　本品を乾燥し，その約0.1 gを精密に量り，アセトン／水混液(7：3) 70 mLに溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．ただし，滴定の終点は第二当量点とする．同様の方法で空試験を行い，補正する.

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
＝15.39 mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl

貯法　容器　密閉容器.

セチリジン塩酸塩錠

Cetirizine Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示量の95.0 ～ 105.0%に対応するセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl：461.81)を含む．

製法　本品は「セチリジン塩酸塩」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，「セチリジン塩酸塩」10 mgに対応する量をとり，0.1 mol/L塩酸試液約70 mLを加えて振り混ぜた後，0.1 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとし，ろ過する．ろ液4 mLに0.1 mol/L塩酸試液を加えて25 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230 ～ 234 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000) $4V$／5 mLを加え，20分間超音波処理した後，1 mL中にセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約0.2 mgを含む液となるように，0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確にV mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

M_S：定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，5 mg錠の15分間の溶出率は85%以上であり，10 mg錠の30分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中にセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約5.6 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．別に定量用セチリジン塩酸塩を60℃で3時間減圧乾燥し，その約28 mgを精密に量り，水に溶かし，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〈2.24〉により試験を行い，波長230 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

M_S：定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)

C：1錠中のセチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)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．セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)約10 mgに対応する量を精密に量り，0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000) 40 mLを加え，20分間超音波処理した後，0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に50 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液5 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10 mLとし，試料溶液とする．別に定量用セチリジン塩酸塩を60℃で3時間減圧乾燥し，その約20 mgを精密に量り，0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整した1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→5000)を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μL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セチリジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3$・2HCl)の量(mg)
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 2$

M_S：定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの移動相溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.0 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム溶液(1→2900)／アセトニトリル混液(29：21)に0.5 mol/L硫酸試液を加えてpH 3.0に調整する．

流量：セチリジンの保持時間が約5分になるよう調整する．

システム適合性

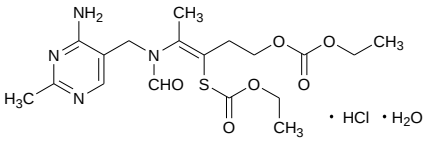
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セチリジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μL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セチリジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密閉容器．

セトチアミン塩酸塩水和物

Cetotiamine Hydrochloride Hydrate



・HCl ・H_2O

$C_{18}H_{26}N_4O_6S$･HCl･H_2O：480.96

(3*Z*)-4-{*N*-[(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]-*N*-formylamino}-3-(ethoxycarbonylsulfanyl)pent-3-enyl ethyl carbonate monohydrochloride monohydrate

[*616-96-6*, 無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，セトチアミン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S$・HCl：462.95) 98.0 ～ 102.0%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，又は僅かに特異なにおいがある．

本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい．

本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける．

融点：約132℃(分解)．

確認試験

（1）　本品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセトチアミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセトチアミン塩酸塩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）　本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液よりも濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液1.5 mL，塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液36 mL及び薄めた希塩酸(1→10) 12.5 mLをそれぞれ正確に量り，混合する．この液1 mLを正確に量り，薄めた希塩酸(1→10)で正確に100 mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（3）　類縁物質　本品50 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセトチアミン以外のピークの面積は，標準溶液のセトチアミンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセトチアミン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセトチアミンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセトチアミンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たセトチアミンのピーク面積が，標準溶液のセトチアミンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セトチアミンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ3000段以上，0.7 ～ 1.0である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セトチアミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0 ～ 5.0%(40 mg，電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g)．

定量法　本品及びセトチアミン塩酸塩標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)約30 mgずつを精密に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとする．この液2 mLずつに水／メタノール混液(1：1)を加えて10 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 μL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セトチアミンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セトチアミン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S$・HCl)の量(mg)
＝$M_S \times Q_T / Q_S$

M_S：脱水物に換算したセトチアミン塩酸塩標準品の秤取量(mg)

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルの水／メタノール混液(1：1)溶液(1→800)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：245 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：1－ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0 gを薄めた酢酸(100) (1→100)に溶かし，1000 mLとする．この液1容量にメタノール1容量を加える．

流量：セトチアミンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で

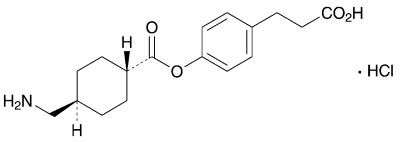
操作するとき，セトチアミン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセトチアミンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セトラキサート塩酸塩

Cetraxate Hydrochloride



$C_{17}H_{23}NO_4$・HCl：341.83

3-{4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-phenyl}propanoic acid monohydrochloride

[*27724-96-5*]

本品を乾燥したものは定量するとき，セトラキサート塩酸塩($C_{17}H_{23}NO_4$・HCl) 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．

本品はメタノールにやや溶けやすく，水又はエタノール(95)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．

融点：約236℃(分解)．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→2500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.5 gを水／2−プロパノール混液(1：1) 5 mLに加温して溶かし，25℃以下に冷却し，析出した結晶をろ過する．得られた結晶を減圧下で4時間乾燥後，更に105℃で1時間乾燥したものにつき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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．

（3）　本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈*1.09*〉を呈する．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(2 ppm以下)．

（3）　シス体　本品0.10 gを水10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセトラキサートに対する相対保持時間1.3 ～ 1.6のピークの面積は，標準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5 mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：10：4)に酢酸(31)を加えてpH 6.0に調整する．

流量：セトラキサートの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.02 g及びフェノール0.01 gを水100 mLに溶かす．この液2 mLをとり，水を加えて20 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セトラキサート，フェノールの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セトラキサートのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸　本品0.10 gに内標準溶液2 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて溶かして10 mLとし，試料溶液とする．別に3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸25 mgをメタノールに溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて10 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3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，Q_TはQ_Sより大きくない．

内標準溶液　カフェインのメタノール溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール／0.5 mol/L酢酸アンモニウム試液混液(15：5：2)に酢酸(31)を加えてpH 5.5に調整する．

流量：3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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3−(*p*−ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（5）　類縁物質　本品0.10 gをメタノール10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 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ィー〈2.03〉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／メタノール／酢酸(100)混液(20：4：3)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後，90℃で10分間加熱するとき，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．

乾燥減量〈2.41〉　0.5%以下(0.5 g，105℃，3時間)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．

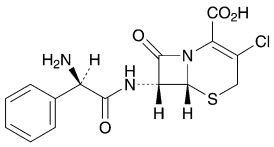
定量法　本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，水100 mLに溶かし，希水酸化ナトリウム試液でpH 7.0 ～ 7.5に調整する．この液にホルムアルデヒド液10 mLを加え，約5分間かき混ぜた後，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で約20分をかけて滴定〈2.50〉する(電位差滴定法)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
　＝34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4$・HCl

貯法　容器　気密容器．

セファクロル

Cefaclor



$C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-chloro-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*53994-73-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり950 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けにくく，*N*,*N*－ジメチルホルムアミド又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品40 mgに核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5 mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸1滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.7 ppm付近にAB型四重線のシグナルAを，δ 7.6 ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：5である．

（4）　本品につき，炎色反応試験(2)〈*1.04*〉を行うとき，緑色を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋105 ～ ＋120°(脱水物に換算したもの0.1 g，水，25 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，*N*,*N*－ジメチルホルムアミド10 mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品50 mgをpH 2.5のリン酸二水素ナトリウム試液10 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，pH 2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならばpH 2.5のリン酸二水素ナトリウム試液20 μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．試料溶液のセファクロル以外のピーク面積は標準溶液のセファクロルのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液のセファクロル以外のピーク面積の合計は標準溶液のセファクロルのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を加えてpHを4.0に調整し，移動相Aとする．

移動相B：移動相A 550 mLに，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450 mLを加えて，移動相Bとする．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 30	95 → 75	5 → 25
30 ～ 45	75 → 0	25 → 100
45 ～ 55	0	100

流量：毎分1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，pH 2.5のリン酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の4 ～ 6%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8 ～ 1.3である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　6.5%以下(0.2 g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品及びセファクロル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 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10 μL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セファクロルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.4に調整する．この液940 mLにアセトニトリル60 mLを加える．

流量：セファクロルの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セファクロルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファクロルカプセル

Cefaclor Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「セファクロル」20 mg(力価)に対応する量をとり，水10 mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20 mgを水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ィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の「セファクロル」約0.25 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液40 mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液2.5 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.5%以下である．また，類縁物質の合計量は2.5%以下である．必要ならばpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times M_M / C \times 25 / 2$

類縁物質の合計量(%)

$= M_S / M_T \times \Sigma A_T / A_S \times M_M / C \times 25 / 2$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の内容物の秤取量(mg)

M_M：1カプセル中の平均内容物質量(mg)

A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒由来のピーク以外の個々のピーク面積

A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積

C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8 ～ 1.3である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液20 μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

水分〈2.48〉　8.0%以下(0.2 g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セファクロル」約20 μg(力価)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．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20 mL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〈2.24〉により試験を行い，波長265 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，必要ならば粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルで洗い，室温で放置してジエチルエーテルを揮散した後，カプセルの質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．「セファクロル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，遠心分離する．この上澄液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
　＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

貯法

保存条件　遮光して保存する.

容器　気密容器.

セファクロル複合顆粒

Cefaclor Combination Granules

本品は1包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ90.0 ～ 110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験　本品の表示全力価に従い「セファクロル」20 mg(力価)に対応する量をとり，水10 mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20 mgを水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ィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，10分間激しく振り混ぜた後，表示全力価に従い1 mL中に「セファクロル」約5 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液10 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に25 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，個々の類縁物質の量を求めるとき，0.6%以下である．また，類縁物質の合計量は2.8%以下である．必要ならばpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液50 μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

個々の類縁物質の量(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 4 \times \{1/(C \times T)\}$

類縁物質の合計量(%)

$= M_S \times \Sigma A_T / A_S \times V / 4 \times \{1/(C \times T)\}$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

A_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外の各ピーク面積

ΣA_T：試料溶液のセファクロル，溶媒及び製剤配合成分由来のピーク以外のピークの合計面積

A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積

C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

T：採取包数(包)

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液50 μLから得たセファクロルのピーク面積が，標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8 ～ 1.3である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　5.5%以下(0.3 g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

(1)　全力価　本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い1 mL中に「セファクロル」約3.8 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液3 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 15$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

(2)　胃溶性顆粒の力価　本品1包をとり，その内容物の全量を取り出し，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約1.5 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液7 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密

に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は35 ～ 45%である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約20 μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に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〈*2.24*〉により試験を行い，波長265 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

また，試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により毎分50回転で試験を行うとき，本品の60分間の溶出率は70%以上である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示全力価に従い1 mL中に「セファクロル」約20 μg(力価)を含む液となるように0.01 mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100 mLとし，37℃で60分間加温する．この液2 mLを正確に量り，0.01 mol/L塩酸試液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，0.01 mol/L塩酸試液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長265 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

定量法

（1）　全力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激しく振り混ぜ，正確に希釈し，表示全力価に従い1 mL中に「セファクロル」約5 mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

（2）　胃溶性顆粒の力価　本品5包以上をとり，内容物の全量を取り出し，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液約100 mLを加えて5分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に希釈し，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約2 mg(力価)を含む液を調製し，遠心分離する．上澄液5 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファクロル細粒

Cefaclor Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$：367.81)を含む．

製法　本品は「セファクロル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の「セファクロル」20 mg(力価)に対応する量をとり，水10 mLを加えて激しく振り混ぜた後，遠心分離し，上澄液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品20 mg(力価)を水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ィー〈2.03〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次にアセトニトリル／水／酢酸エチル／ギ酸混液(30：10：10：1)を展開溶媒として約10 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，試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットのR_f値は等しい．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，「セファクロル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液40 mLを加えて10分間振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液1 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により，類縁物質の量を求めるとき，試料溶液の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．また，類縁物質の合計は3.0%以下である．必要ならばpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液50 μLにつき同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．

$$個々の類縁物質の量(\%)=M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/C \times 5$$

$$類縁物質の合計(\%)=M_S/M_T \times \Sigma A_T/A_S \times 1/C \times 5$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

A_T：試料溶液のセファクロル及び溶媒のピーク以外の各ピーク面積

A_S：標準溶液のセファクロルのピーク面積

C：1 g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液50 μLから得たセファクロルのピーク面積が標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファクロルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ40000段以上，0.8 ～ 1.3である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファクロルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.5%以下(1 g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈6.02〉　分包品は質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈6.10〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の「セファクロル」約0.25 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セファクロル」約20 μg(力価)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．別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に20 mL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〈2.24〉により試験を行い，波長265 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

$$セファクロル(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)の表示量に対する溶出率(\%)=M_S/M_T \times A_T/A_S \times V'/V \times 1/C \times 90$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セファクロル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，遠心分離する．この上澄液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセファクロル標準品約50 mg(力価)を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファクロル」の定量法を準用する．

$$セファクロル(C_{15}H_{14}ClN_3O_4S)の量[mg(力価)]=M_S \times Q_T/Q_S \times 2$$

M_S：セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

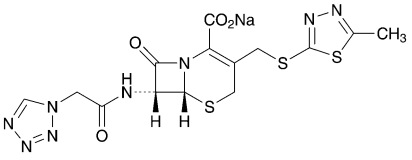
貯法

保存条件　遮光して保存する．

101　　容器　気密容器.

セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$：476.49

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*27164-46-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 975 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7 ppm付近及びδ 9.3 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－19 ～ －23° (脱水物に換算したもの2.5 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.8 ～ 6.3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～微黄色澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加えた後，過酸化水素(30) 1.5 mLを加え，点火して燃焼させる(1 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液5 μL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セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク以外のピークの面積を求めるとき，それぞれ1.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：セファゾリン標準品約80 mgをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，100 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3 ～ 7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(1 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)．

定量法　本品及びセファゾリン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを内標準溶液に溶かして正確に20 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 μL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セファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4 mm，長さ15 cmのステンレス管に10

μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及びクエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし，この液にアセトニトリル65 mLを加える．

流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

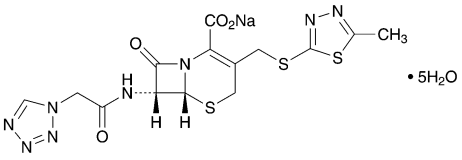
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4以上である．

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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$：566.57

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*115850-11-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり920 ～ 975 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微帯黄白色の結晶である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7 ppm付近及びδ 9.3 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(272 nm)：272 ～ 292 (脱水物に換算したもの80 mg，水，5000 mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－20 ～ －25° (脱水物に換算したもの2.5 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.8 ～ 6.3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，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.15以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　類縁物質　本品0.10 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 μL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，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は1.0%以下であり，セファゾリン及び上記のピーク以外のピーク面積は0.5%以下であり，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.0%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする．この液5 μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセファゾリンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本品20 mgを*p*－アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000) 20 mLに溶かした液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，*p*－アセトアニシジドの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　13.7 ～ 16.0%(0.1 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)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10 EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセファゾリン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液20 mLを正確に加えて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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セファゾリンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
カラム：内径4 mm，長さ15 cmのステンレス管に10 μm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塡する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及びクエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし，この液にアセトニトリル65 mLを加える．
流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は4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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．
容器　密封容器．

注射用セファゾリンナトリウム

Cefazolin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$：454.51)を含む．

製法　本品は「セファゾリンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末又は塊である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長270 ～ 274 nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

浸透圧比　別に規定する．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セファゾリンナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セファゾリンナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量をとり，水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.35以下である．ただし，試験は溶液を調製した後，10分以内に行う．

（2）　類縁物質　本品の「セファゾリンナトリウム」0.10 g(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液は用時製する．試料溶液5 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セファゾリン以外のピークの面積は，1.5%以下である．また，セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である．ただし，セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファゾリンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファゾリンナトリウム」の定量法のシステムの適合性を準用する．

検出の確認：試料溶液8 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たセファゾリンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3 ～ 7%になることを確認する．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.5 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)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セファゾリンナトリウム」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセファゾリン標準品の約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液に溶かして正確に50 mLとし，標準溶液とする．以下「セファゾリンナトリウム」の定量法を準用する．

セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S$

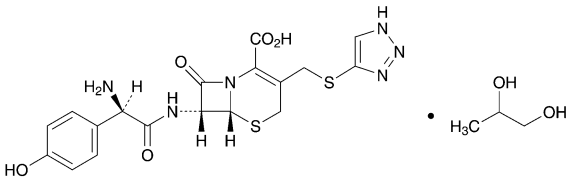
M_S：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

貯法　容器　密封容器．本品はプラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$：538.60

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-8-oxo-3-[2-(1*H*-1,2,3-triazol-4-yl)sulfanylmethyl]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid monopropane-1,2-diolate (1/1)

[*51627-14-6*, セファトリジン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり816 ～ 876 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノール又はエタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセファトリジンプロピレングリコール標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセファトリジンプロピレングリコール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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2 ppm付近に二重線のシグナルAを，δ 7.0 ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.5 ppm付近に二重線のシグナルCを，δ 8.3 ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：2：2：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋52 ～ ＋58°(脱水物に換算したもの2.5 g，1 mol/L塩酸試液，50 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→25)を用いる．

（3）　類縁物質　本品25 mgを水5 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ィー〈*2.03*〉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1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(3：1：1)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，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．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセファトリジンプロピレングリコール標準品約0.1 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500 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセファトリジンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファトリジンの保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品10 mg(力価)及びセファドロキシル5 mg(力価)を水50 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

本品は用時溶解して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 105.0%に対応するセファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$：462.50)を含む．

製法　本品は「セファトリジンプロピレングリコール」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，「セファトリジンプロピレングリコール」10 mg(力価)に対応する量をとり，水10 mLに溶かす．この液2 mLに水を加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長225 ～ 229 nm及び266 ～ 271 nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セファトリジンプロピレングリコール」0.4 g(力価)に対応する量をとり，水10 mLに懸濁した液のpHは4.0 ～ 6.0である．

純度試験　類縁物質　定量法の試料溶液を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファトリジン以外のピークの面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファトリジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の2倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファトリジンの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセファトリジンのピーク面積が，標準溶液のセファトリジンのピーク面積の15 ～ 25%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は質量偏差試験を行うとき，適合する．

定量法　本品を粉末とし，「セファトリジンプロピレングリコール」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に500 mLとし，試料溶液とする．別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かして正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法を準用する．

セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[mg(力価)]

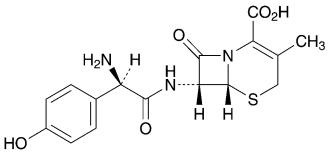
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セファドロキシル

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*50370-12-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり950 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセファドロキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセファドロキシル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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水／核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液(3：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.1 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 7.0 ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.5 ppm付近に二重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋164 ～ ＋182°(脱水物に換算したもの0.6 g，水，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水200 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 6.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品0.1 gをエタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3) 4 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，エタノール(99.5)／水／薄めた塩酸(1→5)混液(75：22：3)を加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μL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．次に酢酸エチル／水／エタノール(99.5)／ギ酸混液(14：5：5：1)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後，100℃で10分間加熱するとき，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．

水分〈*2.48*〉　4.2 ～ 6.0%(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセファドロキシル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水に溶かし，正確に500 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセファドロキシルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]

＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：262 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタノール混液(17：3)

流量：セファドロキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5 mg(力価)及びセファトリジンプロピレングリコール10 mg(力価)を水50 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファドロキシル，セファトリジンの順に溶出し，その分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファドロキシルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファドロキシルカプセル

Cefadroxil Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の95.0 ～ 105.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法　本品は「セファドロキシル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「セファドロキシル」10 mg(力価)に対応する量をとり，水500 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228 ～ 232 nm及び261 ～ 265 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　7.0%以下(0.15 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1個をとり，水300 mLを加えて，超音波処理して粒子を小さく分散させ，30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500 mLとする．この液5 mLを正確に量り，1 mL中に「セファドロキシル」約0.1 mg(力価)を含む液となるように水を加え，正確にV mLとする．この液をろ過し，初めのろ液10 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈*6.10*〉　試験液にpH 4.0の0.05 mol/L酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の90分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セファドロキシル」約22 μg(力価)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．別にセファドロキシル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照として，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長263 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1カプセル中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品20個をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファドロキシル」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水300 mLを加えて30分間振り混ぜた後，水を加えて正確に500 mLとし，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファドロキシル

Cefadroxil for Syrup

本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0 ～ 110.0%に対応するセファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$：363.39)を含む．

製法　本品は「セファドロキシル」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品の「セファドロキシル」10 mg(力価)に対応する量をとり，水500 mLに溶かす．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長228 ～ 232 nm及び261 ～ 265 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法(ただし，試料は試験液に分散するように投入する)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の「セファドロキシル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液4 mLを正確に量り，水を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長263 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中の「セファドロキシル」の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を粉末とし，「セファドロキシル」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に500 mLとし，試料溶液とする．別にセファドロキシル標準品の約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に200 mLとし，標準溶液とする．以下「セファドロキシル」の定量法を準用する．

セファドロキシル($C_{16}H_{17}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

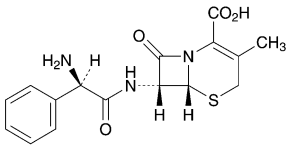
$= M_S \times A_T / A_S \times 5 / 2$

M_S：セファドロキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セファレキシン

Cefalexin



$C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*15686-71-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり950 ～ 1030 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水にやや溶けにくく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)又は*N,N*－ジメチルホルムアミドにほとんど溶けない．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(3→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→200)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.8 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 7.5 ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：5である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋144 ～ ＋158°(脱水物に換算したもの0.125 g，水，25 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，*N,N*－ジメチルホルムアミド10 mLに懸濁して検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品約25 mgをリン酸二水素カリウム溶液(9→500)に溶かして5 mLとし，試料溶液とする．試料溶液1 mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)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20 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．必要ならばリン酸二水素カリウム溶液(9→500) 20 μLにつき同様に操作し，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)によるベースラインの変動を補正する．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファレキシン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積より大きくない．また，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1／50より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0 gを水1000 mLに溶かし，トリエチルアミン15 mLを加え，リン酸を加えてpH 2.5に調整する．

