

1 常水

2 Water

3 H₂O : 18.02

4 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、
7 次の試験に適合する水とする。

8 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)。

1 精製水

2 Purified Water

3 本品は、イオン交換、蒸留、逆浸透又は限外ろ過などを単
4 独あるいは組み合わせたシステムにより、「常水」より製し
5 たものである。

6 本品は、製造後、速やかに用いる。ただし、微生物の増殖
7 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。

8 性状 本品は無色澄明の液で、においはない。

9 純度試験 有機体炭素 (2.59) 試験を行うとき、0.50 mg/L以
10 下である。

11 導電率 (2.51) 次の方法により試験を行うとき、本品の導電
12 率(25℃)は $2.1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下である。

13 本品の適当量をビーカーにとり、かき混ぜる。温度を25
14 $\pm 1^\circ\text{C}$ に調節し、強くかき混ぜながら、一定時間ごとにこ
15 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
16 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)と
17 する。

1 精製水(容器入り)

2 Purified Water in Containers

3 本品は「精製水」を気密容器に入れたものである。

4 ただし、(容器入り)を省略して表示することができる。

5 **性状** 本品は無色澄明の液で、においはない。

6 **純度試験** 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品100 mLに
7 希硫酸10 mLを加えて煮沸し、0.02 mol/L過マンガン酸カリ
8 ウム液0.10 mLを加え、更に10分間煮沸するとき、液の赤色
9 は消えない。

10 **導電率** (2.5I) 次の方法により試験を行うとき、内容量が10
11 mL以下の製品の場合、その導電率(25℃)は25 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下
12 であり、内容量が10 mLを超える製品の場合は、5 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以
13 下である。

14 本品の適当量をビーカーにとり、かき混ぜる。温度を25
15 $\pm 1^\circ\text{C}$ に調節し、強にかき混ぜながら、一定時間ごとにこ
16 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
17 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)と
18 する。

19 **微生物限度** (4.05) 本品1 mL当たり、総好気性微生物数の許
20 容基準は 10^2 CFUである。ただし、ソイビーン・カゼイン・
21 ダイジェストカンテン培地を用いる。

22 **貯法** 容器 気密容器。

1 滅菌精製水(容器入り)

2 Sterile Purified Water in Containers

3 滅菌精製水

4 本品は「精製水」を密封容器に入れ、滅菌して製したもの、
5 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
6 菌の容器に入れた後、密封して製したものである。

7 **性状** 本品は無色澄明の液で、においはない。

8 **純度試験** 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品100 mLに
9 希硫酸10 mLを加えて煮沸し、0.02 mol/L過マンガン酸カリ
10 ウム液0.10 mLを加え、更に10分間煮沸するとき、液の赤色
11 は消えない。

12 **導電率** 〈2.51〉 次の方法により試験を行うとき、内容量が10
13 mL以下の製品の場合、その導電率(25℃)は $25\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下
14 であり、内容量が10 mLを超える製品の場合は、 $5\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$
15 以下である。

16 本品の適当量をビーカーにとり、かき混ぜる。温度を $25\pm 1^\circ\text{C}$
17 に調節し、強にかき混ぜながら、一定時間ごとにこ
18 の液の導電率の測定を行う。5分当たりの導電率変化が $0.1\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$
19 以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)と
20 する。

21 **無菌** 〈4.06〉 試験を行うとき、適合する。

22 **貯法** 容器 密封容器。ただし、プラスチック製水性注射剤容
23 器を使用することができる。

1 注射用水

2 Water for Injection

3 本品は、「常水」にイオン交換，逆浸透等による適切な前
4 処理を行った水又は「精製水」の，蒸留又は超ろ過により製
5 したものである。

6 本品を超ろ過法(逆浸透膜，分子量約6000以上の物質を除
7 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
8 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
9 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
10 たものと同等の水質をもつものとする。

11 本品は，製造後，速やかに用いる。ただし，高温循環させ
12 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
13 る場合，一時的にこれを保存することができる。

14 **性状** 本品は無色澄明の液で，においはない。

15 **純度試験** 有機体炭素 〈2.59〉 試験を行うとき，0.50 mg/L以
16 下である。

17 **導電率** 〈2.51〉 次の方法により試験を行うとき，本品の導電
18 率(25℃)は $2.1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下である。

19 本品の適当量をビーカーにとり，かき混ぜる。温度を $25 \pm 1^\circ\text{C}$ に調節し，強にかき混ぜながら，一定時間ごとにこ
20 の液の導電率の測定を行う。5分当たりの導電率変化が $0.1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)と
21 する。
22 する。
23 する。

24 **エンドトキシン** 〈4.01〉 0.25 EU/mL未満。

1 注射用水(容器入り)

2 Sterile Water for Injection in Containers

3 本品は「注射用水」を密封容器に入れ、滅菌して製したもの
4 の、又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法に
5 より無菌の容器に入れた後、密封して製したものである。