移動相B：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム1.0 gを水300 mLに溶かし，トリエチルアミン15 mLを加え，リン酸を加えてpH 2.5に調整する．この液に，アセトニトリル350 mL及びメタノール350 mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 1	100	0
1 ～ 34.5	100 → 0	0 → 100
34.5 ～ 35.5	0	100

流量：毎分1.0 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，リン酸二水素カリウム溶液(9→500)を加えて正確に100 mLとする．この液20 μLから得たセファレキシンのピーク面積が，標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1.8 ～ 2.2%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ150000段以上，0.8 ～ 1.3である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　8.0%以下(0.2 g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品及びセファレキシン標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に25 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 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10 μL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セファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→1500)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整する．この液800 mLにメタノール200 mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セファレキシンカプセル

Cefalexin Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「セファレキシン」70 mg(力価)に対応する量をとり，水25 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1 mLに水を加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260 ～ 264 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　10.0%以下(0.2 g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，カプセルを開いてpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1 mL中に「セファレキシン」約1.25 mg(力価)を含む液となるように，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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セファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，125 mg(力価)カプセルの30分間の溶出率は75%以上であり，250 mg(力価)カプセルの60分間の溶出率は80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セファレキシン」約22 μg(力価)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．別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，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〈*2.24*〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
＝$M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末とする．「セファレキシン」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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セファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.0 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整する．この液800 mLにメタノール200 mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶

出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

セファレキシン複合顆粒

Cefalexin Combination Granules

本品は1包中に胃溶性顆粒及び腸溶性顆粒を含む顆粒剤である．

本品は定量するとき，表示された全力価及び胃溶性顆粒の力価のそれぞれ90.0 ～ 110.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，顆粒剤の製法により製し，分包する．

確認試験　本品を粉末とし，表示全力価に従い「セファレキシン」30 mg(力価)に対応する量をとり，水100 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2 mLに水を加えて20 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260 ～ 264 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

（1）　全力価　本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，少量のpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて粉砕した後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液$3V/5$ mLを加え，10分間激しく振り混ぜ，表示全力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約2 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 10$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

（2）　胃溶性顆粒の力価　本品1包をとり，その内容物の全量を取り出し，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液$3V/5$ mLを加え，5分間緩やかに振り混ぜ，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約0.6 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液7 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は25 ～ 35%である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示された胃溶性顆粒の力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約22 μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に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〈*2.24*〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg(力価)]

また，試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，200 mg(力価)製剤の60分間の溶出率は80%以上であり，500 mg(力価)製剤の45分間の溶出率は75%以上である．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，表示全力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約22 μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に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〈*2.24*〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示力価に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
C：1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg(力価)]

定量法

（1）　全力価　本品20包以上をとり，その内容物を粉末とし，「セファレキシン」約0.5 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液150 mLを加え，10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に250 mLとし，遠心分離する．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液20 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて200 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリ

ン酸塩緩衝液を加えて100 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ィー〈2.01〉により試験を行い，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比 Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.0 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整する．この液800 mLにメタノール200 mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

（2）　胃溶性顆粒の力価　本品20包以上をとり，表示された胃溶性顆粒の力価に従い，「セファレキシン」約0.3 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液200 mLを加えて，5分間緩やかに振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に300 mLとし，遠心分離する．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．以下定量法(1)全力価を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

貯法　容器　気密容器．

シロップ用セファレキシン

Cefalexin for Syrup

本品は用時溶解又は懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$：347.39)を含む．

製法　本品は「セファレキシン」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品の「セファレキシン」3 mg(力価)に対応する量をとり，水に溶かし，100 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長260 ～ 264 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.4 g，容量滴定法，逆滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3V／5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，1 mL中に「セファレキシン」約1 mg(力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の「セファレキシン」約0.25 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に25 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，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〈*2.24*〉により試験を行い，波長262 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1125$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1 g中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セファレキシン」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，遠心分離する．上澄液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし，試料溶液とする．別にセファレキシン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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セファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*m*－ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.0 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整する．この液800 mLにメタノール200 mLを加える．

流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファレキシン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は8以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セファレキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

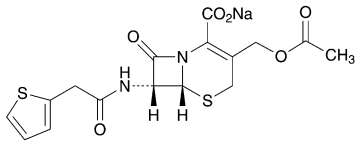
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium



$C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$：418.42

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*58-71-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり920 ～ 980 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄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，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセファロチンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセファロチンナトリウム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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.1 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 3.9 ppm付近に単一線又は鋭い多重線のシグナルBを，δ 7.0 ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{25}$：＋124 ～ ＋134°(5 g，水，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0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，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450 nmにおける吸光度は0.20以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　定量法の標準溶液1 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．定量法の試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確に量り，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファロチン以外のピークのピーク面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとした液10 μLから得たセファロチンのピーク面積が，標準溶液のセファロチンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとした液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.5 g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品及びセファロチンナトリウム標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセファロチンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：酢酸ナトリウム三水和物17 gを水790 mLに溶かした液に，酢酸(100) 0.6 mLを加える．必要ならば，水酸化ナトリウム試液(1→10)又は酢酸(100)を加え，

pH 5.9±0.1に調整する．この液に，アセトニトリル150 mL及びエタノール(95) 70 mLを加える．

流量：セファロチンの保持時間が約12分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液を，90℃の水浴中で10分間加熱後，冷却する．この液2.5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとした液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セファロチンに対する相対保持時間約0.5のピークとセファロチンの分離度は9以上であり，セファロチンのシンメトリー係数は1.8以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セファロチンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

注射用セファロチンナトリウム

Cefalotin Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$：396.44)を含む．

製法　本品は「セファロチンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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「セファロチンナトリウム」の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム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．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セファロチンナトリウム」0.5 g (力価)に対応する量を水5 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0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，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450 nmにおける吸光度は0.20以下である．

（2）　類縁物質　本品の25 mg(力価)に対応する量をとり，移動相に溶かし，25 mLとし，試料溶液とする．この液1 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセファロチン以外のピークの面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セファロチンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲

システム適合性

「セファロチンナトリウム」の純度試験(4)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(0.5 g，容量滴定法，逆滴定)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.2 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セファロチンナトリウム」約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25 mLとし，試料溶液とする．別にセファロチンナトリウム標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25 mLとし，標準溶液とする．以下「セファロチンナトリウム」の定量法を準用する．

セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μg(力価)]

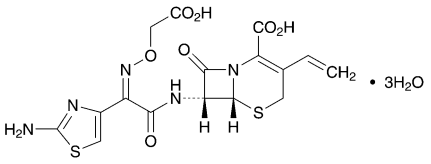
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．

セフィキシム水和物

Cefixime Hydrate



$C_{16}H_{15}N_5O_7S_2 \cdot 3H_2O$：507.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(carboxymethoxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate

[*125110-14-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり930 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノール又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，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）　本品のpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→62500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフィキシム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50 mgを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1) 0.5 mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 4.7 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 6.5 ～ 7.4 ppm付近に多重線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－75 ～ －88°(脱水物に換算したもの0.45 g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→50)，50 mL，100 mm)．

純度試験　本品0.1 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，セフィキシム以外のピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの合計量は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセフィキシムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　9.0 ～ 12.0%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　本品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 5000$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4 mm，長さ125 mmのステンレス管に4 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶液(10→13) 25 mLに水を加えて1000 mLとし，この液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 6.5に調整する．この液300 mLにアセトニトリル100 mLを加える．

流量：セフィキシムの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及び

シンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフィキシムカプセル

Cefixime Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 105.0%に対応するセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45)を含む．

製法　本品は「セフィキシム水和物」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「セフィキシム水和物」70 mg(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1 mLをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286 ～ 290 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品の内容物を取り出し，「セフィキシム水和物」0.1 g(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え，30分間振り混ぜた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10 μL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，セフィキシム以外のピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの合計量は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲は「セフィキシム水和物」の純度試験の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセフィキシムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7 ～ 13%となることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　12.0%以下(内容物0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，内容物を取り出し，内容物及びカプセルにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液$7V$／10 mLを加えて30分間振り混ぜた後，1 mL中に「セフィキシム水和物」約1 mg(力価)を含む液となるようにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈*6.10*〉　試験液にpH 7.5のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液900 mLを用い，シンカーを使用して，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，50 mg(力価)カプセルの60分間の溶出率及び100 mg(力価)カプセルの90分間の溶出率はそれぞれ80%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セフィキシム水和物」約56 μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約28 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中の「セフィキシム水和物」の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品20個以上をとり，内容物を取り出し，その質量を精密に量り，粉末にする．「セフィキシム水和物」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，試料

溶液とする．別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

セフィキシム細粒

Cefixime Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 105.0%に対応するセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$：453.45)を含む．

製法　本品は「セフィキシム水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，「セフィキシム水和物」2 mg(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液150 mLを加え，振り混ぜる．必要ならばろ過又は遠心分離する．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長286 ～ 290 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末とし，「セフィキシム水和物」0.1 g(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え，振り混ぜた後，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10 μL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，セフィキシム以外のピークの量は1.0%以下であり，セフィキシム以外のピークの合計量は2.5%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲は「セフィキシム水和物」の純度試験の試験条件を準用する．

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 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，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセフィキシムのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　3.0%以下(1 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)．

製剤均一性〈6.02〉　分包品は，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液7V／10 mLを加えて振り混ぜた後，1 mL中に「セフィキシム水和物」約1 mg(力価)を含む液となるようにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の「セフィキシム水和物」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約28 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフィキシムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1 g中のセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品を粉末とし，「セフィキシム水和物」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液70 mLを加えて振り混ぜた後，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする．この液を遠心分離し，上澄液10 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフィキシム水和

物」の定量法を準用する.

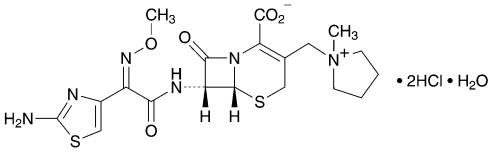
セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器.

セフェピム塩酸塩水和物

Cefepime Dihydrochloride Hydrate



$C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$：571.50

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride monohydrate

[*123171-59-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり835 ～ 886 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はメタノールに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.02 gを水2 mLに溶かし，塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，5分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液(1→20000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩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長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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セフェピム塩酸塩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．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.1 ppm付近及びδ 7.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ3：1である．

（5）　本品15 mgを水5 mLに溶かし，硝酸銀試液2滴を加えるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(259 nm)：310 ～ 340 (脱水物に換算したもの50 mg，水，1000 mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋39 ～ ＋47° (脱水物に換算したもの60 mg，水，20 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.6 ～ 2.1である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.5 gをL－アルギニン溶液(3→50) 5 mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は色の比較液Hより濃くない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　*N*－メチルピロリジン　本品約80 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→3125)に溶かして正確に10 mLとし，試料溶液とする．別に，水30 mLを100 mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125 gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)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100 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液の*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1 mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，0.5%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

N－メチルピロリジンの量(%)

$= (M_S \times f) / M_T \times A_T / A_S \times 1/250$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f: *N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

検出器：電気伝導度検出器

カラム：内径4.6 mm，長さ5 cmのプラスチック管に，1 g当たり約0.3 meqの交換容量を持つスルホン酸基を導入した5 μmの液体クロマトグラフィー用親水性シリカゲルを充填する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：薄めた硝酸(2→3125) 990 mLにアセトニトリル10 mLを加える．

流量：毎分1.0 mL

システム適合性

システムの性能：塩化ナトリウム溶液(3→1000) 20 mLに*N*－メチルピロリジン0.125 gを加え，水を加えて100 mLとする．この液4 mLを量り，薄めた硝酸(2→3125)を加えて100 mLとする．この液100 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，*N*－メチルピロリジンの順に溶出し，その分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液100 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，*N*－メチルピロリジンのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（4）　類縁物質　本品約0.1 gを量り，移動相Aに溶かして50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液5 μL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セフェピム以外のピークの合計量を求める

とき，0.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素アンモニウム0.57 gを水1000 mLに溶かす．

移動相B：アセトニトリル

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 25	100 → 75	0 → 25

流量：セフェピムの保持時間が約9.5分になるように調整する．

面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLをとり，移動相Aを加えて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をとり，移動相Aを加えて10 mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1 mLを正確に量り，移動相Aを加えて10 mLとする．この液5 μLから得たセフェピムのピーク面積が，検出確認用溶液5 μLから得たピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は6000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0 ～ 4.5%(本品約50 mgを精密に量り，水分測定用メタノール2 mLを正確に加えて溶かす．この液0.5 mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.04 EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセフェピム塩酸塩標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフェピムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：1－ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(261→100000)に酢酸(100)を加えてpH 3.4に調整した後，水酸化カリウム溶液(13→20)を用いてpH 4.0に調整する．この液950 mLにアセトニトリル50 mLを加える．

流量：セフェピムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は1500段以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

注射用セフェピム塩酸塩

Cefepime Dihydrochloride for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の95.0 ～ 110.0%に対応するセフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$：480.56)を含む．

製法　本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～微黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品40 mgを水2 mLに溶かし，塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2 mLを加えて5分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品の水溶液(1→12500)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長233 ～ 237 nm及び255 ～ 259 nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g(力価)に対応する量をとり，水5 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g(力価)に対応する量をとり，水5 mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明で，その液の色は色の比較液Ⅰより濃くない．

（2）　*N*－メチルピロリジン　本品の「セフェピム塩酸塩水和物」約0.2 g(力価)に対応する量を精密に量り，薄めた硝酸(2→625)に溶かして正確に20 mLとし，試料溶液とする．別に，水30 mLを100 mLのメスフラスコに入れ，その質量を精密に量り，これに*N*－メチルピロリジン約0.125 gを加え，その質量を精密に量り，更に水を加えて正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，薄めた硝酸(2→3125)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100 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の*N*－メチルピロリジンのピーク面積A_T及びA_Sを自動積分法により測定し，次式により本品1 mg(力価)当たりの*N*－メチルピロリジンの量を質量対力価比率として求めるとき，1.0%以下である．ただし，試料溶液は調製後，20分以内に試験を行う．

N－メチルピロリジンの量(%)

$$=(M_S \times f)/M_T \times A_T/A_S \times 1/125$$

M_S：*N*－メチルピロリジンの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量[mg(力価)]

f：*N*－メチルピロリジンの純度(%)

試験条件

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　4.0%以下(本品約50 mgを精密に量り，水分測定用メタノール2 mLを正確に加えて溶かす．この液0.5 mLを正確に量り，試験を行う．電量滴定法)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.06 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の「セフェピム塩酸塩水和物」約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフェピム塩酸塩標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフェピム塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]

$$=M_S \times A_T/A_S \times 1000$$

M_S：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

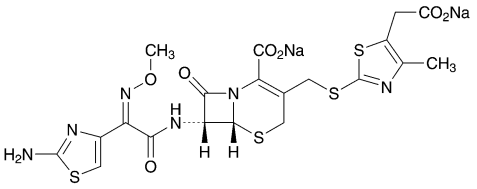
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

セフォジジムナトリウム

Cefodizime Sodium



$C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$：628.63

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(5-carboxylatomethyl-4-methylthiazol-2-yl)sulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*86329-79-5*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱エタノール物1 mg当たり890 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$：584.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，アセトニトリル又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフォジジムナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフォジジムナトリウム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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.3 ppm付近，δ 4.0 ppm付近及びδ 7.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－56 ～ －62°(脱水及び脱エタノール物に換算したもの0.2 g，水，20 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 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，液は微黄色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをるつぼに量り，緩く蓋をし，弱く加熱して炭化する．冷後，硫酸2 mLを加え，白煙が生じなくなるまで注意して加熱した後，500 ～ 600℃で強熱し，灰化する．以下第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(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品30 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 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5 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォジジム以外の各々のピークのピーク面積は，標準溶液のセフォジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフォジジム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフォジジムのピーク面積の3倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォジジムの保持時間の約4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：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たセフォジジムのピーク面積が，標準溶液のセフォジジムのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

（5）　エタノール　本品約1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に10 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加え，試料溶液とする．別にガスクロマトグラフィー用エタノール約2 gを精密に量り，水を加えて正確に1000 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加え，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するエタノールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを測定する．次式によりエタノールの量を求めるとき，2.0%以下である．

$$\text{エタノールの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S$$

M_S：ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノール溶液(1→400)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3.2 mm，長さ3 mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール20 Mを180 ～ 250 μmのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチレンポリマーに15%の割合で被覆したものを充填する．

カラム温度：100℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：エタノールの保持時間が約3分になるように調整

する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，エタノール，内標準物質の順に流出し，その分離度は2.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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エタノールのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　4.0%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフォジジムナトリウム標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし，水を加えて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10 μL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セフォジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォジジムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　無水カフェイン溶液(3→400)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム0.80 g及び無水リン酸水素二ナトリウム0.20 gを水に溶かし，アセトニトリル80 mLを加え，更に水を加えて1000 mLとする．

流量：セフォジジムの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

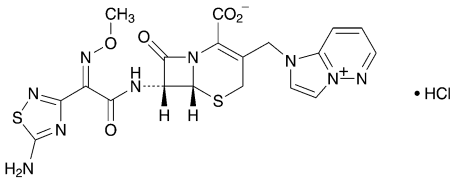
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォジジム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride



$C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$・HCl：551.99

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1*H*-imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-ium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride

[*113359-04-9*, セフォゾプラン]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり860 ～ 960 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシド又はホルムアミドに溶けやすく，水，メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品0.02 gを水10 mLに溶かし，塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2 mLを加え，5分間放置した後，1 mol/L塩酸試液3 mL及び塩化鉄(Ⅲ)試液3滴を加えて振り混ぜるとき，液は赤紫色を呈する．

（2）　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品の塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフォゾプラン塩酸塩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長のところに同様の強度の吸収を認める．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 5.2 ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 8.0 ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

（4）　本品0.01 gをとり，水1 mL及び酢酸(100) 2 mLを加えて溶かし，硝酸銀試液2滴を加えて振り混ぜるとき，液は白濁する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(238 nm)：455 ～ 485 (脱水物に換算したもの50 mg，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，5000 mL)．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－73 ～ －78° (脱水物に換算したもの0.1 g，塩化ナトリウム試液／メタノール混液(3：2)，10 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5 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　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg(力価)未満．

定量法　本品及びセフォゾプラン塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後，移動相を加えて25 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10 μL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セフォゾプランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ジエチルアミン0.366 gをとり，水を加えて混和し，1000 mLとする．この液にアセトニトリル60 mL及び酢酸(100) 5 mLを加える．

流量：セフォゾプランの保持時間が約9分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォゾプラン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフォゾプランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

注射用セフォゾプラン塩酸塩

Cefozopran Hydrochloride for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 115.0%に対応するセフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$：515.53)を含む．

製法　本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は，白色～淡黄色の粉末又は塊である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長236 ～ 241 nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品50 mgをとり，核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド0.8 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9 ppm付近に単一線のシグナルA，δ 5.0 ppm付近に二重線のシグナルB及びδ 8.0 ppm付近に四重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフォゾプラン塩酸塩」0.5 g(力価)に対応する量を水5 mLに溶かした液のpHは7.5 ～ 9.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セフォゾプラン塩酸塩」1 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明で，その液の色は色の比較液Nより濃くない．

（2）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5 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)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　第1法により試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の「セフォゾプラン塩酸塩」約0.5 g(力価)に対応する量を精密に量り，水を加えて正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，移動相を加えて25 mLとし，試料溶液とする．別にセフォゾプラン塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，移動相を加えて25 mLとし，標準溶液とする．以下「セフォゾプラン塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　2,4－ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1→1250)

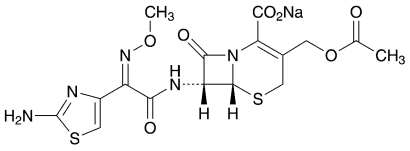
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォタキシムナトリウム

Cefotaxime Sodium



$C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$：477.45

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64485-93-4*]

本品は定量するとき，換算した乾燥物1 mg当たり916 ～ 978 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$：455.47)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品2 mgを0.01 mol/L塩酸試液に溶かし，100 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.1 ppm付近，δ 4.0 ppm付近及びδ 7.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋58 ～ ＋64° (乾燥物に換算したもの0.25 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.5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，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長430 nmにおける吸光度は0.40以下である．

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品2.0 gを水40 mLに溶かし，希塩酸2 mL及び水を加えて50 mLとし，よく振り混ぜた後，ろ過する．初めのろ液10 mLを除き，次のろ液25 mLに水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸1.0 mLをとり，希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする(0.048%以下)．

（3）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（5）　類縁物質　定量法で得た試料溶液10 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．面積百分率法によりそれらの量を求めるとき，セフォタキシム以外のそれぞれのピークの量は1.0%以下であり，セフォタキシム以外のピークの合計は3.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相A，移動相B，移動相の送液，流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォタキシムの保持時間の約3.5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：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，移動相Aを加えて正確に20 mLとした液10 μLから得たセフォタキシムのピーク面積が，標準溶液のセフォタキシムのピーク面積の0.15 ～ 0.25%になることを確認する．

乾燥減量〈*2.41*〉　3.0%以下(1 g，105℃，3時間)．

定量法　本品及びセフォタキシム標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相Aに溶かし，正確に50 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフォタキシムのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォタキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：235 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：30℃付近の一定温度

移動相A：0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えてpH 6.25に調整し，この液860 mLにメタノール140 mLを加える．

移動相B：0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリン酸を加えてpH 6.25に調整し，この液600 mLにメタノール400 mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 7	100	0
7 ～ 9	100 → 80	0 → 20
9 ～ 16	80	20
16 ～ 45	80 → 0	20 → 100
45 ～ 50	0	100

流量：毎分約1.3 mL　セフォタキシムの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

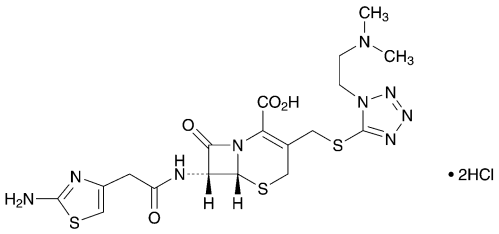
システムの性能：標準溶液1 mLに水7.0 mL及びメタノール2.0 mLを加えて振り混ぜる．この液に炭酸ナトリウム十水和物25 mgを加えて振り混ぜ，室温で10分間放置した後，酢酸(100) 3滴及び標準溶液1 mLを加えて振り混ぜる．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォタキシムに対する相対保持時間約0.3のデスアセチルセフォタキシム，セフォタキシムの順に溶出し，その分離度は20以上であり，セフォタキシムのピークのシンメトリー係数は2以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォタキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride



$C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$・2HCl：598.55

(6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrochloride

[*66309-69-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり810 ～ 890 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水，メタノール又はホルムアミドに溶けやすく，エタノール(95)に溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフォチアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の塩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又はセフォチアム塩酸塩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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.1 ppm付近及びδ 6.7 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

（4）　本品0.1 gをとり，希硝酸5 mLに溶かし，直ちに硝酸銀試液1 mLを加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋60 ～ ＋72°(脱水物に換算したもの1 g，水，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.2 ～ 1.7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～黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，硫酸1 mLを加え，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを加え，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して灰化する．もし，この方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硫酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸2 mLを加え，水浴上で加温して溶かした後，加熱して蒸発乾固する．残留物に水10 mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH 3 ～ 4に調整し，必要ならばろ過し，水10 mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50 mLとする．これを検液として試験を行う．比較液には鉛標準液2.0 mLをとり，検液の調製法と同様に操作する(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により灰化する．冷後，残留物に希塩酸10 mLを加え，水浴上で加熱して溶かし，検液とし，試験を行う(2 ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　7.0%以下(0.25 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)．

定量法　本品及びセフォチアム塩酸塩標準品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かして正確に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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフォチアムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.0 mm，長さ125 mmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液800 mLに0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えてpHを7.7に調整する．この液440 mLにアセトニトリル60 mLを加える．

流量：セフォチアムの保持時間が約14分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：オルシン0.04 gを標準溶液10 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

注射用セフォチアム塩酸塩

Cefotiam Hydrochloride for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)を含む．

製法　本品は「セフォチアム塩酸塩」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長257 ～ 261 nmに吸収の極大を示す．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.7 ～ 3.0 ppm及びδ 6.5 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ6：1である．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフォチアム塩酸塩」0.5 g(力価)に対応する量を水5 mLに溶かした液のpHは5.7 ～ 7.2である．

純度試験　溶状　本品の「セフォチアム塩酸塩」1.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，溶解10分後に紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長450 nmにおける吸光度は0.20以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　6.0%以下(0.5 g，減圧，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.125 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セフォチアム塩酸塩」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かして正確に50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用する．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]

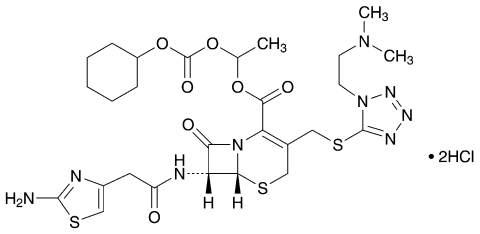
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セフォチアム　ヘキセチル塩酸塩

Cefotiam Hexetil Hydrochloride



$C_{27}H_{37}N_9O_7S_3$・2HCl：768.76

(1*RS*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)-7-[2-(2-aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride

[*95789-30-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり615 ～ 690 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$：525.63)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末である．

本品は水，メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けやすく，ジメチルスルホキシドに溶けやすく，アセトニトリルに溶けにくい．

本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(3→125000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.8 ppm付近及びδ 6.6 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ 6.9 ppm付近に多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：1である．

（3）　本品の水溶液(1→200)に希硝酸2 mL及び硝酸銀試液1 mLを加えて振り混ぜるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋52 ～ ＋60°(脱水物に換算したもの0.1 g，0.1 mol/L塩酸試液，10 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)を用いる(1 ppm以下)．

（3）　類縁物質1　本品約50 mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に25 mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約50 mgを精密に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質は2.0%以下であり，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする．

$$類縁物質の量(\%) = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$$

M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

A_S：標準溶液のセフォチアムヘキセチルの二つのピーク面積の合計

A_T：試料溶液の類縁物質のピーク面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：薄めた0.2 mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)

移動相B：アセトニトリル／薄めた0.2 mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／酢酸(100)混液(60：40：1)

移動相の送液：移動相Aから移動相Bの混合比が，30分間で1：0から0：1に直線的に変化するように設定する．

流量：毎分0.7 mL

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォチアムヘキセチルの二つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たセフォチアムヘキセチルの二つのピークのそれぞれの面積が，標準溶液から得たそれぞれのピークの1.6 ～ 2.4%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で

操作するとき，セフォチアムヘキセチルの二つのピークの分離度は2.0以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムヘキセチルの二つのピークの面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　類縁物質2　本品約20 mgを精密に量り，メタノール2 mLに溶かした後，リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／酢酸(100)混液(200：3)を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にセフォチアム塩酸塩標準品約25 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 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50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により類縁物質の量を求めるとき，セフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質は1.0%以下であり，セフォチアム及びセフォチアムに対する相対保持時間約0.1及び約0.9の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である．ただし，セフォチアムに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.76を乗じた値とする．

類縁物質の量(%)＝M_S／M_T × A_T／A_S × 4

M_S：セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)
A_S：標準溶液のセフォチアムのピーク面積
A_T：試料溶液の個々のピーク面積

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：リン酸水素二アンモニウム溶液(79→20000)／メタノール／酢酸(100)混液(200：10：3)
流量：セフォチアムの保持時間が約15分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セフォチアムの保持時間の約2倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得られたセフォチアムのピーク面積が標準溶液から得たセフォチアムのピーク面積の1.6 ～ 2.4%になることを確認する．
システムの性能：アセトアミノフェンの移動相溶液(1→50000) 1 mLに標準溶液3 mLを加えてよく混和する．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトアミノフェン，セフォチアムの順に溶出し，その分離度は4以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（5）　総類縁物質　類縁物質1及び類縁物質2で求めた類縁物質の量の合計は6.5%以下である．

水分〈2.48〉　3.5%以下(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．

異性体比　定量法で得た試料溶液20 μLにつき，定量法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，保持時間10分付近に近接して現れる二つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，A_a／(A_a＋A_b)は0.45 ～ 0.55である．

定量法　本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後，薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)を加えて50 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20 μL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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．ただし，保持時間約10分に近接して現れる二つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする．

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg(力価)]
＝M_S × Q_T／Q_S × 1000

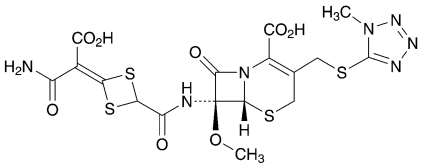
M_S：セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　安息香酸の薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4：1)溶液(7→10000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.2 mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72：28：1)
流量：セフォチアムヘキセチルの二つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォチアムヘキセチルの順に溶出し，セフォチアムヘキセチルの二つのピークの分離度は2.0以上である．
システムの再現性：標準溶液20 μL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セフォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフォテタン

Cefotetan



$C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$：575.62

(6*R*,7*R*)-7-{[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*69712-56-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり960 ～ 1010 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，水又はエタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフォテタ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50 mgを炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25) 0.5 mLに溶かした液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ3.6 ppm付近，δ4.0 ppm付近，δ5.1 ppm付近及びδ5.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋112 ～ ＋124°(脱水物に換算したもの0.5 g，炭酸水素ナトリウム溶液(1→200)，50 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを炭酸水素ナトリウム溶液(1→30) 10 mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品約0.1 gを精密に量り，メタノールに溶かし，内標準溶液2 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20 mLとし，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールをデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥し，その約3 mg及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約2 mgをそれぞれ精密に量り，メタノールに溶かし，正確に20 mLとする．この液2 mLを正確に量り，内標準溶液2 mLを正確に加えた後，メタノールを加えて20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Ta}，セフォテタンに対する相対保持時間約0.5に溶出するセフォテタンラクトンのピーク面積の比Q_{Tb}，相対保持時間約1.2に溶出するΔ_2－セフォテタンのピーク面積の比Q_{Tc}，相対保持時間約1.3に溶出するイソチアゾール体のピーク面積の比Q_{Td}，その他の個々の類縁物質のピーク面積の比Q_{Te}及びその他の類縁物質のピーク面積の合計の比Q_{Tf}，標準溶液の内標準物質のピーク面積に対する1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の比Q_{Sa}及びセフォテタンのピーク面積の比Q_{Sb}を求める．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは0.3%以下，セフォテタンラクトンは0.3%以下，Δ_2－セフォテタンは0.5%以下，イソチアゾール体は0.5%以下，その他の個々の類縁物質は0.2%以下及びその他の類縁物質の合計は0.4%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量(%)
$= M_{Sa} / M_T \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1/100$

セフォテタンラクトンの量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1/100$

Δ_2－セフォテタンの量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tc} / Q_{Sb} \times 1/100$

イソチアゾール体の量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Td} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の個々の類縁物質の量(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Te} / Q_{Sb} \times 1/100$

その他の類縁物質の合計(%)
$= M_{Sb} / M_T \times Q_{Tf} / Q_{Sb} \times 1/100$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　無水カフェインのメタノール溶液(3→10000)

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフォテタンの保持時間の約3.5倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

検出の確認：標準溶液15 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に100 mLとする．この液5 μLから得た

セフォテタンのピーク面積が，標準溶液のセフォテタンのピーク面積の12 ～ 18%になることを確認する．

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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分 〈2.48〉　2.5%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分 〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．

異性体比　本品10 mgをメタノール20 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 μL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，保持時間40分付近に近接して現れる二つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク(*l*体)及び保持時間の大きい方のピーク(*d*体)の面積を自動積分法により測定する．面積百分率法により*l*体の量を求めるとき，35 ～ 45%である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液／水／テトラブチルアンモニウム硫酸水素塩のアセトニトリル溶液(1→150)混液(9：9：2)．

流量：*l*体の保持時間が約40分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：試料溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，*l*体，*d*体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：試料溶液1 mLを正確に量り，メタノールを加えて正確に10 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，*l*体のピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である．

定量法　本品及びセフォテタン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとする．この液15 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後，pH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて50 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 μL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セフォテタンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフォテタン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　無水カフェイン溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸　11.53 gを水1000 mLに溶かす．この液850 mLにアセトニトリル50 mL，酢酸(100) 50 mL及びメタノール50 mLを加える．

流量：セフォテタンの保持時間が約17分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフォテタンの順に溶出し，その分離度は8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，内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

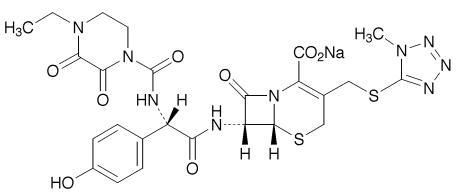
貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium



$C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$：667.65

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*62893-20-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり871 ～ 986 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2 ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 6.8 ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.3 ppm付近に二重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：2：2である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－15 ～ －25°(1 g，水，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水4 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.5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，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.18以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，第4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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.1 gを水100 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とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，保持時間約8分の類縁物質Ⅰは5.0%以下であり，保持時間約17分の類縁物質Ⅱは1.5%以下である．また，類縁物質の合計量は7.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅡのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.90及び0.75を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとし，この液25 μLから得たセフォペラゾンのピーク面積が，標準溶液の3.5 ～ 6.5%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフォペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフォペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(3 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフォペラゾン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液1 mLに溶かし，水を加えて正確に20 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，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セフォペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$

M_S：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの水／アセトニトリル混液(43：7)溶液(3→8000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：35℃付近の一定温度

移動相：酢酸(100) 57 mL及びトリエチルアミン139

mLをとり，水を加えて1000 mLとする．この液20 mLに水835 mL，アセトニトリル140 mL及び希酢酸5 mLを加える．

流量：セフォペラゾンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

注射用セフォペラゾンナトリウム

Cefoperazone Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67)を含む．

製法　本品は「セフォペラゾンナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末又は塊である．

確認試験　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長226 ～ 230 nm及び263 ～ 267 nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量を水4 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長400 nmにおける吸光度は0.22以下である．

（2）　類縁物質　本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.1 g(力価)に対応する量を水100 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とし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォペラゾンに対する相対保持時間約0.8の類縁物質Ⅰのピーク面積は，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の2.5倍より大きくなく，相対保持時間約1.7の類縁物質Ⅱのピーク面積は，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の3／4より大きくない．また，試料溶液のセフォペラゾン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフォペラゾンのピーク面積の3.5倍より大きくない．ただし，類縁物質Ⅰ及び類縁物質Ⅱのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数0.90及び0.75を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は「セフォペラゾンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

「セフォペラゾンナトリウム」の純度試験(4)類縁物質のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(3 g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.05 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セフォペラゾンナトリウム」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，試料溶液とする．以下「セフォペラゾンナトリウム」の定量法を準用する．

セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

M_S：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの水／アセトニトリル混液(43：7)溶液(3→8000)

貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密封容器．

有効期間　製造後24箇月．

注射用セフォペラゾンナトリウム・スルバクタムナトリウム

Cefoperazone Sodium and Sulbactam Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$：645.67)を含み，95.0 ～ 110.0%に対応するスルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$：233.24)を含む．

製法　本品は「セフォペラゾンナトリウム」及び「スルバクタムナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～帯黄白色の塊又は粉末である．

確認試験

（1）　定量法において，試料溶液から得たセフォペラゾンに相当するピークの保持時間は，標準溶液から得たセフォペラゾンの保持時間に等しい．また，定量法で得た試料溶液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行ったときのセフォペラゾンのピーク面積の0.8 ～ 1.1倍である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

（2）　定量法において，試料溶液から得たスルバクタムに相当するピークの保持時間は，標準溶液から得たスルバクタムの保持時間に等しい．また，定量法で得た試料溶液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行ったときのスルバクタムのピーク面積の1.4 ～ 1.9倍である．

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．

ｐＨ〈2.54〉　本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量を水20 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.5である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.5 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき，波長425 nmにおける吸光度は0.10以下である．

（2）　類縁物質　本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液(1)とする．スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約40 mgを精密に量り，水2 mLに溶かし，水酸化ナトリウム試液0.5 mLを加え，室温で10分間放置した後，1 mol/L塩酸試液0.5 mLを加え，更に移動相を加えて正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフォペラゾンに対する相対保持時間約0.3の類縁物質Ⅰのピーク面積は，標準溶液(1)のセフォペラゾンのピーク面積の1.75倍より大きくなく，相対保持時間約0.4の類縁物質Ⅲ及び約1.3の類縁物質Ⅱのピーク面積は，それぞれ標準溶液(1)のセフォペラゾンのピーク面積の1／2より大きくない．また，試料溶液及び標準溶液(2)のスルバクタムペニシラミンのピーク面積A_T及びA_Sを測定し，次式によりスルバクタムペニシラミンの量を求めるとき，1.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅲのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.4を乗じた値とする．

スルバクタムペニシラミンの量(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$

M_S：スルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウムの秤取量(mg)

M_T：本品の秤取量(mg)

試験条件

カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

システム適合性

システムの性能：標準溶液(1) 1 mLに標準溶液(2) 1 mLを加えた液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタムペニシラミン，スルバクタム，セフォペラゾンの順に溶出し，スルバクタムペニシラミンとスルバクタム及びスルバクタムとセフォペラゾンの分離度はそれぞれ4以上及び5以上である．

システムの再現性：標準溶液(2) 10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　1.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

エンドトキシン〈4.01〉　0.060 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験を行うとき，適合する(T：105.0%)．

不溶性異物〈6.06〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈6.07〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈4.06〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品5個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．本品の「セフォペラゾンナトリウム」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にスルバクタム標準品及びセフォペラゾン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，内

標準溶液5 mLを正確に加えた後，移動相を加えて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ィー〈*2.01*〉により試験を行い，試料溶液の内標準物質のピーク面積に対するスルバクタム及びセフォペラゾンのピーク面積の比Q_{Ta}及びQ_{Tb}，並びに標準溶液の内標準物質のピーク面積に対するスルバクタム及びセフォペラゾンのピーク面積の比Q_{Sa}及びQ_{Sb}を求める．

スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[mg(力価)]
＝M_{S1} × Q_{Ta}／Q_{Sa}
セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]
＝M_{S2} × Q_{Tb}／Q_{Sb}

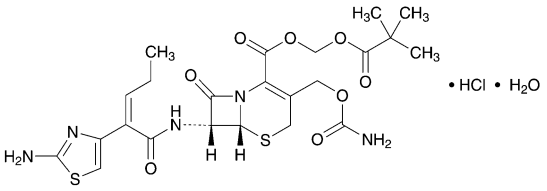
M_{S1}：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]
M_{S2}：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→1000)
試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：220 nm)
カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μm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塡する．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：0.005 mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(3：1)
流量：スルバクタムの保持時間が約7分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，スルバクタム，内標準物質，セフォペラゾンの順に溶出し，その分離度は1.5以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，スルバクタムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．本品は，プラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩水和物

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate



$C_{23}H_{29}N_5O_8S_2$・HCl・H_2O：622.11

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate

[*147816-24-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり722 ～ 764 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で，僅かに特異なにおいがある．

本品は*N,N*－ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく，エタノール(99.5)にやや溶けやすく，水に溶けにくく，ジエチルエーテルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフカペンピボキシル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき，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セフカペンピボキシル塩酸塩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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 6.3 ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 6.7 ppm付近に単一線のシグナルBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ1：1である．

（4）　本品10 mgを水／メタノール混液(1：1) 2 mLに溶かし，硝酸銀試液1滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋51 ～ ＋54°(脱水物に換算したもの0.1 g，メタノール，10 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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)．

（2）　類縁物質Ⅰ　本品約10 mg(力価)に対応する量をメタノール2 mLに溶かし，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．試料溶液30 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1) 30 μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.5及び約1.7のピークはそれぞれ0.2%以下，その他の個々のピークは0.1%以下であり，ピークの合計は1.5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：20℃付近の一定温度

移動相A：リン酸二水素カリウム5.99 gを水に溶かし，1100 mLとする．この液に，テトラー*n*－ペンチルアンモニウム臭化物1.89 gをメタノールに溶かして1000 mLとした液を加える．

移動相B：メタノール／水混液(22：3)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 20	98	2
20 ～ 40	98 → 50	2 → 50
40 ～ 50	50	50

流量：毎分0.8 mL

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約2.5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に100 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／メタノール混液(1：1)を加えて正確に10 mLとし，この液30 μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本品10 mg及びパラオキシ安息香酸プロピル10 mgをメタノール25 mLに溶かし，水を加えて50 mLとする．この液5 mLをとり，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとする．この液30 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し，その分離度は7以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液30 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

（3）　類縁物質Ⅱ　本品約2 mg(力価)に対応する量を液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドに溶かして20 mLとし，試料溶液とする．試料溶液20 μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の1.7%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径7.8 mm，長さ30 cmのステンレス管に液体クロマトグラフィー用スチレン－ジビニルベンゼン共重合体を充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド溶液(13→5000)

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約22分になるように調整する．

面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約1.8倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に100 mLとし，システム適合性試験用溶液とする．この液3 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミドを加えて正確に10 mLとする．この液20 μLから得たセフカペンピボキシルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の20 ～ 40%になることを確認する．

システムの性能：試料溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシルのピークの理論段数は12000段以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフカペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.8 ～ 3.7%(0.5 g，容量滴定法，逆滴定)．

定量法　本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 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10 μL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セフカペンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)

カラム：内径3.0 mm，長さ7.5 cmのステンレス管に3 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56 g及び1－デカンスルホン酸ナトリウム1.22 gを水に溶かし，1000 mLとする．この液700 mLにアセトニトリル300 mL及びメタノール100 mLを加える．

流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品0.2 gをメタノール10 mLに溶かし，60℃の水浴中で20分間加温する．冷後，この液1 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，更に，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフカペンピボキシル，セフカペンピボキシルトランス体，内標準物質の順に溶出し，セフカペンピボキシルに対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標準物質の相対保持時間は，それぞれ約1.7及び約2.0であり，また，セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩錠

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 105.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」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，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40 mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50 mLとする．この液4 mLを量り，メタノールを加えて50 mLとした後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長263 ～ 267 nmに吸収の極大を示す．

純度試験

（1）　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1 mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1) 25 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1) 30 μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは0.5%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

（2）　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N,N*－ジメチルホルムアミド20 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20 μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の3.3%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　3.9%以下(0.5 g，容量滴定法，逆滴定)．試料の粉砕及び秤取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，水5 mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール20 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に50 mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1 mLを除き，次のろ液から，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約6 mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液15 mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75 mLとし，試料溶液とする．以下定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15 / V$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

溶出性　別に規定する．

定量法　本品の「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.6 g(力価)に対応する量をとり，水20 mLを加えて5分間激しく振り混ぜ，崩壊させる．メタノール80 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，メタノール／水混液(4：1)を加えて正確に200 mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1 mLを除き，次のろ液2 mLを正確に量り，内標準溶液15 mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて75 mLとし，試料溶液とする．別に，セフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 30$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*－ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

貯法　容器　気密容器．

セフカペン　ピボキシル塩酸塩細粒

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$：453.49)を含む．

製法　本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」10 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール40 mLを加えて激しく振り混ぜた後，メタノールを加えて50 mLとする．この液4 mLを量りメタノールを加えて50 mLとした後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長264 ～ 268 nmに吸収の極大を示す．

純度試験

(1)　類縁物質Ⅰ　本品を粉末とし，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」5 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール1 mLを加えて振り混ぜる．水／メタノール混液(1：1) 25 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液30 μL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，各々のピーク面積を自動積分法により測定する．必要ならば，水／メタノール混液(1：1) 30 μLにつき，同様に操作し，ベースラインの変動を補正する．面積百分率法により，セフカペンピボキシル以外のピークの量を求めるとき，セフカペンピボキシルのピークに対する相対保持時間約1.3のピークは0.4%以下，相対保持時間約1.5のセフカペンピボキシルトランス体のピークは1.1%以下，その他の個々のピークは0.3%以下であり，ピークの合計は2.8%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

(2)　類縁物質Ⅱ　本品を粉末とし，「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」2 mg(力価)に対応する量をとり，液体クロマトグラフィー用*N*,*N*−ジメチルホルムアミド20 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する．初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．試料溶液20 μL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するとき，セフカペンピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の4.0%以下である．

試験条件

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(3)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　1.4%以下(0.5 g，容量滴定法，逆滴定)．試料は粉砕せず，採取は相対湿度30%以下で行う．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品の「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」約0.2 g(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1) 100 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて正確に200 mLとし，毎分3000回転で5分間遠心分離する．上澄液を孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液1 mLを除き，次のろ液2 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて25 mLとし，試料溶液とする．別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／メタノール混液(1：1)に溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えた後，水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する．

セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　*p*−ベンジルフェノールの水／メタノール混液(1：1)溶液(7→4000)

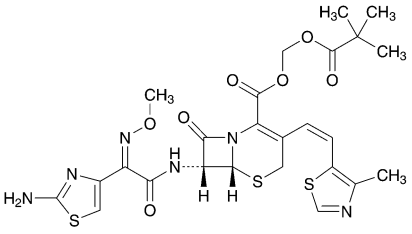
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル

Cefditoren Pivoxil



$C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$：620.72

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-[(1*Z*)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*117467-28-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり770 ～ 820 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品はメタノールにやや溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に溶けにくく，ジエチルエーテルに極めて溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は希塩酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品5 mgを塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液3 mLに溶かし，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1 mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品1 mgをとり，希塩酸1 mL及び水4 mLを加えて溶かし，氷冷しながら亜硝酸ナトリウム試液3滴を加えて振り混ぜ，2分間放置する．次に，アミド硫酸アンモニウム試液1 mLを加えてよく振り混ぜ，1分間放置した後，*N*,*N*－ジエチル－*N*′－1－ナフチルエチレンジアミンシュウ酸塩試液1 mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品のメタノール溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフジトレンピボキシル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（4）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→50)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.1 ppm付近，δ 2.4 ppm付近及びδ 4.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを，δ 6.4 ppm付近及びδ 6.7 ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルD及びEを，δ 8.6 ppm付近に単一線のシグナルFを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：D：E：Fはほぼ9：3：3：1：1：1である．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(231 nm)：340 ～ 360 (50 mg，メタノール，2500 mL).

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－45 ～ －52° (50 mg，メタノール，10 mL，100 mm).

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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).

（2）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　1.5%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分　別に規定する．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びセフジトレンピボキシル標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル40 mLに溶かし，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて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10 μL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セフジトレンピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：ギ酸アンモニウム1.58 gを水900 mLに溶かし，薄めたギ酸(1→250)を用いてpH 6.0に調整した後，更に水を加えて1000 mLとする．この液450 mLにアセトニトリル275 mL及びメタノール275 mLを加える．

流量：セフジトレンピボキシルの保持時間が約15分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，セフジトレンピボキシルの順に溶出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフジトレンピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル錠

Cefditoren Pivoxil Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法　本品は「セフジトレンピボキシル」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，「セフジトレンピボキシル」35 mg(力価)に対応する量をとり，メタノール100 mLを加えて振り混ぜた後，ろ過する．ろ液5 mLにメタノールを加えて100 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長229 ～ 233 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈2.41〉　4.0%以下(0.5 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈6.02〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本操作は遮光した容器を用いて行う．本品1個をとり，崩壊試験第1液12.5 mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル25 mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に50 mLとする．「セフジトレンピボキシル」約20 mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50 mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20 mg(力価)を精密に量り，アセトニトリル20 mLに溶かした後，内標準溶液5 mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 50 / V$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

溶出性〈6.10〉　試験液に溶出試験第1液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の20分間の溶出率は85%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セフジトレンピボキシル」約11 μg(力価)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．別にセフジトレンピボキシル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4) 20 mLに溶かした後，試験液を加えて正確に200 mLとする．この液2 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．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い，波長272 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品の「セフジトレンピボキシル」0.5 g(力価)に対応する量をとり，崩壊試験第1液63 mLを加えて激しく振り混ぜ，アセトニトリル125 mLを加え，再び振り混ぜた後，アセトニトリルを加えて正確に250 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(3→4)を加えて50 mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20 mg(力価)に対する量を精密に量り，アセトニトリル20 mLに溶かした後，内標準溶液5 mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

貯法　容器　気密容器．

セフジトレン　ピボキシル細粒

Cefditoren Pivoxil Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$：506.58)を含む．

製法　本品は「セフジトレンピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，「セフジトレンピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり，アセトニトリル10 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1 mLにアセトニトリルを加えて50 mLとする．この液1 mLにアセトニトリルを加えて20 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長230 ～ 234 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　別に規定する．

乾燥減量〈*2.41*〉　4.5%以下(0.5 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第1液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は80%以上である．

本品の「セフジトレンピボキシル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4) 20 mLに溶かした後，試験液を加えて正確に200 mLとする．この液2 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．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長272 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中のセフジトレンピボキシル($C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品を粉末とし，「セフジトレンピボキシル」約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(3→4) 70 mLを加えて激しく振り混ぜる．この液に，内標準溶液10 mLを正確に加え，アセトニトリルを加えて100 mLとした後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフジトレンピボキシル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，アセトニトリル20 mLに溶かした後，内標準溶液5 mLを正確に加え，更にアセトニトリルを加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用する．

セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

M_S：セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液(1→200)

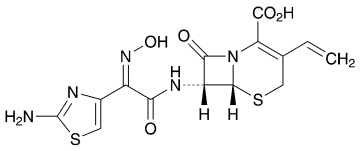
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジニル

Cefdinir



$C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(hydroxyimino)acetylamino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

[*91832-40-5*]

本品は定量するとき，1 mg当たり930 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である．

本品は水，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．

本品はpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶ける．

確認試験

（1）　本品及びセフジニル標準品のpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフジニル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長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品及びセフジニル標準品につき，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セフジニル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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド／核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4：1)溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 5.0 ～ 6.1 ppm及びδ 6.4 ～ 7.5 ppmにそれぞれ多重線のシグナルA及びBを示し，各シグナルの面積強度比A：Bはほぼ2：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－58 ～ －66° (0.25 g，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液，25 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　類縁物質　本品約0.1 gをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かす．この液3 mLに，pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20 mLとし，試料溶液とする．試料溶液10 μL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，セフジニルに対する相対保持時間約0.7，約1.2及び約1.5のピークの量はそれぞれ0.7%以下，0.3%以下及び0.8%以下であり，相対保持時間約0.85，約0.93，約1.11及び約1.14のピークの合計量は0.4%以下であり，セフジニル及び上記以外のピークの量は0.2%以下である．また，セフジニル以外のピークの合計量は3.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相A：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000 mLに0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4 mLを加える．

移動相B：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液500 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300 mL及びメタノール200 mLを加え，更に0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4 mLを加える．

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 2	95	5
2 ～ 22	95 → 75	5 → 25
22 ～ 32	75 → 50	25 → 50
32 ～ 37	50	50

流量：毎分1.0 mL (セフジニルの保持時間約22分)

面積測定範囲：溶媒ピークの後から注入後37分まで

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLにpH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて100 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，pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセフジニルのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：セフジニル標準品30 mg及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン2 mgをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3 mLに溶かし，pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3の相対保持時間は約1.11で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ7000段以上，3.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフジ

ニルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈2.48〉　2.0%以下(1 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)．

定量法　本品及びセフジニル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，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 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
- 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
- カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
- カラム温度：40℃付近の一定温度
- 移動相：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000 mLに0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液0.4 mLを加える．この液900 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル60 mL及びメタノール40 mLを加える．
- 流量：セフジニルの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性
- システムの性能：セフジニル標準品2 mg及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン5 mgをとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かす．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1，ピーク2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3，ピーク4の順に溶出し，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク2とセフジニルの分離度が1.2以上で，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ2000段以上，1.5以下である．
- 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6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフジニルカプセル

Cefdinir Capsules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法　本品は「セフジニル」をとり，カプセル剤の製法により製する．

確認試験　本品の内容物を取り出し，「セフジニル」10 mg(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221 ～ 225 nm及び285 ～ 289 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法(ただし，シンカーを用いる)により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の50 mgカプセルの30分間の溶出率は80%以上であり，100 mgカプセルの45分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セフジニル」約56 μg(力価)を含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1カプセル中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品5個以上をとり，その質量を精密に量り，内容物を取り出し，粉末とする．カプセルは，必要ならば少量のジエチルエーテルを用いてよく洗浄し，室温に放置して付着したジエチルエーテルを揮散させた後，その質量を精密に量り，内容物の質量を計算する．本品の「セフジニル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times 5$$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

貯法　容器　気密容器．

セフジニル細粒

Cefdinir Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$：395.41)を含む．

製法　本品は「セフジニル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品の「セフジニル」10 mg(力価)に対応する量をとり，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え，1分間超音波を照射した後，ろ過する．ろ液2 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長221 ～ 225 nm及び285 ～ 289 nmに吸収の極大を示す．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に溶出試験第2液900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品の「セフジニル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフジニル標準品約28 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験液に溶かし，正確に50 mLとする．この液4 mLを正確に量り，試験液を加えて正確に20 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフジニルのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中のセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ2000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セフジニル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする．この液を毎分3000回転で10分間遠心分離し，上澄液4 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとし，試料溶液とする．別にセフジニル標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフジニル」の定量法を準用する．

セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times A_T / A_S \times 5$

M_S：セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

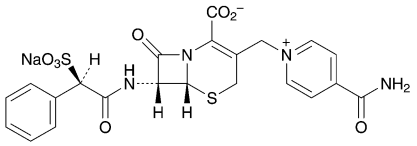
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフスロジンナトリウム

Cefsulodin Sodium



$C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$：554.53

Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*52152-93-9*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 970 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$：532.55)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水又はホルムアミドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフスロジンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフスロジンナトリウム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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 7.3 ～ 7.7 ppmに多重線のシグナルAを，δ 8.4 ppm付近及びδ 9.1 ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ5：2：2である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋16.5 ～ ＋20.0°(脱水物に換算したもの0.1 g，水，10 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは3.3 ～ 4.8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，液は澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gをとり，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5) 10 mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，徐々に加熱して炭化する．冷後，硝酸2 mLを加え，注意して加熱した後，500 ～ 600℃で強熱し，灰化する．もし，この方法で炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，残留物に塩酸6 mLを加えて溶かし，水浴上で蒸発乾固し，残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10 mLを加え，水浴上で加温して溶かす．次に，アンモニア試液を滴加し，pHを3 ～ 4に調整した後，希酢酸2 mLを加え，必要ならばろ過し，水10 mLで洗い，ろ液及び洗液をネスラー管に入れ，水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0 mL及び硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5) 10 mLをとり，エタノールに点火して燃焼させる．冷後，硝酸2 mLを加え，注意して加熱した後，500 ～ 600℃で強熱する．冷後，残留物に塩酸6 mLを加え，以下検液の調製法と同様に操作する(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)及び塩酸3 mLの代わりに硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→5)及び希塩酸15 mLを用いる(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gを精密に量り，水に溶かして正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にイソニコチン酸アミド約20 mg及びセフスロジンナトリウム標準品約20 mg (別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく)を精密に量り，水に溶かして正確に100 mLとする．この液10 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，類縁物質の量を次式により求めるとき，イソニコチン酸アミドは1.0%以下，その他の類縁物質の合計は1.2%以下である．

$$\text{イソニコチン酸アミドの量(\%)} = A / B_I \times M_I / M_T \times 5$$

$$\text{その他の類縁物質の合計量(\%)} = B / B_S \times M_S / M_T \times 5$$

A：試料溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B：試料溶液から得たセフスロジン及びイソニコチン酸アミド以外のピークのピーク面積の和

B_I：標準溶液から得たイソニコチン酸アミドのピーク面積

B_S：標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積

M_T：本品の秤取量(g)

M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量(g)

M_I：イソニコチン酸アミドの秤取量(g)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：A液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)

B液　硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(23：2)

試料注入後，14分でA液からB液に切り替える．

流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調

整する．
面積測定範囲：セフスロジンの保持時間の約4倍の範囲
システム適合性
検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が，標準溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれぞれのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，試料の採取は吸湿を避けて行い，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)．

定量法　本品及びセフスロジンナトリウム標準品約0.1 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50 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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフスロジンのピーク面積A_T及びA_Sを求める．

セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

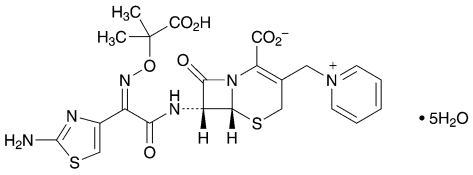
M_S：セフスロジンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．
カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→100)／アセトニトリル混液(97：3)
流量：セフスロジンの保持時間が約9分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：イソニコチン酸アミド40 mgを標準溶液25 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，イソニコチン酸アミド，セフスロジンの順に溶出し，その分離度は5以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフスロジンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフタジジム水和物

Ceftazidime Hydrate



$C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$：636.65

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-1-methylethoxyimino)acetylamino]-3-(pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate

[*78439-06-2*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり950 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けにくく，アセトニトリル又はエタノール(95)に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH 6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフタジジム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフタジジム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0.05 gをとり，乾燥炭酸ナトリウム5 mgを加え，核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5 mLに溶かし，この液につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5 ppm付近及びδ 6.9 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを，δ 7.9 ～ 9.2 ppmに多重線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ6：1：5である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－28 ～ －34°(脱水物に換算したもの0.5 g，pH 6.0のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.5 gを水100 mLに溶かした液のpHは3.0 ～ 4.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを，無水リン酸水素二ナトリウム5 g及びリン酸二水素カリウム1 gを水に溶かして100 mLとした液10 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420 nmにおける吸光度は0.20以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質

（ⅰ）　トリチルー*t*ーブチル体及び*t*ーブチル体　本品0.10 gを薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)を加えて正確に100 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ィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする．次に酢酸(100)／酢酸*n*ーブチル／pH 4.5の酢酸塩緩衝液／1ーブタノール混液(16：16：13：3)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，試料溶液から得た主スポットより上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（ⅱ）　その他の類縁物質　本品20 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフタジジム以外のピークの面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ20 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.0 gを水750 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 3.5に調整した後，水を加えて870 mLとする．この液にアセトニトリル130 mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分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セフタジジムの保持時間の約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に5 mLとする．この液5 μLから得たセフタジジムのピーク面積が，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の15 ～ 25%になることを確認する．

システムの性能：本品及びアセトアニリド10 mgずつを移動相20 mLに溶かす．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は10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6回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　遊離ピリジン　本品約50 mgを精密に量り，移動相に

溶かして正確に10 mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1 gを精密に量り，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液1 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10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，遊離ピリジンの量は0.3%以下である．

遊離ピリジンの量(mg)＝$M_S \times H_T / H_S \times 1/1000$

M_S：ピリジンの秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ20 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム2.88 gを水500 mLに溶かし，アセトニトリル300 mLを加え，更に水を加えて1000 mLとし，アンモニア水(28)を加えてpH 7.0に調整する．

流量：ピリジンの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5 mgをピリジンの移動相溶液(1→20000) 100 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は9以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈2.48〉　13.0 ～ 15.0%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセフタジジム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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セフタジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジメドンのpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ10 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム4.26 g及びリン酸二水素カリウム2.72 gを水980 mLに溶かし，アセトニトリル20 mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，その分離度は3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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

注射用セフタジジム

Ceftazidime for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)を含む．

製法　本品は「セフタジジム水和物」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末である．

確認試験　本品のpH 6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長255 ～ 259 nmに吸収の極大を示す．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフタジジム水和物」1.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは5.8 ～ 7.8である．

純度試験　溶状　本品の「セフタジジム水和物」1.0 g(力価)に対応する量をとり，無水リン酸水素二ナトリウム5 g及びリン酸二水素カリウム1 gを水に溶かして100 mLとした液10 mLに溶かすとき，液は澄明である．また，この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420 nmにおける吸光度は0.3以下である．

乾燥減量〈*2.41*〉　14.0%以下(0.1 g，減圧・0.67 kPa以下，60℃，3時間)．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.067 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個以上をとり，内容物の質量を精密に量る．「セフタジジム水和物」約0.25 g(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に250 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更にpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセフタジジム標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加え，更にpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフタジジム水和物」の定量法を準用する．

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　ジメドンのpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

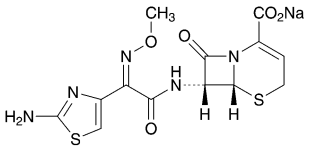
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　密封容器．

セフチゾキシムナトリウム

Ceftizoxime Sodium



$C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$：405.38

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*68401-82-1*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり925 ～ 965 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$：383.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノールに溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→63000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム－d_4を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 4.0 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 6.3 ppm付近に多重線のシグナルBを，δ 7.0 ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋125 ～ ＋145°(脱水物に換算したもの0.25 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは6.0 ～ 8.0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，液は澄明で，その色は色の比較試験法〈*2.65*〉により試験を行うとき，色の比較液Mより濃くない．

（2）　重金属〈*1.07*〉　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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.11 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液5 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の0.5%以下であり，セフチゾキシム以外のピークの合計面積はセフチゾキシムのピーク面積の1.0%以下である．

試験条件

検出器，カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する．

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31 g及びクエン酸一水和物1.42 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.6に調整する．この液200 mLにアセトニトリル10 mLを加える．

流量：セフチゾキシムの保持時間が約12分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，セフチゾキシムの保持時間の約5倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，検出確認用溶液とする．検出確認用溶液1 mLを正確に量り，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとし，この液5 μLから得たセフチゾキシムのピーク面積が，検出確認用溶液のセフチゾキシムのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：セフチゾキシム標準品約10 mgをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし，システム適合性試験用溶液とする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ4000段以上，2.0以下である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフチゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　8.5%以下(0.4 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフチゾキシム標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，内標準溶液20 mLずつを正確に加えた後，pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 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 μL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セフチゾキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフチゾキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　3－ヒドロキシ安息香酸のpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→400)

試験条件

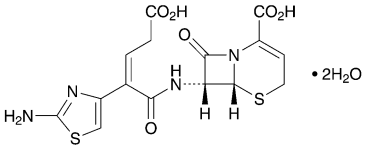
検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．
カラム温度：35℃付近の一定温度
移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31 g及びクエン酸一水和物1.42 gを水1000 mLに溶かし，薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.6に調整する．この液450 mLにアセトニトリル50 mLを加える．
流量：セフチゾキシムの保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7.0以上であり，それぞれのピークのシンメトリー係数は1.5以下である．
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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法
保存条件　遮光して保存する．
容器　気密容器．

セフチブテン水和物

Ceftibuten Hydrate



$C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$：446.46

(6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*118081-34-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$：410.42)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は*N*,*N*−ジメチルホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，水，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．

確認試験

（1）　本品のpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.2 ppm付近及びδ 5.1 ppm付近に二重線のシグナルA及びBを，δ 5.8 ppm付近に四重線のシグナルCを，δ 6.3 ppm付近に単一線のシグナルDを示し，δ 3.2 ppm付近のシグナルを除く各シグナルの面積強度比B：C：Dはほぼ1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋135 ～ ＋155°(脱水物に換算したもの0.3 g，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液，50 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　類縁物質

(i)　試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し，2時間以内に使用する．本品25 mgをpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かす．この液4 mLにpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとし，試料溶液とする．この液5 mLを正確に量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフチブテン以外のピークの面積は，標準溶液のセフチブテンのピーク面積の1／5より大きくない．また，試料溶液のセフチブテン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフチブテンのピーク面積より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフチブテンの保持時間の約1.7倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする．この液5 μLから得たセフチブテンのピーク面積が，標準溶液のセフチブテンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mLに溶かし，40℃で1時間放置する．この液4 mLを量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて25 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は2.0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，セフチブテンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

(ii)　試料溶液は5℃以下に保存し，24時間以内に使用する．本品5 mgを量り，移動相20 mLを加え，必要ならば超音波処理した後，振り混ぜて溶かし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．試料溶液10 μL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，セフチブテンより速く溶出するピークの合計量は5.0%以下である．ただし，セフチブテンより速く溶出するピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数1.63を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263 nm)

カラム：内径7.5 mm，長さ60 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.05 g及びリン酸二水素カリウム0.58 gを水に溶かし，1000 mLとする．

流量：セフチブテンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：セフチブテンの保持時間の約1.6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLに移動相を加えて20 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2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液10 μLから得たセフチブテンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフチブテンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフチブテンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ10000段以上，0.8 ～ 1.2である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフチブテンのピーク面積の相対標準偏差は1.7%以下である．

水分 〈2.48〉　8.0 ～ 13.0%(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，水分測定用ピリジン／水分測定用エチレングリコール混液(5：1)を用いる)．

強熱残分 〈2.44〉　0.1%以下(1 g)．

定量法　試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し，2時間以内に使用する．本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約10 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれにpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液約36 mLを加え，更に内標準溶液4 mLずつを正確に加えた後，振り混ぜて溶かし，試料溶液及び標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μL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セフチブテンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルのアセトニトリル溶液(3→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263 nm)

カラム：内径4 mm，長さ20 cmのステンレス管に7 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：0.005 mol/L *n*－デシルトリメチルアンモニウム臭化物試液／アセトニトリル混液(4：1)

流量：セフチブテンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mLに溶かし，40℃で1時間放置する．この液4 mLを量り，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて25 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，トランス体，セフチブテンの順に溶出し，その分離度は1.5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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

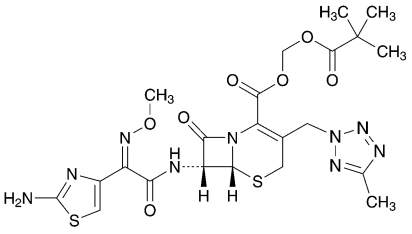
貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル

Cefteram Pivoxil



$C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$：593.64

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*82547-58-8*，セフテラム]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり743 ～ 824 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)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．

本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく，メタノール，エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく，水にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の0.05 mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.2 ppm付近，δ 2.5 ppm付近及びδ 4.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋35 ～ ＋43° (脱水物に換算したもの0.4 g，メタノール，20 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50 mgを移動相50 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1／2より大きくなく，相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.25倍より大きくなく，セフテラムピボキシル及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1／4より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の2.75倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.74を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液10 μLから得たセフテラムピボキシルのピーク面積が，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　3.0%以下(0.3 g，電量滴定法)．

定量法　本品及びセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを薄めたアセトニトリル(1→2) 20 mLに溶かし，次に内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 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10 μL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セフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度
移動相：pH 5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100 mL及びアセトニトリル375 mLに水を加えて1000 mLとする．
流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約14分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：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，セフテラムピボキシルの順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μL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セフテラムピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．
容器　気密容器．

セフテラム　ピボキシル錠

Cefteram Pivoxil Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法　本品は「セフテラムピボキシル」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，「セフテラムピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり，メタノール20 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液1 mLに0.05 mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262 ～ 266 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を粉末にし，「セフテラムピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100 mLとする．超音波処理により分散させた後，ろ過し，ろ液を試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　4.0%以下(本品を粉末としたものの0.2 g(力価)対応量，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，「セフテラムピボキシル」50 mg(力価)当たり内標準溶液5 mLを正確に加え，1 mL中に「セフテラムピボキシル」約1 mg(力価)を含む液となるように薄めたアセトニトリル(1→2)を加えてV mLとする．この液を超音波処理により分散させた後，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液10 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2) 20 mLに溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分75回転で試験を行うとき，本品の30分間の溶出率は75%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.45 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セフテラムピボキシル」約22 μg(力価)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．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，メタノール20 mLに溶かした後，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100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液につき，水を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長300 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品の「セフテラムピボキシル」約1.0 g(力価)に対応する個数をとり，薄めたアセトニトリル(1→2) 120 mLを加えて超音波処理により分散させた後，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて正確に200 mLとする．この液を遠心分離した後，上澄液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし，孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，初めのろ液3 mLを除き，次のろ液を試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2) 20 mLに溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし，標準溶液とする．以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 20$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

100　**貯法**

101　　保存条件　遮光して保存する.

102　　容器　気密容器.

セフテラム　ピボキシル細粒

Cefteram Pivoxil Fine Granules

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$：479.49)を含む．

製法　本品は「セフテラムピボキシル」をとり，顆粒剤の製法により製する．

確認試験　本品を粉末とし，「セフテラムピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり，メタノール20 mLを加えてよく振りまぜた後，ろ過する．ろ液1 mLをとり，0.05 mol/L塩酸・メタノール試液を加えて500 mLとする．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長262 ～ 266 nmに吸収の極大を示す．

純度試験　類縁物質　本品を必要ならば粉末とし，「セフテラムピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて100 mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液10 μLずつを正確にとり，次の条件で液体クロマトグラフィー〈*2.01*〉により試験を行う．それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.9のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1.75倍より大きくなく，試料溶液のセフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の17／25より大きくない．また，試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の3.7倍より大きくない．ただし，セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積には0.74の感度係数を乗じる．

試験条件

「セフテラムピボキシル」の純度試験(2)の試験条件を準用する．

システム適合性

「セフテラムピボキシル」の純度試験(2)のシステム適合性を準用する．

水分〈*2.48*〉　0.3%以下(0.1 g(力価)，電量滴定法)．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，質量偏差試験を行うとき，適合する．

溶出性　別に規定する．

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セフテラムピボキシル」約0.3 g(力価)に対応する量をとり，その質量を精密に量り，内標準溶液30 mLを正確に加え，薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて300 mLとする．超音波を用いて粒子を小さく分散させた後，ろ過し，試料溶液とする．別にセフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，薄めたアセトニトリル(1→2) 20 mLに溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，薄めたアセトニトリル(1→2)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セフテラムピボキシルのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 6$

M_S：セフテラムピボキシルメシチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの薄めたアセトニトリル(1→2)溶液(1→1000)

試験条件

「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用する．

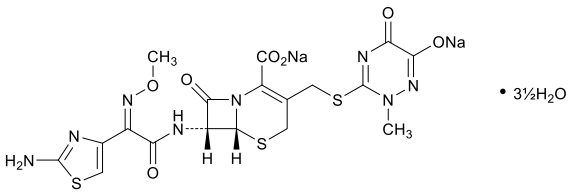
システム適合性

「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を準用する．

貯法　容器　気密容器．

セフトリアキソンナトリウム水和物

Ceftriaxone Sodium Hydrate



$C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3½H_2O$：661.60

Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate hemiheptahydrate

[*104376-79-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり905 ～ 935 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$：554.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(99.5)に極めて溶けにくく，アセトニトリルにほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフトリアキソンナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.5 ppm付近，δ 3.8 ppm付近，δ 6.7 ppm付近及びδ 7.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B，C及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：3：1：2である．なお，δ 3.5 ppm付近のシグナルが水のシグナルと重なる場合は，プローブ温度を約50℃に保ち，測定を行う．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－153 ～ －170°(脱水物に換算したもの50 mg，水，2.5 mL，20 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.6 gを水5 mLに溶かした液のpHは6.0 ～ 8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品0.6 gを水5 mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質1　本品20 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンに対する相対保持時間が約0.5の不純物1のピーク面積及び相対保持時間約1.3の不純物2のピーク面積は標準溶液のセフトリアキソンのピーク面積より大きくない．ただし，不純物1及び不純物2のピーク面積は自動積分法で測定した面積にそれぞれ感度係数0.9及び1.2を乗じた値とする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かして正確に1000 mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256 g及び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かして正確に1000 mLとし，B液とする．テトラ－*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450 mLに溶かす．この液に水490 mL，A液55 mL及びB液5 mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5 mLを正確に量り，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に200 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／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10 μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9 ～ 1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10 mgを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かして5 mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000) 5 mLを加え，更に水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下

である．

（5） 類縁物質2　本品10 mgを移動相10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフトリアキソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は，標準溶液のピーク面積より大きくない．また，これらの不純物のピークの合計面積は標準溶液のピーク面積の2.5倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かして正確に1000 mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256 g及び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かして正確に1000 mLとし，B液とする．テトラー*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450 mLに溶かす．この液に水490 mL，A液55 mL及びB液5 mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル700 mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約3分になるように調整する．

面積測定範囲：セフトリアキソンの保持時間の約10倍の範囲

システム適合性

検出の確認：試料溶液5 mLを正確に量り，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100 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，液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得たセフトリアキソンのピーク面積が，システム適合性試験用溶液10 μLから得たセフトリアキソンのピーク面積の0.9 ～ 1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品10 mgを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)に溶かして5 mLとする．この液にテレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000) 5 mLを加え，更に液体クロマトグラフィー用アセトニトリル／水混液(23：11)を加えて200 mLとする．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，テレフタル酸ジエチルの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフトリアキソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分 〈2.48〉　8.0 ～ 11.0%(0.15 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフトリアキソンナトリウム標準品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後，水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200 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10 μL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セフトリアキソンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフトリアキソン($C_{18}H_{18}N_8O_7S_3$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフトリアキソンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　テレフタル酸ジエチルの水／液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かし，正確に1000 mLとし，A液とする．クエン酸一水和物20.256 g及び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かし，正確に1000 mLとし，B液とする．テトラー*n*－ヘプチルアンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用アセトニトリル450 mLに溶かし，この液に水490 mL，A液55 mL及びB液5 mLを加える．

流量：セフトリアキソンの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフトリアキソン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフトリアキソンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

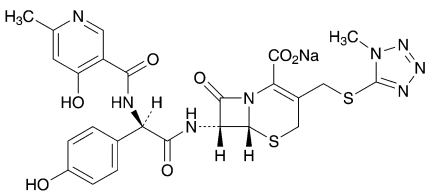
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セフピラミドナトリウム

Cefpiramide Sodium



$C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$：634.62

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetylamino}-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*74849-93-7*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 990 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$：612.64)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～帯黄白色の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく，水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)に溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.3 ppm付近，δ 3.9 ppm付近及びδ 8.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－33 ～ －40°(脱水物に換算したもの0.2 g，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液，10 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品2.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.5 ～ 8.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gをpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質　本品約25 mgを精密に量り，pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に50 mLとし，試料溶液とする．別にデシケーター(減圧，シリカゲル)で2時間乾燥した液体クロマトグラフィー用1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール約25 mg及びセフピラミド標準品約75 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液2 mLを正確に量り，pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え，正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式によりそれぞれの量を求めるとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールは1.0%以下であり，その他の個々の類縁物質は1.5%以下であり，その他の類縁物質の合計は4.0%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール($C_2H_4N_4S$)の量(%)

$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa}$

その他の個々の類縁物質の量(%)$= M_{Sb} / M_T \times A_{Tc} / A_{Sb}$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(mg)

M_{Sb}：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(mg)

A_{Sa}：標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Sb}：標準溶液のセフピラミドのピーク面積

A_{Ta}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積

A_{Tc}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約11分になるように調整する．

面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．この液5 μLから得た1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の8 ～ 12%になることを確認する．

システムの性能：セフピラミド標準品25 mg及びケイ皮酸7 mgをとり，移動相に溶かし，50 mLとする．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ケイ皮酸，セフピラミドの順に溶出し，その分離度は3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6回繰り返すとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　7.0%以下(0.35 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフピラミド標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えて溶かし，移動相を加えて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 μL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セフピラミドのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　4－ジメチルアミノアンチピリン溶液(1→100)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4 mm，長さ30 cmのステンレス管に10 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：pH 6.8の0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液／アセトニトリル／メタノール／テトラヒドロフラン混液(22：1：1：1)

流量：セフピラミドの保持時間が約7分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピラミド，内標準物質の順に溶出し，その分離度は7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6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏差は2.0%以下である．

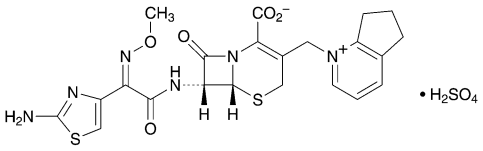
貯法

保存条件　遮光して，5℃以下で保存する．

容器　気密容器．

セフピロム硫酸塩

Cefpirome Sulfate



$C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$：612.66

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[*b*]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate

[*98753-19-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり760 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$：514.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で，僅かに特異なにおいがある．

本品は水にやや溶けやすく，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．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品10 mgを水2 mLに溶かし，塩化ヒドロキシルアンモニウム・エタノール試液3 mLを加え，5分間放置した後，酸性硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)試液1 mLを加えて振り混ぜるとき，液は赤褐色を呈する．

（2）　本品1 mgを水4 mLに溶かし，氷冷しながら希塩酸1 mLを加え，新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→100) 1 mLを加え，2分間放置する．さらに，氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液1 mLを加え，1分間放置した後，*N*－1－ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1→1000) 1 mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（3）　本品5 mgをとり，エタノール(95) 1 mL及び水1 mLを加えて溶かし，1－クロロ－2,4－ジニトロベンゼン0.1 gを加え，水浴上で5分間加熱し，冷後，水酸化ナトリウム溶液(1→10) 2 ～ 3滴及びエタノール(95) 3 mLを加えるとき，液は赤褐色を呈する．

（4）　本品及びセフピロム硫酸塩標準品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定し，本品のスペクトルとセフピロム硫酸塩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長のところに同様の強度の吸収を認める．

（5）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)につき，3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 4.1 ppm付近に単一線のシグナルAを，δ 5.9 ppm付近に二重線のシグナルBを，δ 7.1 ppm付近に単一線のシグナルCを，δ 7.8 ppm付近に多重線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ3：1：1：1である．

（6）　本品の水溶液(1→250)は硫酸塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

吸光度〈*2.24*〉　$E^{1\%}_{1\,cm}$(270 nm)：405 ～ 435 (脱水物に換算したもの50 mg，0.01 mol/L塩酸試液，2500 mL).

旋光度〈*2.49*〉　〔α〕$^{20}_{D}$：－27 ～ －33° (脱水物に換算したもの0.5 g，アセトニトリル25 mLに水を加えて50 mLとした液，20 mL，100 mm).

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.6 ～ 2.6である．

純度試験

（1）　溶状　別に規定する．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下).

（3）　ヒ素　別に規定する．

（4）　類縁物質　別に規定する．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定).

強熱残分　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.10 EU/mg(力価)未満.

定量法　本品及びセフピロム硫酸塩標準品約50 mg(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とする．この液5 mLずつを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に20 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20 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフピロムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times A_T / A_S \times 1000$

M_S：セフピロム硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：270 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム3.45 gを水1000 mLに溶かし，リン酸を用いてpH 3.3に調整する．この液800 mLにアセトニトリル100 mLを加える．

流量：セフピロムの保持時間が約7.5分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフピロムのピークの理論段数は3600段以上である．

システムの再現性：標準溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフピロムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

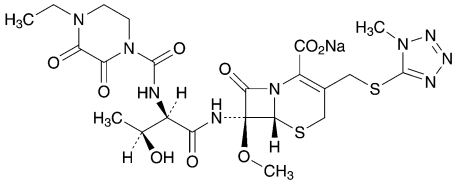
貯法

保存条件　2 ～ 8℃で保存する．

容器　密封容器.

セフブペラゾンナトリウム

Cefbuperazone Sodium



$C_{22}H_{28}N_9NaO_9S_2$：649.63

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{(2*R*,3*S*)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-3-hydroxybutanoylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*76648-01-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり870 μg(力価)以上を含む．ただし，本品の力価は，セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$：627.65)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水に極めて溶けやすく，メタノール又はピリジンに溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，アセトニトリルに極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品0.1 gに核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン0.5 mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水1滴を加えて溶かし，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.1 ppm付近に三重線のシグナルAを，δ 1.6 ppm付近及びδ 5.1 ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルB及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（3）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋48 ～ ＋56° (脱水物に換算したもの0.4 g，水，20 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水4 mLに溶かした液のpHは4.0 ～ 6.0である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを水4 mLに溶かすとき，液は淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品2.0 gをとり，第4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）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.10 gを移動相100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定し，標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の50倍に対する，試料溶液の個々の類縁物質のピーク面積の割合を求めるとき，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.2の類縁物質Ⅰは2.0%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約0.6の類縁物質Ⅱは4.5%以下であり，セフブペラゾンに対する相対保持時間約1.6の類縁物質Ⅲは1.0%以下である．また，類縁物質の合計面積は6.0%以下である．ただし，類縁物質Ⅰ及びⅢのピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.72及び0.69を乗じた値とする．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に10 mLとする．この液25 μLから得たセフブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフブペラゾンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ5000段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフブペラゾンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下　(3 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフブペラゾン標準品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後，移動相を加えて50 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10 μL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セフブペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフブペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフブペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドの移動相溶液(1→4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／pH 5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液混液(83：13：4) 1000 mLにテトラー

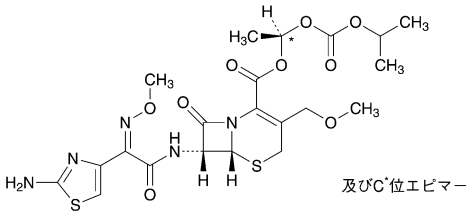
n－プロピルアンモニウム臭化物2.0 gを溶かす．
流量：セフブペラゾンの保持時間が約16分になるように調整する．
システム適合性
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフブペラゾンの順に溶出し，その分離度は3以上である．
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法

保存条件　冷所に保存する．
容器　密封容器．

セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil



$C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$：557.60

(1*RS*)-1-[(1-Methylethoxy)carbonyloxy]ethyl
(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-
(methoxyimino)acetylamino]-3-methoxymethyl-8-oxo-5-
thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
[*87239-81-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり706 ～ 774 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡褐白色の粉末である．

本品はアセトニトリル，メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく，エタノール(99.5)に溶けやすく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のアセトニトリル溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフポドキシムプロキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフポドキシムプロキセチル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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化クロロホルム溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.3 ppm付近及びδ 1.6 ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルA及びBを，δ 3.3 ppm付近及びδ 4.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルC及びDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋24.0 ～ ＋31.4°(脱水物に換算したもの0.1 g，アセトニトリル，20 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品50 mgを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2) 50 mLに溶かし，試料溶液とする．試料溶液20 μL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，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，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bに対する相対保持時間約0.8のピークの量は2.0%以下，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの量は1.0%以下である．また，セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計量は6.0%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：22℃付近の一定温度

移動相A：水／メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(11：8：1)

移動相B：メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(19：1)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 65	95	5
65 ～ 145	95 → 15	5 → 85
145 ～ 155	15	85

流量：毎分0.7 mL (セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの保持時間約60分)

面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後155分まで

システム適合性

検出の確認：試料溶液5 mLに水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて200 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2 mLを正確に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に100 mLとする．この液20 μLから得たセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセフポドキシムプロキセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積の1.4 ～ 2.6%になることを確認する．

システムの性能：システム適合性試験用溶液20 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，その分離度は6以上である．

システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの異性体A及びセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.5%以下(0.5 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(1 g)．

異性体比　定量法で得た試料溶液5 μL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，セフポドキシムプロキセチルの2本に分離した異性体の保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク

面積A_bを自動積分法により測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.50 ～ 0.60である．

試験条件

定量法の試験条件を準用する．

システム適合性

システムの性能：定量法で得た標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，2種の異性体の分離度は4以上である．

システムの再現性：定量法で得た標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

定量法　本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをアセトニトリル80 mLに溶かし，内標準溶液4 mLずつを正確に加えた後，アセトニトリルを加えて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 μL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，それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピーク面積の比Q_{T1}及びQ_{S1}，並びにQ_{T2}及びQ_{S2}を求める．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]

$$= M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2})/(Q_{S1} + Q_{S2}) \times 1000$$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル0.3 gをクエン酸一水和物のアセトニトリル溶液(1→2000)に溶かし，100 mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：内標準物質の保持時間が約11分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフポドキシムプロキセチルの異性体A，セフポドキシムプロキセチルの異性体Bの順に溶出し，2種の異性体の分離度は4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，内標準物質のピーク面積に対するセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セフポドキシム　プロキセチル錠

Cefpodoxime Proxetil Tablets

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46)を含む．

製法　本品は「セフポドキシムプロキセチル」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，「セフポドキシムプロキセチル」65 mg(力価)に対応する量をとり，アセトニトリル25 mLを加えてよく振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液2 mLにアセトニトリルを加えて50 mLとする．この液5 mLにアセトニトリルを加えて50 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長232 ～ 236 nmに吸収の極大を認める．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験又は次の方法による含量均一性試験のいずれかを行うとき，適合する．

本品1個をとり，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2) 20 mLを正確に加え，10分間超音波処理した後，この液を孔径0.45 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，「セフポドキシムプロキセチル」30 mg(力価)に対応するろ液V mLを正確に量り，内標準溶液6 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2) 60 mLに溶かし，内標準溶液12 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準用する．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 10 / V$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，100 mLとする．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の45分間の溶出率は70%以上である．

本品1個をとり，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液V mLを正確に量り，1 mL中に「セフポドキシムプロキセチル」約11 μg(力価)を含む液となるようにクエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)を加えて正確にV' mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの保持時間約24分のピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに保持時間約30分のピーク面積A_{Tb}及びA_{Sb}を測定する．

セフポドキシムプロキセチル($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times V' / V \times 1 / C \times 45$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

C：1錠中のセフポドキシムプロキセチル($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：240 nm)

カラム：内径4.6 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：水／メタノール混液(11：9)

流量：セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約24分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

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．「セフポドキシムプロキセチル」約0.3 g(力価)に対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2) 80 mLを加え，10分間超音波処理した後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて正確に100 mLとする．この液を孔径0.45 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10 mLを正確に量り，内標準溶液6 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2) 60 mLに溶かし，内標準溶液12 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準用する．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 5$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，100 mLとする.

貯法　容器　気密容器.

シロップ用セフポドキシム　プロキセチル

Cefpodoxime Proxetil for Syrup

本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$：427.46)を含む．

製法　本品は「セフポドキシムプロキセチル」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品の「セフポドキシムプロキセチル」15 mg(力価)に対応する量をとり，pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLを加え，よく振り混ぜた後，時々振り混ぜながら5分間超音波処理する．次に酢酸エチル20 mLを加え，5分間振り混ぜた後，遠心分離する．上澄液3 mLをとり，減圧下，40℃に加温しながら酢酸エチルを留去する．残留物をアセトニトリルに溶かし，200 mLとした液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長232 ～ 236 nmに吸収の極大を認める．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，内標準溶液30 mLを正確に加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液3 mLを量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて20 mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，内標準溶液15 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準用する．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 2$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液：パラオキシ安息香酸エチル0.2 gを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，300 mLとする．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の「セフポドキシムプロキセチル」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液20 mL以上をとり，孔径0.5 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以上を除き，次のろ液5 mLを正確に量り，クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)を加えて正確に25 mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，クエン酸一水和物の移動相溶液(1→2000)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10 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液のセフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの保持時間約24分のピーク面積A_{Ta}及びA_{Sa}並びに保持時間約30分のピーク面積A_{Tb}及びA_{Sb}を測定する．

セフポドキシムプロキセチル($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times 1 / C \times 225$

M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

M_T：本品の秤取量(g)

C：1 g中のセフポドキシムプロキセチル($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)の表示量[mg(力価)]

試験条件

検出器，カラム，カラム温度及び移動相は「セフポドキシムプロキセチル」の定量法の試験条件を準用する．

流量：セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークのうち先に溶出するピークの保持時間が約24分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの分離度は4以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

定量法　本品を粉末とし，「セフポドキシムプロキセチル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，内標準溶液30 mLを正確に加え，時々振り混ぜながら10分間超音波処理した後，遠心分離する．上澄液3 mLを量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて20 mLとし，試料溶液とする．別にセフポドキシムプロキセチル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，内標準溶液15 mLを正確に加えた後，水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)を加えて100 mLとし，標準溶液とする．以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準用する．

セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 2$

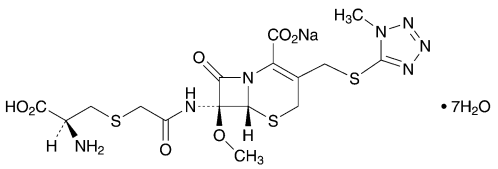
M_S：セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液：パラオキシ安息香酸エチル0.2 gを水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99：99：2)に溶かし，300 mLとする．

貯法　容器　気密容器．

セフミノクスナトリウム水和物

Cefminox Sodium Hydrate



$C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7H_2O$：667.66

Monosodium (6*R*,7*S*)-7-{2-[(2*S*)-2-amino-2-carboxyethylsulfanyl]acetylamino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate

[*75498-96-3*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり900 ～ 970 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフミノクス($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$：519.58)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である．

本品は水に溶けやすく，メタノールにやや溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフミノクスナトリウム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフミノクスナトリウム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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→30)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.2 ppm付近に多重線のシグナルAを，δ 3.5 ppm付近に単一線のシグナルBを，δ 4.0 ppm付近に単一線のシグナルCを，δ 5.1 ppm付近に単一線のシグナルDを示し，各シグナルの面積強度比A：B：C：Dはほぼ2：3：3：1である．

（4）　本品の水溶液(1→100)は，ナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋62 ～ ＋72°(50 mg，水，10 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.70 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 6.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　ヒ素〈*1.11*〉　本品2.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(1 ppm以下)．

水分〈*2.48*〉　18.0 ～ 20.0%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　次の条件に従い，抗生物質の微生物学的力価試験法〈*4.02*〉の円筒平板法により試験を行う．

(ⅰ)　試験菌　*Escherichia coli* NIHJを用いる．

(ⅱ)　培地　培地(1)の3)のⅲを用いる．ただし，滅菌後のpHは6.5 ～ 6.6とする．

(ⅲ)　標準溶液　セフミノクスナトリウム標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は5℃以下に保存し，7日以内に使用する．用時，標準原液適量を正確に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液で1 mL中に40 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．

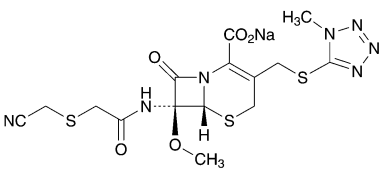
(ⅳ)　試料溶液　本品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとする．この液適量を正確に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液で1 mL中に40 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む溶液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．

(ⅴ)　操作法　培養は32 ～ 35℃で行う．

貯法　容器　密封容器．

セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium



$C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$：493.52

Monosodium (6*R*,7*R*)-7-{[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*56796-20-4*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり860 ～ 965 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である．

本品は水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(95)に溶けにくく，テトラヒドロフランに極めて溶けにくい．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

（3）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用3－トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.6 ppm付近，δ 4.1 ppm付近及びδ 5.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈*1.09*〉を呈する．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋73 ～ ＋85° (0.25 g，水，25 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.2 ～ 6.2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，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.5 mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液5 mLを正確にとり，水を加えて正確に50 mLとする．この液15 mLを正確にとり，水を加えて正確に20 mLとする．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品0.50 gを量り，水10 mLに溶かし，試料溶液とする．この液4 mL，2 mL，1 mL，0.5 mL及び0.25 mLを正確に量り，それぞれに水を加えて正確に100 mLとし，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)とする．別に1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール0.10 gを量り，水に溶かし，正確に100 mLとし，標準溶液(6)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，標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)，標準溶液(5)及び標準溶液(6) 1 μL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1－ブタノール／水／酢酸(100)混液(4：1：1)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これをヨウ素蒸気中に放置するとき，標準溶液(6)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは，標準溶液(6)のスポットより濃くなく，試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは，標準溶液(1)から得たスポットより濃くない．また，試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)，標準溶液(2)，標準溶液(3)，標準溶液(4)及び標準溶液(5)と比較して求めるとき，その合計量は8.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　1.0%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフメタゾール標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを移動相に溶かし，正確に25 mLとする．この液1 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液10 mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする．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セフメタゾールのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：214 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム5.75 gを水700 mLに溶かす．この液にメタノール280 mL，テトラヒドロフラン20 mL，40%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液3.2 mLを加え，リン酸を加えてpH 4.5に調整する．

流量：セフメタゾールの保持時間が約8分になるように

調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメタゾール，内標準物質の順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器.

注射用セフメタゾールナトリウム

Cefmetazole Sodium for Injection

本品は用時溶解して用いる注射剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の90.0 ～ 110.0%に対応するセフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$：471.53)を含む．

製法　本品は「セフメタゾールナトリウム」をとり，注射剤の製法により製する．

性状　本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である．

本品は吸湿性である．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→40000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品の「セフメタゾールナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量をとり，水10 mLに溶かした液のpHは4.2 ～ 6.2である．

純度試験

（1）　溶状　本品の「セフメタゾールナトリウム」1.0 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき，液は澄明で，液の色は次の比較液より濃くない．

比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.5 mL及び塩化鉄(Ⅲ)の色の比較原液5 mLを正確にとり，水を加えて正確に50 mLとする．この液15 mLを正確にとり，水を加えて正確に20 mLとする．

（2）　類縁物質　「セフメタゾールナトリウム」の純度試験(4)を準用する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　0.06 EU/mg(力価)未満．

製剤均一性〈*6.02*〉　質量偏差試験を行うとき，適合する．

不溶性異物〈*6.06*〉　第2法により試験を行うとき，適合する．

不溶性微粒子〈*6.07*〉　試験を行うとき，適合する．

無菌〈*4.06*〉　メンブランフィルター法により試験を行うとき，適合する．

定量法　本品10個をとり，それぞれの内容物を移動相に溶かした後，各々の液を合わせ，更に移動相を加えて正確に500 mLとする．「セフメタゾールナトリウム」約0.2 g(力価)に対応する容量を正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加え，試料溶液とする．別にセフメタゾール標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，移動相に溶かし，正確に25 mLとする．この液1 mLを正確に量り，内標準溶液10 mLを正確に加えて混和し，標準溶液とする．以下「セフメタゾールナトリウム」の定量法を準用する．

セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

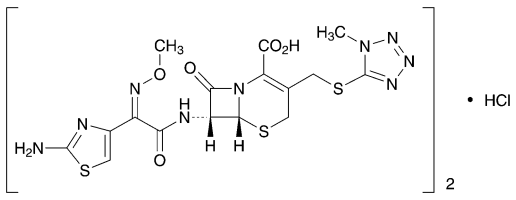
M_S：セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→10000)

貯法　容器　密封容器．本品はプラスチック製水性注射剤容器を使用することができる．

セフメノキシム塩酸塩

Cefmenoxime Hydrochloride



$(C_{16}H_{17}N_9O_5S_3)_2 \cdot HCl$：1059.58

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride

[*75738-58-8*]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり890 ～ 975 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$：511.56)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～淡橙黄色の結晶又は結晶性の粉末である．

本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールに溶けにくく，水に極めて溶けにくく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

確認試験

（1）　本品のpH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフメノキシム塩酸塩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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 3.9 ppm付近に二つの単一線のシグナルA及びBを，δ 6.8 ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ3：3：1である．

（4）　本品10 mgをとり，薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20) 1 mLを加えて溶かした後，酢酸(100) 5 mL及び硝酸銀試液2滴を加えるとき，白色の沈殿を生じる．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－27 ～ －35°(1 g，pH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm)．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品0.10 gを水150 mLに溶かした液のpHは2.8 ～ 3.3である．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを薄めた炭酸ナトリウム試液(1→4) 10 mLに溶かすとき，液は無色～淡黄色澄明である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品　1.0 gをとり，第4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)．

（3）　ヒ素〈*1.11*〉　本品1.0 gをとり，第4法により検液を調製し，試験を行う．ただし，冷後，残留物に希塩酸10 mLを加える(2 ppm以下)．

（4）　類縁物質　本品約0.1 gを精密に量り，pH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，試料溶液とする．別に1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール約10 mgを精密に量り，移動相に溶かし，正確に100 mLとする．この液4 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250 mLとし，標準溶液(1)とする．別にセフメノキシム塩酸塩標準品約0.1 gを精密に量り，pH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に250 mLとし，標準溶液(2)とする．試料溶液，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μLずつを正確にとり，調製後直ちに，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する．次式により1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及び総類縁物質の量を求めるとき，それぞれ1.0%以下及び3.0%以下である．

1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの量(%)
$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20$

総類縁物質の量(%)
$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa} \times 20 + M_{Sb} / M_T \times S_T / A_{Sb} \times 5$

M_{Sa}：1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールの秤取量(g)
M_{Sb}：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量(g)
M_T：本品の秤取量(g)
A_{Sa}：標準溶液(1)の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積
A_{Sb}：標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積
A_{Ta}：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積
S_T：試料溶液の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

試験条件
検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．
面積測定範囲：セフメノキシムの保持時間の2.5倍の範囲

システム適合性
システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する．
検出の確認：標準溶液(1) 5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとする．この液10 μLから得た1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積が，標準溶液(1)の1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の4.5 ～ 5.5%になることを確認する．次いで標準溶液(2) 2 mLを正確に量り，

移動相を加えて正確に100 mLとする．この液10 μL から得たセフメノキシムのピーク面積が，標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積の1.5 ～ 2.5%になることを確認する．

システムの再現性：標準溶液(1) 10 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，1－メチル－1*H*－テトラゾール－5－チオールのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である．

水分 〈*2.48*〉　1.5%以下(1 g，容量滴定法，直接滴定．ただし，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)．

定量法　本品及びセフメノキシム塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをpH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かした後，移動相を加えて正確に50 mLとする．この液4 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液20 mLずつを正確に加えた後，移動相を加えて50 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10 μL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セフメノキシムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$)の量[μg(力価)]
＝$M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　フタルイミドのメタノール溶液(3→2000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 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ィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(50 : 10 : 1)

流量：セフメノキシムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

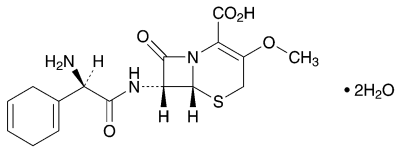
システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフメノキシム，内標準物質の順に溶出し，その分離度は2.3以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフメノキシムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　密封容器．

セフロキサジン水和物

Cefroxadine Hydrate



$C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$：401.43

(6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-dienylacetylamino]-3-methoxy-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate

[*51762-05-1*，無水物]

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり930 ～ 1020 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は微黄白色～淡黄色の結晶性の粒又は粉末である．

本品はギ酸に極めて溶けやすく，水又はメタノールに溶けにくく，エタノール(95)に極めて溶けにくい．

本品は0.001 mol/L塩酸試液又は希酢酸に溶ける．

確認試験

（1）　本品の0.001 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフロキサジ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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 2.8 ppm付近，δ 4.1 ppm付近及びδ 6.3 ppm付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ4：3：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋95 ～ ＋108° (脱水物に換算したもの0.1 g，薄めた酢酸(100) (3→25)，100 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 gを磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2 mLを加えて注意して加熱した後，500 ～ 600℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸6 mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10 mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH 3 ～ 4に調整した後，希酢酸2 mLを加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水10 mLで洗い，洗液及び水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0 mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する(20 ppm以下)．

（2）　類縁物質　本品10 mgを移動相100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 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40 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキサジンに対する相対保持時間約0.07，約0.6及び約0.8のピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の2倍，4倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の1／2より大きくなく，試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の6倍より大きくない．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ10 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム1.4 gを水／アセトニトリル混液(489：11) 1000 mLに溶かす．

流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるように調整する．

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液40 μLから得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：本品3 mg及びオルシン15 mgを移動相100 mLに溶かす．この液40 μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　8.5 ～ 12.0%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法　本品及びセフロキサジン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれを希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200 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10 μL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セフロキサジンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[μg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて100 mLとする．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ10 cmのステンレス管に5 μm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塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→50)／アセトニトリル混液(97：3)

流量：セフロキサジンの保持時間が約10分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフロキサジンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器.

シロップ用セフロキサジン

Cefroxadine for Syrup

本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である．

本品は定量するとき，表示された力価の93.0 ～ 107.0%に対応するセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$：365.40)を含む．

製法　本品は「セフロキサジン水和物」をとり，シロップ用剤の製法により製する．

確認試験　本品を必要ならば粉末とし，「セフロキサジン水和物」2 mg(力価)に対応する量をとり，0.001 mol/L塩酸試液100 mLを加えてよく振り混ぜた後，ろ過する．ろ液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により吸収スペクトルを測定するとき，波長267 ～ 271 nmに吸収の極大を示す．

水分〈*2.48*〉　4.5%以下(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

製剤均一性〈*6.02*〉　分包品は，次の方法により含量均一性試験を行うとき，適合する．

本品1包をとり，内容物の全量を取り出し，希酢酸／リン酸混液(500：1) $4V$／5 mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，「セフロキサジン水和物」50 mg(力価)当たり内標準溶液5 mLを正確に加え，1 mL中に「セフロキサジン水和物」約0.25 mg(力価)を含む液になるように希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えてV mLとする．この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200 mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて100 mLとする．

溶出性〈*6.10*〉　試験液に水900 mLを用い，パドル法により，毎分50回転で試験を行うとき，本品の15分間の溶出率は85%以上である．

本品の「セフロキサジン水和物」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り，試験を開始し，規定された時間に溶出液10 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5 mL以上を除き，次のろ液4 mLを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に20 mLとし，試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り，0.1 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水10 mLを加えた後，0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50 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〈*2.24*〉により試験を行い，波長267 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量に対する溶出率(%)
$= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$

M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]
M_T：本品の秤取量(g)
C：1 g中のセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の表示量[mg(力価)]

定量法　本品を必要ならば粉末とし，「セフロキサジン水和物」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1) 160 mLを加えて15分間よく振り混ぜた後，内標準溶液5 mLを正確に加え，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200 mLとする．この液を孔径0.45 μm以下のメンブランフィルターでろ過し，ろ液を試料溶液とする．別にセフロキサジン標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，希酢酸／リン酸混液(500：1)に溶かし，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて200 mLとし，標準溶液とする．以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する．

セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]
$= M_S \times Q_T / Q_S$

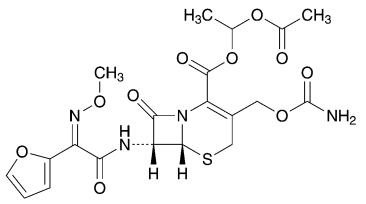
M_S：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし，希酢酸／リン酸混液(500：1)を加えて100 mLとする．

貯法　容器　気密容器．

セフロキシム　アキセチル

Cefuroxime Axetil



$C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$：510.47

(1*RS*)-1-Acetoxyethyl (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-[(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

[*64544-07-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水及び脱アセトン物1 mg当たり800 ～ 850 μg(力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$：424.39)としての量を質量(力価)で示す．

性状　本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である．

本品はジメチルスルホキシドに溶けやすく，メタノールにやや溶けやすく，エタノール(95)にやや溶けにくく，水に極めて溶けにくい．

確認試験

（1）　本品のメタノール溶液(3→200000)につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉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又はセフロキシムアキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき，両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める．

（2）　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又はセフロキシムアキセチル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）　本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→20)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ 1.5 ppm付近に二重線又は一対の二重線のシグナルAを，δ 2.1 ppm付近に一対の単一線のシグナルBを，δ 3.9 ppm付近に単一線のシグナルCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ1：1：1である．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：＋41 ～ ＋47°(0.5 g，メタノール，50 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　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)．

（2）　類縁物質　本品25 mgをメタノール4 mLに溶かし，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10 mLとし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，メタノール40 mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)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2 μLずつを正確にとり，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，それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の1.5倍より大きくない．また，試料溶液のセフロキシムアキセチル以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の4倍より大きくない．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキセチルの二つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り，メタノール4 mLを加え，更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて正確に10 mLとする．この液2 μLから得たセフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積が，標準溶液のセフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の7 ～ 13%になることを確認する．

システムの性能：標準溶液2 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフロキシムアキセチルの二つのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液2 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（3）　アセトン　本品約1 gを精密に量り，内標準溶液0.2 mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし，10 mLとし，試料溶液とする．別にアセトン約0.5 gを精密に量り，ジメチルスルホキシドを加えて正確に100 mLとする．この液0.2 mLを正確に量り，内標準溶液0.2 mLを正確に加え，更にジメチルスルホキシドを加えて10 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するアセトンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求めるとき，アセトンの量は1.3%以下である．

$$\text{アセトンの量(\%)} = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

M_S：アセトンの秤取量(g)

M_T：本品の秤取量(g)

内標準溶液　1－プロパノールのジメチルスルホキシド溶液(1→200)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm，長さ2 mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500

を1：1の割合で混合したものを125 ～ 150 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被覆したものを充填する．

カラム温度：90℃付近の一定温度

注入口温度：115℃付近の一定温度

キャリヤーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約4分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：標準溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，アセトン，内標準物質の順に流出し，その分離度は5以上である．

システムの再現性：標準溶液1 μL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アセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　2.0%以下(0.4 g，容量滴定法，直接滴定)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.2%以下(0.5 g)．

異性体比　定量法の試料溶液10 μL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，セフロキシムアキセチルの二つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積A_a及び保持時間の大きい方のピーク面積A_bを測定するとき，$A_b/(A_a+A_b)$は0.48 ～ 0.55である．

試験条件

検出器，カラム，カラム温度，移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する．

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．

定量法　本品及びセフロキシムアキセチル標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り，それぞれをメタノールに溶かし，正確に50 mLとする．この液10 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加え，更にメタノール5 mLを加えた後，リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて50 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10 μL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セフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)の量[μg(力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S：セフロキシムアキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液　アセトアニリドのメタノール溶液(27→5000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ20 cmのステンレス管に5 μmの液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化シリカゲルを充填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)／メタノール混液(5：3)

流量：セフロキシムアキセチルの二つのピークのうち，先に溶出するピークの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：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，セフロキシムアキセチルの順に溶出し，セフロキシムアキセチルの二つのピークの分離度は1.5以上である．

システムの再現性：標準溶液10 μL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セフロキシムアキセチルの二つのピークの合計面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

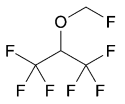
貯法

保存条件　遮光して保存する．

容器　気密容器．

セボフルラン

Sevoflurane



$C_4H_3F_7O$：200.05

1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-(fluoromethoxy)propane

[*28523-86-6*]

本品は定量するとき，換算した脱水物に対し，セボフルラン($C_4H_3F_7O$) 99.0 ～ 101.0%を含む.

性状　本品は無色澄明の流動しやすい液である.

本品はエタノール(99.5)と混和する.

本品は水に極めて溶けにくい.

本品は揮発性で，引火性はない.

屈折率　n_D^{20}：1.2745 ～ 1.2760

沸点：約58.6℃

確認試験　本品約1 μLを10 cmの長さの光路を持つ気体セルにとり，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉の気体試料測定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セボフルラ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.

比重〈*2.56*〉　d_{20}^{20}：1.510 ～ 1.530

純度試験

（1）　酸又はアルカリ　本品50 mLに新たに煮沸し冷却した水50 mLを加え，3分間激しく振り混ぜた後，水層を分取し，試料溶液とする．試料溶液20 mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01 mol/L水酸化ナトリウム液0.10 mLを加えるとき，液の色は赤紫色である．また，試料溶液20 mLにブロモクレゾールパープル試液1滴及び0.01 mol/L塩酸0.6 mLを加えるとき，液の色は黄色である.

（2）　可溶性フッ化物　本品6 gをとり，薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20) 12 mLを加え，10分間振り混ぜた後，薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層4.0 mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1) 30 mLを加え，水を加えて50 mLとした後60分間放置し，試料溶液とする．別にフッ素標準溶液0.2 mL及び薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20) 4.0 mLをとり，ネスラー管に入れ，アリザリンコンプレキソン試液／pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液／硝酸セリウム(Ⅲ)試液混液(1：1：1) 30 mLを加え，以下試料溶液と同様に操作し，標準溶液とする．これらの液につき，薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20) 4.0 mLを用いて同様に操作して得た液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長600 nmにおける試料溶液の吸光度は，標準溶液の吸光度より大きくない(1 ppm以下).

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム2.21 gを正確に量り，水に溶かして正確に1000 mLとする．この液10 mLを正確に量り，水を加えて正確に1000 mLとする．この液1 mLはフッ素(F) 0.01 mgを含む.

（3）　類縁物質　本品2 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行う．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，セボフルランに対する相対保持時間約0.84のヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテルの量は0.005%以下であり，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ0.0025%以下である．また，セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの合計量は0.005%以下である.

試験条件

検出器，カラム，注入口温度，検出器温度，キャリヤーガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する.

カラム温度：40℃付近の一定温度で注入し，10分間保った後，200℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温し，200℃付近の一定温度に保つ.

流量：セボフルランの保持時間が約7分になるように調整する.

面積測定範囲：セボフルランの保持時間の約6倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品20 μLを量り，*o*－キシレンを加えて20 mLとする．この液1 mLに*o*－キシレンを加えて20 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，*o*－キシレンを加えて正確に10 mLとする．この液2 μLから得たセボフルランのピーク面積が，システム適合性試験用溶液のセボフルランのピーク面積の7 ～ 13%になることを確認する.

システムの性能：システム適合性試験用溶液2 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルランのピークの理論段数及びシンメトリー係数は，それぞれ6000段以上，1.5以下である.

システムの再現性：システム適合性試験用溶液2 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セボフルランのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である.

（4）　蒸発残留物　本品10 mLを正確に量り，水浴上で蒸発した後，残留物を105℃で2時間乾燥するとき，その量は1.0 mg以下である.

水分〈*2.48*〉　0.2 w/v%以下(5 mL，容量滴定法，直接滴定).

定量法　本品及びセボフルラン標準品(別途本品と同様の方法で水分〈*2.48*〉を測定しておく) 5 mLずつを正確に量り，それぞれに内標準物質としてジメトキシメタン5 mLずつを正確に加え，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 μLにつき，次の条件でガスクロマトグラフィー〈*2.02*〉により試験を行い，内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める.

セボフルラン($C_4H_3F_7O$)の量(mg)

$= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.521$

V_S：脱水物に換算した標準品の秤取量(mL)

1.521：セボフルランの比重(d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径0.32 mm，長さ30 mのフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーンを厚さ1.8 μmで被覆する．

カラム温度：40℃

注入口温度：200℃付近の一定温度

検出器温度：225℃付近の一定温度

キャリヤーガス：ヘリウム

流量：セボフルランの保持時間が約3分になるように調整する．

スプリット比：1：20

システム適合性

システムの性能：標準溶液1 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セボフルラン，内標準物質の順に流出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液1 μL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セボフルランのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．

貯法　容器　気密容器．

セラセフェート

Cellacefate

酢酸フタル酸セルロース

[*9004-38-0*]

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分は「◆　◆」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本品は無水フタル酸と部分アセチル化セルロースとの反応生成物である．

本品は定量するとき，換算した遊離酸を含まない脱水物に対し，アセチル基(－$COCH_3$：43.04) 21.5 ～ 26.0%及びカルボキシベンゾイル基(－COC_6H_4COOH：149.12) 30.0 ～ 36.0%を含む．

◆性状　本品は白色の粉末又は粒である．

本品はアセトンに溶けやすく，水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない．◆

確認試験　本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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又は確認試験用セラセフェート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．

粘度〈*2.53*〉　本品の換算した脱水物15 gに対応する量を正確に量り，アセトンと水の質量比で249：1の混液85 gに溶かし，試料溶液とする．試料溶液につき，25±0.2℃で第1法により試験を行い，動粘度の値 ν を求める．別に比重及び密度測定法〈*2.56*〉により試料溶液の密度 ρ を求め，式 $\eta = \nu\ \rho$ により試料溶液の粘度 η を計算するとき，45 ～ 90 mPa･s である．

純度試験

◆(1)　重金属〈*1.07*〉　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)．◆

(2)　遊離酸　本品約3 gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，薄めたメタノール(1→2) 100 mLを加え，密栓して2時間振り混ぜた後，ろ過する．共栓三角フラスコ及び残留物を薄めたメタノール(1→2) 10 mLずつで2回洗い，洗液及びろ液を合わせ，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2 ～ 3滴)．薄めたメタノール(1→2) 120 mLを用いて空試験を行い，補正する．

遊離酸の量(%)＝$0.8306A/M$

A：0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

遊離酸の量はフタル酸($C_8H_6O_4$：166.13)として3.0%以下である．

水分〈*2.48*〉　5.0%以下(0.5 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エタノール(99.5)／ジクロロメタン混液(3：2)を用いる)．

強熱残分〈*2.44*〉　0.1%以下(1 g)．

定量法

(1)　カルボキシベンゾイル基　本品約1 gを精密に量り，エタノール(95)／アセトン混液(3：2) 50 mLを加えて溶かし，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈*2.50*〉する(指示薬：フェノールフタレイン試液2 ～ 3滴)．同様の方法で空試験を行い，補正する．

カルボキシベンゾイル基($C_8H_5O_3$)の含量(%)

$$= \frac{\dfrac{1.491 \times A}{M} - (1.795 \times B)}{100 - B} \times 100$$

A：0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

(2)　アセチル基　本品約0.1 gを精密に量り，共栓三角フラスコに入れ，0.1 mol/L水酸化ナトリウム液25 mLを正確に加え，これに還流冷却器を付け，30分間煮沸する．冷後，フェノールフタレイン試液2 ～ 3滴を加え，0.1 mol/L塩酸で過量の水酸化ナトリウムを滴定〈*2.50*〉する．同様の方法で空試験を行う．

遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

＝$0.4305A/M$

A：空試験で補正後の消費された0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の量(mL)

M：脱水物に換算した本品の秤取量(g)

アセチル基(C_2H_3O)の含量(%)

＝$100 \times (P - 0.5182B)/(100 - B) - 0.5772C$

B：遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

C：カルボキシベンゾイル基の含量(%)

P：遊離酸及び結合酸のアセチル基(C_2H_3O)としての含量(%)

◆貯法　容器　気密容器．◆

ゼラチン

Gelatin

本医薬品各条は，三薬局方での調和合意に基づき規定した医薬品各条である．

なお，三薬局方で調和されていない部分のうち，調和合意において，調和の対象とされた項中非調和となっている項の該当箇所は「◆　◆」で，調和の対象とされた項以外に日本薬局方が独自に規定することとした項は「◇　◇」で囲むことにより示す．

三薬局方の調和合意に関する情報については，独立行政法人医薬品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している．

本品は動物由来のコラーゲンを酸又はアルカリで部分的に加水分解，又は酵素分解，又は加熱分解して得たタンパク質を精製したものである．加水分解条件により，ゲル化グレード又は非ゲル化グレードが得られる．

ゲル化グレードはそのゼリー強度(ブルーム値)を表示し，非ゲル化グレードは非ゲル化グレードと表示する．

◆性状　本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末である．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

ゲル化グレードは水に溶けないが，水を加えるとき，徐々に膨潤，軟化し，5 ～ 10倍量の水を吸収する．

酸処理して得たゲル化グレードの等電点はpH 7.0 ～ 9.0，また，アルカリ処理して得たゲル化グレードの等電点はpH 4.5 ～ 5.0である．

非ゲル化グレードは水に溶けやすい．◆

確認試験

（1）　本品1.00 gを，新たに煮沸して約55℃とした水に溶かし，100 mLとし，試料溶液とする．試料溶液を約55℃に保ち，その2 mLに硫酸銅(Ⅱ)試液0.05 mLを加え，振り混ぜた後，2 mol/L水酸化ナトリウム試液0.5 mLを加えるとき，液は紫色を呈する．

（2）　本品0.5 gを内径約15 mmの試験管にとり，水10 mLを加え，10分間放置する．60℃で15分間加温した後，試験管を直立させて2 ～ 8℃で6時間静置する．試験管を転倒するとき，ゲル化グレードは内容物が直ちに流出しない．非ゲル化グレードは直ちに流出する．

（3）　非ゲル化グレードに適用する．本品0.5 gを250 mLのフラスコにとり，水10 mLと硫酸5 mLを加える．完全には密閉しないように時計皿などで蓋をし，105℃で4時間加熱する．これを冷却し，水200 mLを加えた後，水酸化ナトリウム溶液(1→5)を加えてpH 6.0 ～ 8.0に調整する．この液2 mLを試験管にとり，酸化剤2 mLを加え，振り混ぜた後，20分間静置する．呈色液2 mLを加え，振り混ぜた後，60℃の水浴中で約15分間加温するとき，赤色～紫色を呈する．

酸化剤：トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物1.4 gをリン酸水素二ナトリウム十二水和物5.53 g及びクエン酸一水和物0.48 gを水に溶かして100 mLとした液に溶かす．用時製する．

呈色液：4－ジメチルアミノベンズアルデヒド1.0 gを過塩素酸溶液(1→2) 3.5 mLに溶かし，2－プロパノール6.5 mLをゆっくりと加える．用時製する．

ゼリー強度(ブルーム値)　ゲル化グレードに適用する．本品の6.67%溶液から調製されたゼリーの表面を，10℃において，径12.7 mmのプランジャーで4 mm押し下げるのに必要な荷重(g)を求める．

（ⅰ）　装置及び器具　装置はテクスチャーアナライザ又はレオメーターなどの物性測定器を用い，直径12.7±0.1 mm，底面は平らで，その周縁が直角に切り立った円筒形ピストンを用いる．容器は内径59±1 mm，高さ85 mmのもの(ゼリーカップ)を用いる．

（ⅱ）　操作法　本品7.5 gをゼリーカップにとり，水105 mLを加え，蓋をし，1 ～ 4時間放置した後，65±2℃の水浴中で加温しながらガラス棒で15分間穏やかにかき混ぜる．カップの上部の内壁に凝縮した水は溶液に合わせ，均一な溶液とし，室温で15分間放冷する．次にカップを10.0±0.1℃の恒温槽中の完全に水平に調節された台の上に置き，蓋をし，17±1時間静置する．カップを恒温槽から取り出し，直ちにカップの外側に付着した水を拭き取り，物性測定器のテーブルの上に置く．プランジャーの先端ができるだけゼリー表面の中央部で接触するようにカップの位置を調整した後，進入距離4 mm，進入速度毎秒0.5 mmで試験を行うとき，ゼリー強度は表示された値の80 ～ 120%である．

ｐＨ〈2.54〉　確認試験(1)の試料溶液のpHは55℃で測定するとき3.8 ～ 7.6である．

純度試験

◇（1）　重金属　〈1.07〉　本品0.5 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2.5 mLを加える(50 ppm以下)．◇

（2）　鉄　本品5.00 gを共栓フラスコにとり，塩酸10 mLを加え，密栓し，75 ～ 80℃の水浴中で2時間加熱する．必要ならば，溶解を適切に行うために，塩酸を加えた後，放置して本品を膨潤させる，加熱時間を長くする，又は加熱温度を高くすることができる．冷後，水を加えてフラスコの内容物を100.0 gとし，試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用鉄標準液(2) 10 mL，20 mL及び30 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉の標準添加法により試験を行い，鉄の含量を求めるとき，30 ppm以下である．

使用ガス：

可燃性ガス　アセチレン

支燃性ガス　空気

ランプ：鉄中空陰極ランプ

波長：248.3 nm

（3）　クロム　(2)の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用クロム標準液0.25 mL，0.50 mL及び0.75 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加

する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉の標準添加法により試験を行い，クロムの含量を求めるとき，10 ppm以下である．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：クロム中空陰極ランプ
波長：357.9 nm

（4）　亜鉛　(2)の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用亜鉛標準液7.5 mL，15 mL及び22.5 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉の標準添加法により試験を行い，亜鉛の含量を求めるとき，30 ppm以下である．

使用ガス：
可燃性ガス　アセチレン
支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

◇（5）　ヒ素〈1.11〉　本品15.0 gをフラスコにとり，薄めた塩酸(1→5) 60 mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15 mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5 gを加えて放冷し，マグネシア試液30 mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4) 10 mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし，正確に50 mLとする．この液5 mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液15 mLを用い，同様に操作する(1 ppm以下)．◇

（6）　過酸化物

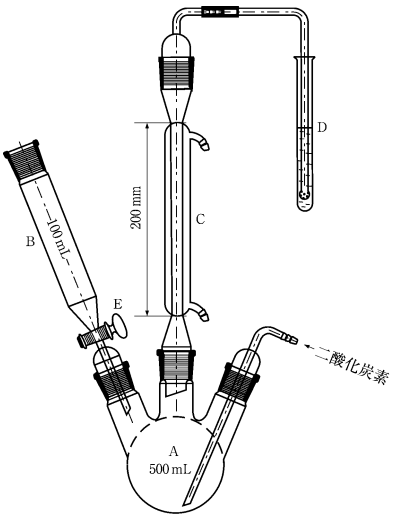
(i)　酵素反応　ペルオキシダーゼは過酸化物に作用し，その酸素原子を還元型の有機酸化還元指示薬へ移動させ，指示薬を青色の酸化型に変化させる．生成した色の濃さは過酸化物の量に比例する．この反応を利用した過酸化水素濃度試験紙では，得られる呈色を用意された標準比色表の色と比較することにより，試料溶液の過酸化物の濃度が求められる．

(ii)　操作法　本品20.0±0.1 gをビーカーにとり，水80.0±0.2 mLを加え，かき混ぜて試料全体を湿らせた後，室温で1～3時間放置する．次にビーカーを時計皿で蓋をし，65±2℃の水浴中で20±5分間加温して試料を溶かした後，ガラス棒でかき混ぜ，均一な溶液とし，試料溶液とする．過酸化水素濃度試験紙を試料溶液に1秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色と比較する．色が最も一致する標準比色表の色に対応する過酸化物の濃度を読み取り，それを5倍する(10 ppm以下)．

(iii)　鋭敏度　過酸化水素標準液10 mLを正確に量り，水を加えて正確に300 mLとする．この液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に1000 mLとする(2 ppm)．この液に過酸化水素濃度試験紙を1秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色と比較するとき，過酸化物の濃度が2 ppmの標準比色表の色と等しい．

（7）　二酸化硫黄

(i)　装置　図に示すものを用いる．



A：三口丸底フラスコ(500 mL)
B：円筒形滴下漏斗(100 mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

(ii)　操作法　水150 mLを三口丸底フラスコにとり，二酸化炭素を毎分100 mLの流速で装置に流す．過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10 mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，円筒形滴下漏斗を三口丸底フラスコから取り外し，本品25.0 gを水100 mLを用いて三口丸底フラスコに移す．2 mol/L塩酸試液80 mLを円筒形滴下漏斗に加えた後，コックを開けて三口丸底フラスコに流し込み，◇二酸化硫黄が円筒形滴下漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉め，◇混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を200 mLの広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1 mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化硫黄の量を求めるとき，50 ppm以下である．

$$\text{二酸化硫黄の量(ppm)} = V / M \times 1000 \times 3.203$$

M：本品の秤取量(g)
V：0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

導電率〈2.51〉　確認試験(1)の試料溶液につき，30±1.0℃で試験を行うとき，1 mS·cm^{-1}以下である．ただし，温度補正は行わない．

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(5 g，105℃，16時間)．

微生物限度〈*4.05*〉　本品1 g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3 CFU，総真菌数の許容基準は10^2 CFUである．また，大腸菌及びサルモネラを認めない．

貯法

保存条件　熱及び湿気を避けて保存する．

◇容器　気密容器．◇

精製ゼラチン

Purified Gelatin

本品は動物由来のコラーゲンを酸又はアルカリで部分的に加水分解，又は酵素分解，又は加熱分解して得たタンパク質を精製したものである．加水分解条件により，ゲル化グレード又は非ゲル化グレードが得られる．

ゲル化グレードはそのゼリー強度(ブルーム値)を表示し，非ゲル化グレードは非ゲル化グレードと表示する．

性状　本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板，細片，粒又は粉末である．

本品は熱湯に溶けやすく，エタノール(95)にほとんど溶けない．

ゲル化グレードは水に溶けないが，水を加えるとき，徐々に膨潤，軟化し，5 ～ 10倍量の水を吸収する．非ゲル化グレードは水に溶けやすい．

確認試験

（1）　本品の水溶液(1→100) 5 mLに2,4,6－トリニトロフェノール試液を滴加するとき，沈殿を生じる．

（2）　本品の水溶液(1→5000) 5 mLにタンニン酸試液を滴加するとき，液は混濁する．

（3）　本品0.5 gを内径約15 mmの試験管にとり，水10 mLを加え，10分間放置する．60℃で15分間加温した後，試験管を直立させて2 ～ 8℃で6時間静置する．試験管を転倒するとき，ゲル化グレードは内容物が直ちに流出しない．非ゲル化グレードは直ちに流出する．

ゼリー強度(ブルーム値)　ゲル化グレードのものに適用する．本品の6.67%溶液から調製されたゼリーの表面を，10℃において，径12.7 mmのプランジャーで4 mm押し下げるのに必要な荷重(g)を求める．

(i)　装置及び器具　装置はテクスチャーアナライザ又はレオメーターなどの物性測定器を用い，直径12.7±0.1 mm，底面は平らで，その周縁が直角に切り立った円筒形ピストンを用いる．容器は内径59±1 mm，高さ85 mmのもの(ゼリーカップ)を用いる．

(ii)　操作法　本品7.5 gをゼリーカップにとり，水105 mLを加え，蓋をし，1 ～ 4時間放置した後，65±2℃の水浴中で加温しながらガラス棒で15分間穏やかにかき混ぜる．カップの上部の内壁に凝縮した水は溶液に合わせ，均一な溶液とし，室温で15分間放冷する．次にカップを10.0±0.1℃の恒温槽中の完全に水平に調節された台の上に置き，蓋をし，17±1時間静置する．カップを恒温槽から取り出し，直ちにカップの外側に付着した水を拭き取り，物性測定器のテーブルの上に置く．プランジャーの先端ができるだけゼリー表面の中央部で接触するようにカップの位置を調整した後，進入距離4 mm，進入速度毎秒0.5 mmで試験を行うとき，ゼリー強度は表示された値の80 ～ 120%である．

ｐＨ〈*2.54*〉　本品1.00 gを，新たに煮沸して約55℃とした水に溶かし，100 mLとした液のpHは55℃で測定するとき3.8 ～ 9.0である．

純度試験

（1）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（2）　鉄　本品5.00 gを共栓フラスコにとり，塩酸10 mLを加え，密栓し，75 ～ 80℃の水浴中に浸し，2時間加熱する．必要ならば，溶解を適切に行うために，塩酸を加えた後，放置して本品を膨潤させる，加熱時間を長くする，又は加熱温度を高くすることができる．冷後，水を加えてフラスコの内容物を100.0 gとし，試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用鉄標準液(2) 10 mL，20 mL及び30 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行い，鉄の含量を求めるとき，30 ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：鉄中空陰極ランプ
波長：248.3 nm

（3）　クロム　(2)の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用クロム標準液0.25 mL，0.50 mL及び0.75 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行い，クロムの含量を求めるとき，10 ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：クロム中空陰極ランプ
波長：357.9 nm

（4）　亜鉛　(2)の試料溶液を試料溶液とする．別に本品5.00 gずつを3個の共栓フラスコにとり，試料溶液と同様に操作し，原子吸光光度用亜鉛標準液7.5 mL，15 mL及び22.5 mLをそれぞれ正確に加え，水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ100.0 gとし，標準溶液とする．なお，添加する標準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整することができる．試料溶液及び標準溶液につき，次の条件で原子吸光光度法〈*2.23*〉の標準添加法により試験を行い，亜鉛の含量を求めるとき，30 ppm以下である．

使用ガス：
　可燃性ガス　アセチレン
　支燃性ガス　空気
ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
波長：213.9 nm

（5）　ヒ素〈*1.11*〉　本品15.0 gをフラスコにとり，薄めた塩酸(1→5) 60 mLを加え，加熱して溶かし，臭素試液15 mLを加えて加熱し，過量の臭素を除き，アンモニア試液を加えて中性とし，リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.5 gを加え

て放冷し，マグネシア試液30 mLを加えて1時間放置する．沈殿をろ取し，薄めたアンモニア試液(1→4) 10 mLずつで5回洗い，薄めた塩酸(1→4)に溶かし正確に50 mLとする．この液5 mLにつき，試験を行うとき，次の標準色より濃くない．

標準色：本品の代わりにヒ素標準液12 mLを用い，以下検液と同様に操作する(0.8 ppm以下).

（6） 過酸化物

(i) 酵素反応　ペルオキシダーゼは過酸化物に作用し，その酸素原子を還元型の有機酸化還元指示薬へ移動させ，指示薬を青色の酸化型に変化させる．生成した色の濃さは過酸化物の量に比例する．この反応を利用した過酸化水素濃度試験紙では，得られる呈色を用意された標準比色表の色と比較することにより，試料溶液の過酸化物の濃度が求められる．

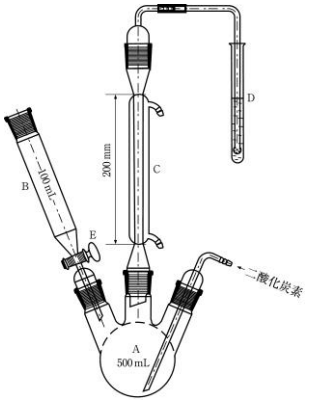
(ii) 操作法　本品20.0±0.1 gをビーカーにとり，水80.0±0.2 mLを加え，かき混ぜて試料全体を湿らせた後，室温で1～3時間放置する．次にビーカーを時計皿で蓋をし，65±2℃の水浴中で20±5分間加温して試料を溶かした後，ガラス棒でかき混ぜ，均一な溶液とし，試料溶液とする．過酸化水素濃度試験紙を試料溶液に1秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色と比較する．色が最も一致する標準比色表の色に対応する過酸化物の濃度を読み取り，それを5倍する(10 ppm以下).

(iii) 鋭敏度　過酸化水素標準液10 mLを正確に量り，水を加えて正確に300 mLとする．この液2 mLを正確に量り，水を加えて正確に1000 mLとする(2 ppm)．この液に過酸化水素濃度試験紙を1秒間浸し，試験紙の反応ゾーンを適切に湿らせる．試験紙を取り出し，振り動かして余分の液を振り落とし，15秒後に試験紙の反応ゾーンの呈色を標準比色表の色を比較するとき，過酸化物の濃度が2 ppmの標準比色表の色と等しい．

（7） 二酸化硫黄

(i) 装置　図に示すものを用いる．

(ii) 操作法　水150 mLを三口丸底フラスコにとり，二酸化炭素を毎分100 mLの流速で装置に流す．過酸化水素・水酸化ナトリウム試液10 mLを受け側の試験管に加える．15分後，二酸化炭素の流れを中断することなく，円筒形滴下漏斗を三口丸底フラスコから取り外し，本品25.0 gを水100 mLを用いて三口丸底フラスコに移す．2 mol/L塩酸試液80 mLを円筒形滴下漏斗に加えた後，コックを開けて三口丸底フラスコに流し込み，二酸化硫黄が円筒形滴下漏斗に逃げないように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉め，混合液を1時間加熱する．受け側の試験管を取り外し，その内容物を200 mLの広口三角フラスコに移す．受け側の試験管を少量の水で洗い，洗液は三角フラスコに加える．水浴中で15分間加熱した後，冷却する．ブロモフェノールブルー試液0.1 mLを加え，黄色から紫青色への色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定〈2.50〉する．同様の方法で空試験を行い，補正する．次式により二酸化硫黄の量を求めるとき，20 ppm以下である．



A：三口丸底フラスコ(500 mL)
B：円筒形滴下漏斗(100 mL)
C：冷却器
D：試験管
E：コック

$$二酸化硫黄の量(ppm) = V / M \times 1000 \times 3.203$$

M：本品の秤取量(g)
V：0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

導電率〈2.51〉　本品1.00 gを，新たに煮沸して約55℃とした水に溶かし，100 mLとした液につき，30±1.0℃で試験を行うとき，1 $mS \cdot cm^{-1}$以下である．ただし，温度補正は行わない．

乾燥減量〈2.41〉　15.0%以下(5 g，105℃，16時間).

微生物限度〈4.05〉　本品1 g当たり，総好気性微生物数の許容基準は10^3 CFU，総真菌数の許容基準は10^2 CFUである．また，大腸菌及びサルモネラを認めない．

貯法

保存条件　熱及び湿気を避けて保存する．

容器　気密容器.

精製セラック

Purified Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である．

性状　本品は淡黄褐色～褐色のりん片状細片で，堅くてもろく，艶があり，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく，水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価〈*1.13*〉　60 ～ 80　本品約1 gを精密に量り，中和エタノール40 mLを加え，加温して溶かし，冷後，0.1 mol/L水酸化カリウム液で滴定〈*2.50*〉する(電位差滴定法)．

純度試験

（1） 重金属〈*1.07*〉　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)．

（2） ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加えた後，過酸化水素(30) 1.5 mLを加え，点火して燃焼させる(5 ppm以下)．

（3） エタノール不溶物　本品約5 gを精密に量り，エタノール(95) 50 mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（4） ロジン　本品2.0 gにエタノール(99.5) 10 mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながらヘキサン50 mLを徐々に加える．この液を分液漏斗に入れ，水50 mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物に無水酢酸5 mLを加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かす．この液をネスラー管に入れ，硫酸1滴を加えるとき，液の色は赤紫色から紫色を経て帯赤黄色への変化を呈しない．

（5） ワックス　本品10.0 gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200) 150 mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20 mg以下である．

乾燥減量　2.0%以下．　本品の中末約1 gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下(1 g)．

貯法　容器　密閉容器．

白色セラック

White Shellac

本品はラックカイガラムシ*Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である．

性状　本品は黄白色～淡黄色の粒で，堅くてもろく，においはないか，又は僅かに特異なにおいがある．

本品はエタノール(95)にやや溶けにくく，水にほとんど溶けない．

本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける．

酸価〈*1.13*〉　65 ～ 90　ただし，本品約0.5 gを精密に量り，中和エタノール50 mLを加え，加温して溶かし，冷後，「精製セラック」の酸価を準用する．

純度試験

（1）　塩化物〈*1.03*〉　本品0.40 gにエタノール(95) 5 mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40 mLを加え，冷後，希硝酸12 mL及び水を加えて100 mLとし，ろ過する．ろ液50 mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.01 mol/L塩酸0.80 mLにエタノール(95) 2.5 mL，希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.140%以下).

（2）　硫酸塩〈*1.14*〉　本品0.40 gにエタノール(95) 5 mLを加え，振り混ぜながら加温して溶かし，水40 mLを加え，冷後，希塩酸2 mL及び水を加えて100 mLとし，ろ過する．ろ液50 mLを検液とし，試験を行う．比較液は0.005 mol/L硫酸0.45 mLにエタノール(95) 2.5 mL，希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする(0.110%以下).

（3）　重金属〈*1.07*〉　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).

（4）　ヒ素〈*1.11*〉　本品0.40 gをとり，第3法により検液を調製し，試験を行う．ただし，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加えた後，過酸化水素(30) 1.5 mLを加え，点火して燃焼させる(5 ppm以下).

（5）　エタノール不溶物　本品約5 gを精密に量り，エタノール(95) 50 mLを加え，水浴上で振り混ぜながら溶かす．あらかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソックスレー抽出器に入れ，これに先のエタノール溶液を流し込み，エタノール(95)で3時間抽出し，円筒ろ紙を105℃で3時間乾燥するとき，残留物の量は2.0%以下である．ただし，円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる．

（6）　ロジン　本品2.0 gにエタノール(99.5) 10 mLを加え，よく振り混ぜて溶かし，振り混ぜながらヘキサン50 mLを徐々に加える．この液を分液漏斗に入れ，水50 mLずつで2回洗い，上層液をとり，ろ過し，ろ液を水浴上で蒸発乾固する．残留物に無水酢酸5 mLを加え，必要ならば水浴上で加熱して溶かす．この液をネスラー管に入れ，硫酸1滴を加えるとき，液の色は赤紫色から紫色を経て帯赤黄色への変化を呈しない．

（7）　ワックス　本品10.0 gに炭酸ナトリウム十水和物溶液(9→200) 150 mLを加え，水浴上で振り混ぜて溶かし，更に2時間加熱する．冷後，浮遊するワックスをろ取し，ワックス及びろ紙を水で洗った後，ビーカーに入れ，ほとんど水分がなくなるまで65℃で乾燥し，ワックスをろ紙と共にソックスレー抽出器内の円筒ろ紙に入れる．ビーカーにはクロロホルム適量を注ぎ，加温してワックスを溶かし，前の円筒ろ紙に入れ，クロロホルムで2時間抽出する．クロロホルム液を蒸発乾固し，残留物を105℃で3時間乾燥するとき，その量は20 mg以下である．

乾燥減量　6.0%以下．本品の中末約1 gを精密に量り，初め40℃で4時間，次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で15時間乾燥する．

灰分〈*5.01*〉　1.0%以下(1 g).

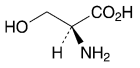
貯法

保存条件　冷所に保存する．

容器　密閉容器.

Lーセリン

L-Serine



$C_3H_7NO_3$：105.09

(2*S*)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid

[*56-45-1*]

本品を乾燥したものは定量するとき，Lーセリン($C_3H_7NO_3$) 98.5 ～ 101.0%を含む.

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で，味は僅かに甘い.

本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほとんど溶けない.

本品は2 mol/L塩酸試液に溶ける.

確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法〈*2.25*〉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〈*2.49*〉 $[\alpha]_D^{20}$：＋14.0 ～ ＋16.0° (乾燥後，2.5 g，2 mol/L塩酸試液，25 mL，100 mm).

ｐＨ〈*2.54*〉 本品1.0 gを水10 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10 mLに溶かすとき，液は無色澄明である.

（2） 塩化物〈*1.03*〉 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〈*1.14*〉 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〈*1.02*〉 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〈*1.07*〉 本品2.0 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(10 ppm以下).

（6） 鉄〈*1.10*〉 本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製し，A法により試験を行う．比較液には鉄標準液1.0 mLを加える(10 ppm以下).

（7） 類縁物質 本品0.10 gを水10 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10 mL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5 μL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1ーブタノール／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℃で30分間乾燥する．これにニンヒドリンのメタノール／酢酸(100)混液(97：3)溶液(1→100)を均等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，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.

乾燥減量〈*2.41*〉 0.3%以下(1 g，105℃，3時間).

強熱残分〈*2.44*〉 0.1%以下(1 g).

定量法 本品を乾燥し，その約0.11 gを精密に量り，ギ酸3 mLに溶かし，酢酸(100) 50 mLを加え，0.1 mol/L過塩素酸で滴定〈*2.50*〉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＝10.51 mg $C_3H_7NO_3$

貯法 容器 気密容器.

セルモロイキン(遺伝子組換え)

Celmoleukin (Genetical Recombination)

APTSSSTKKT QLQLEHLLLD LQMILNGINN YKNPKLTRML TFKFYMPKKA

TELKHLQCLE EELKPLEEVL NLAQSKNFHL RPRDLISNIN VIVLELKGSE

TTFMCEYADE TATIVEFLNR WITFCQSIIS TLT

$C_{693}H_{1118}N_{178}O_{203}S_7$：15415.82

[*94218-72-1*]

本品の本質は，遺伝子組換えヒトインターロイキン－2であり，133個のアミノ酸残基からなるタンパク質である．本品は，水溶液である．

本品は定量するとき，1 mL当たり0.5 ～ 1.5 mgのタンパク質を含み，タンパク質1 mg当たり8.0×10^6単位以上を含む．

性状　本品は無色澄明の液である．

確認試験

（1）　本品100 μLにタンパク質消化酵素試液100 μLを加えて振り混ぜ，37℃で18 ～ 24時間放置した後，2－メルカプトエタノール2 μLを加える．さらに，37℃で30分間放置した後，トリフルオロ酢酸溶液(1→10) 5 μLを加え，試料溶液とする．別に液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し，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ィー〈*2.01*〉により試験を行い，両者のクロマトグラムを比較するとき，同一の保持時間のところに同様のピークを認める．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)

カラム：内径4 mm，長さ30 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(17：3)溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 5	100	0
5 ～ 45	100 → 60	0 → 40
45 ～ 75	60 → 0	40 → 100
75 ～ 85	0	100

流量：セルモロイキンの保持時間が約70分になるように調整する．

システム適合性

システムの性能：液体クロマトグラフィー用セルモロイキン100 μLに2－メルカプトエタノール2 μLを加え，37℃に2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は1.5以上である．

（2）　本品適量を精密に量り，1 mL中に800単位を含むようにセルモロイキン用培養液を加え，試料溶液とする．組織培養用平底マイクロテストプレートの2穴(A及びB)に試料溶液25 μLずつを入れ，穴(A)にはセルモロイキン用参照抗インターロイキン－2抗血清試液25 μLを，穴(B)にはセルモロイキン用培養液25 μLを加える．さらに，別の穴(C)にセルモロイキン用培養液50 μLを入れる．平底マイクロテストプレートを振り混ぜた後，5%二酸化炭素を含む空気中37℃で30分～2時間保温する．次に，各穴にインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を含むセルモロイキン用培養液50 μLずつを加え，37℃で16 ～ 24時間培養する．3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液を加えて37℃で4 ～ 6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液を加えて24 ～ 48時間放置した後，各穴の液につき，分光光度計により590 nmにおける吸光度を測定するとき，Aの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差はBの穴の液から得られた吸光度とCの穴の液から得られた吸光度の差の3%以下である．

構成アミノ酸　タンパク質のアミノ酸分析法〈*2.04*〉「1.タンパク質及びペプチドの加水分解」の方法1及び方法4により加水分解し，「2.アミノ酸分析方法」の方法1により試験を行うとき，グルタミン酸(又はグルタミン)は17又は18，トレオニンは11 ～ 13，アスパラギン酸(又はアスパラギン)は11又は12，リシンは11，イソロイシンは7又は8，セリンは6 ～ 9，フェニルアラニンは6，アラニンは5，プロリンは5又は6，アルギニン及びメチオニンはそれぞれ4，システイン及びバリンはそれぞれ3又は4，チロシン及びヒスチジンはそれぞれ3，グリシンは2及びトリプトファンは1である．

操作法

（ⅰ）　加水分解　定量法(1)で得た結果に従い，総タンパク質として約50 μgに対応する量をそれぞれ2本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固する．一方に薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1) 100 μLを加えて振り混ぜる．この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1) 200 μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧し，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L塩酸試液0.5 mLに溶かし，試料溶液(1)とする．もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸100 μLを加え，1.5時間氷冷下で酸化した後，臭化水素酸50 μLを加え，減圧乾固する．水200 μLを加えて減圧乾固する操作を2回繰り返した後，この加水分解管をバイアルに入れ，バイアル内を薄めた塩酸(59→125) 200 μLを加えて湿らせる．バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧し，約115℃で24時間加熱する．減圧乾燥した後，0.02 mol/L塩酸試液0.5 mLに溶かし，試料溶液(2)とする．別にL－アスパラギン酸60 mg，L－グルタミン酸100 mg，L－アラニン17 mg，L－メチオニン23 mg，L－チロシン21 mg，L－ヒスチジン塩酸塩一水和物24 mg，L－トレオニン58 mg，L－プロリン22 mg，L－システチン14 mg，L－イソロイシン45 mg，L－フェニルアラニン37 mg，L－アルギニン塩酸塩32 mg，L－セリン32 mg，グリシン6 mg，L－バリン18 mg，L－ロイシン

109 mg，Lーリシン塩酸塩76 mg及びLートリプトファン8 mgを正確に量り，0.1 mol/L塩酸試液に溶かし，正確に500 mLとし，標準溶液とする．この液40 μLをそれぞれ2本の加水分解管にとり，減圧で蒸発乾固した後，試料溶液(1)及び試料溶液(2)と同様に操作し標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする．

(ⅱ)　アミノ酸分析　試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2) 250 μLずつを正確にとり，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，試料溶液(1)，試料溶液(2)，標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得た各アミノ酸のピーク面積から，それぞれの試料溶液1 mL中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め，更にセルモロイキン1 mol中に含まれるロイシンを22としたときの構成アミノ酸の個数を求める．

試験条件

検出器：可視吸光光度計[測定波長：440 nm(プロリン)及び570 nm(プロリン以外のアミノ酸)]

カラム：内径4 mm，長さ25 cmのステンレス管に5 μmのジビニルベンゼンで架橋したポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充填する．

カラム温度：試料注入後，48℃付近の一定温度で28分間保持した後，62℃付近の一定温度で121分まで保持する．

反応槽温度：135℃付近の一定温度

発色時間：約1分

移動相：移動相A，移動相B，移動相C及び移動相Dを次の表に従って調製する．

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D
クエン酸一水和物	17.70 g	10.50 g	6.10 g	―
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74 g	15.70 g	26.67 g	―
塩化ナトリウム	7.07 g	2.92 g	54.35 g	―
水酸化ナトリウム	―	―	2.30 g	8.00 g
エタノール(99.5)	40 mL	―	―	―
ベンジルアルコール	―	10 mL	5 mL	―
チオジグリコール	5 mL	5 mL	5 mL	―
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量	適量
全量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

移動相の送液：移動相A，移動相B，移動相C及び移動相Dの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)	移動相C(vol%)	移動相D(vol%)
0 ～ 35	100	0	0	0
35 ～ 60	0	100	0	0
60 ～ 111	0	0	100	0
111 ～ 121	0	0	0	100

反応試薬：酢酸リチウム二水和物407 g，酢酸(100) 245 mL及び1ーメトキシー2ープロパノール801 mLを混和した後，水を加えて2000 mLとし，窒素を10分間通じながらかき混ぜ，A液とする．別に1ーメトキシー2ープロパノール1957 mLに，ニンヒドリン77 g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134 gを加え，窒素を30分間通じながらかき混ぜ，B液とする．A液及びB液を用時混和する．

移動相流量：セリン及びロイシンの保持時間がそれぞれ約30分及び約73分になるように調整する(毎分約0.21 mL)．

反応試薬流量：毎分約0.25 mL

システム適合性

システムの性能：標準溶液2 mLを量り，0.02 mol/L塩酸試液を加えて25 mLとした液250 μLにつき，上記の条件で操作するとき，トレオニンとセリンの分離度は1.2以上である．

システムの再現性：標準溶液2 mLを量り，0.02 mol/L塩酸試液を加えて25 mLとした液250 μLにつき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，アスパラギン酸，セリン，アルギニン及びプロリンのピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.4%以下である．

分子量　定量法(1)で得た結果に従い，1 mL中にタンパク質約0.5 mgとなるようにセルモロイキン用緩衝液を加え，試料溶液とする．分離ゲルのアクリルアミド濃度を13.5%としたポリアクリルアミドゲルを用いて調製した垂直不連続緩衝液系SDSーポリアクリルアミドゲルに，試料溶液20 μL及びセルモロイキン分子量測定用マーカータンパク質20 μLをそれぞれ試料液添加溝に注入し，電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸してバンドを染色するとき，主バンドの分子量は，12500 ～ 13800である．

ｐＨ〈2.54〉　4.5 ～ 5.5

純度試験

(1)　類縁物質　本品及びpH 5.0の0.01 mol/L酢酸塩緩衝液10 μLにつき，次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う．本品の各々のピークの面積を自動積分法により測定し，面積百分率法によりセルモロイキン以外の類縁物質の合計量を求めるとき，5%以下である．

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)

カラム：内径4 mm，長さ30 cmのステンレス管に5 μm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填する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相A：トリフルオロ酢酸の水／アセトニトリル混液(3：2)溶液(1→1000)

移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(13：7)溶液(1→1000)

移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する．

注入後の時間(分)	移動相A(vol%)	移動相B(vol%)
0 ～ 60	70 → 10	30 → 90

流量：セルモロイキンの保持時間が約50分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セルモロイキンの保持時間の約1.3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品0.5 mLを正確に量り，pH 5.0の0.01

mol/L酢酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．この液10 μLから得たセルモロイキンのピーク面積が本品10 μLから得たセルモロイキンのピーク面積の0.9 ～ 1.1%になることを確認する．

システムの性能：本品100 μLに2－メルカプトエタノール2 μLを加え，37℃で2時間放置した液につき，上記の条件で操作するとき，セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し，その分離度は3以上である．

（2）　多量体　分子量の項の試料溶液をセルモロイキン用緩衝液でタンパク質含量として1 mL当たり約2 ～ 32 μgの範囲になるように4段階以上に薄め，各標準溶液とする．試料溶液及び各標準溶液20 μLずつを試料添加溝に注入し，垂直不連続緩衝液系SDS－ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行った後，クーマシー染色試液中に浸してバンドを染色するとき，各々のバンドは青色を呈する．次に，デンシトメーターを用いて各標準溶液から得たバンドのピーク面積を求め，先の検量線からタンパク質含量を算出し，セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体タンパク質量を求めるとき，総タンパク質に対して2%以下である．

（3）　宿主細胞由来タンパク質　別に規定する．

（4）　宿主細胞由来DNA　別に規定する．

エンドトキシン〈*4.01*〉　100 EU/mL未満．

酢酸アンモニウム　本品0.1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとし試料溶液とする．別に，塩化アンモニウム約0.1 gを精密に量り，水に溶かし，正確に100 mLとする．この液5 mLを正確に量り，水を加えて正確に100 mLとし，標準原液とする．標準原液3 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液25 μLずつを正確にとり，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，アンモニウムイオンのピーク面積A_T及びA_Sを測定するとき，本品1 mL当たり酢酸アンモニウムを0.28 ～ 0.49 mg含む．

本品1 mL当たりの酢酸アンモニウム(CH_3COONH_4)の量(mg)
＝$A_T / A_S \times M_S \times 0.003 \times 1.441$

M_S：塩化アンモニウムの秤取量(mg)
0.003：希釈補正係数
1.441：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量換算係数

試験条件
検出器：電気伝導度検出器
カラム：内径5 mm，長さ25 cmの樹脂管に5.5 μmの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充填する．
カラム温度：40℃付近の一定温度
移動相：薄めた0.1 mol/Lメタンスルホン酸試液(3→10)
流量：アンモニウムの保持時間が約8分になるように調整する．

システム適合性
システムの性能：ナトリウム標準原液1 mL及びカリウム標準原液0.2 mLを正確に量り水を加えて正確に100 mLとする．この液5 mL及び標準原液3 mLを正確に量り，水を加えて正確に50 mLとする．この液25 μLにつき，上記の条件で操作するとき，ナトリウム，アンモニウム，カリウムの順に溶出し，ナトリウムとアンモニウムの分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液25 μLにつき，上記の条件で試験を5回繰り返すとき，アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である．

定量法

（1）　タンパク質含量　本品1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10 mLとし，試料溶液とする．別に定量用ウシ血清アルブミン約50 mgを精密に量り，1 mL中に正確にアルブミン50 μg，100 μg，150 μgを含む液となるように水を加えて標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする．試料溶液及び標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3) 1 mLずつを正確に量り，それぞれにタンパク質含量試験用アルカリ性銅試液2.5 mLを正確に加えて振り混ぜ，15分間放置する．次に水2.5 mL及び希フォリン試液0.5 mLを正確に加え，37℃で30分間放置する．これらの液につき，水1 mLを用いて同様に操作した液を対照とし，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長750 nmにおける吸光度を測定する．標準溶液(1)，標準溶液(2)及び標準溶液(3)の吸光度から作成した検量線を用いて，タンパク質量を求める．

（2）　比活性　本品0.1 mLを正確に量り，セルモロイキン用培養液0.9 mLを正確に加え，試料溶液とする．別にインターロイキン－2標準品1個をとり，水1 mLを正確に加えて溶解し，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で正確に2倍段階希釈し，各希釈液中に1 mL当たり3×10^5 ～ 5×10^5個のインターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を試料溶液及び標準溶液に対し等容量加える．インターロイキン－2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする．これらの液を37℃で16 ～ 24時間培養する．その後，3－(4,5－ジメチルチアゾール－2－イル)－2,5－ジフェニル－2*H*－テトラゾリウム臭化物試液をセルモロイキン用培養液量に対し1／5容量加えて37℃で4 ～ 6時間培養し，更に，ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に対し等容量加えて24 ～ 48時間放置し，生成する青色色素を溶出させた後，これらの液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行い，波長590 nmにおける吸光度を測定する．セルモロイキンとして1 mL当たり1000 ～ 2000単位を加えた場合の吸光度を100%とし，対照液の吸光度を0%として，50%の吸光度を示すインターロイキン－2標準品の希釈倍数(A)と本品の希釈倍数(B)とを求め，B／A値にインターロイキン－2標準品の単位数を乗じ，本品1 mL中の生物学的活性を求める．タンパク質含量試験で求めたタンパク質含量に対する生物学的活性の比を算出する．

貯法

保存条件　－20℃以下で保存する．

容器　気密容器．