6 ただし、(容器入り)を省略して表示することができる。

7 なお、蒸留法により製した「注射用水」を用いて本品を製
8 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
9 る。

10 **性状** 本品は無色澄明の液で、においはない。

11 **純度試験** 過マンガン酸カリウム還元性物質 本品100 mLに
12 希硫酸10 mLを加えて煮沸し、0.02 mol/L過マンガン酸カリ
13 ウム液0.10 mLを加え、更に10分間煮沸するとき、液の赤色
14 は消えない。

15 **導電率** 〈2.51〉 次の方法により試験を行うとき、内容量が10
16 mL以下の製品の場合、その導電率(25℃)は $25\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下
17 であり、内容量が10 mLを超える製品の場合は、 $5\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$
18 以下である。

19 本品の適当量をビーカーにとり、かき混ぜる。温度を25
20 $\pm 1^\circ\text{C}$ に調節し、強にかき混ぜながら、一定時間ごとにこ
21 の液の導電率の測定を行う。5分当たりの導電率変化が $0.1\ \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$
22 以下となったときの導電率を本品の導電率(25℃)と
23 する。

24 **エンドトキシン** 〈4.01〉 0.25 EU/mL未満。

25 **不溶性異物** 〈6.06〉 第1法により試験を行うとき、適合する。

26 **不溶性微粒子** 〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

27 **無菌** 〈4.06〉 試験を行うとき、適合する。

28 **貯法** 容器 密封容器。ただし、プラスチック製水性注射剤容
29 器を使用することができる。

1 乾燥水酸化アルミニウムゲル

2 Dried Aluminum Hydroxide Gel

3 本品は定量するとき、酸化アルミニウム(Al_2O_3 : 101.96)
4 50.0%以上を含む。

5 **性状** 本品は白色の無晶性の粉末で、におい及び味はない。

6 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん
7 ど溶けない。

8 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。

9 **確認試験** 本品0.2 gに希塩酸20 mLを加え、加温した後、遠
10 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)
11 を呈する。

12 純度試験

13 (1) 液性 本品1.0 gに水25 mLを加え、よく振り混ぜた
14 後、遠心分離して得た上澄液は中性である。

15 (2) 塩化物 (1.03) 本品1.0 gに希硝酸30 mLを加え、よ
16 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
17 加えて100 mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLに希硝酸6
18 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を
19 行う。比較液には0.01 mol/L塩酸0.40 mLを加える(0.284%
20 以下)。

21 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0 gに希塩酸15 mLを加え、よ
22 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
23 加えて250 mLとし、遠心分離する。上澄液25 mLに希塩酸1
24 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を
25 行う。比較液には0.005 mol/L硫酸1.0 mLを加える(0.480%
26 以下)。

27 (4) 硝酸塩 本品0.10 gに水5 mLを加え、更に硫酸5 mL
28 を注意して加え、よく振り混ぜて溶かし、冷後、硫酸鉄(II)
29 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
30 ない。

31 **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
32 mol/L塩酸100 mLを正確に加え、密栓して $37 \pm 2^\circ\text{C}$ で1時間
33 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液50 mLを正確に量り、過量の
34 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、
35 よくかき混ぜながら滴定 (2.50) する。本品1 gにつき、0.1
36 mol/L塩酸の消費量は250 mL以上である。

37 **定量法** 本品約2 gを精密に量り、塩酸15 mLを加え、水浴上
38 で振り混ぜながら30分間加熱し、冷後、水を加えて正確に
39 500 mLとする。この液20 mLを正確に量り、0.05 mol/Lエ
40 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
41 加え、pH 4.8の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加え
42 た後、5分間煮沸し、冷後、エタノール(95) 55 mLを加え、
43 0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定 (2.50) する(指示薬: ジチゾン
44 試液2 mL)。ただし、滴定の終点は液の淡暗緑色が淡赤色に
45 変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

46 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
47 1 mL
48 $= 2.549 \text{ mg Al}_2\text{O}_3$

49 **貯法** 容器 気密容器。

1 乾燥水酸化アルミニウムゲル細粒

2 Dried Aluminum Hydroxide Gel Fine Granules

3 本品は定量するとき、酸化アルミニウム(Al_2O_3 : 101.96)

4 47.0%以上を含む。

5 **製法** 本品は「乾燥水酸化アルミニウムゲル」をとり、顆粒剤
6 の製法により製する。

7 **確認試験** 本品0.2 gに希塩酸20 mLを加え、加温した後、遠
8 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〉
9 を呈する。

10 **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。
11 ただし、本品1 gにつき、0.1 mol/L塩酸の消費量は235 mL
12 以上である。

13 **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。

14 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

15 1 mL

16 $=2.549 \text{ mg Al}_2\text{O}_3$

17 **貯法** 容器 気密容器。

1 水酸化カリウム

2 Potassium Hydroxide

3 KOH : 56.11

4 本品は定量するとき、水酸化カリウム(KOH) 85.0%以上
5 を含む。

6 性状 本品は白色の小球状、薄片状、棒状又はその他の塊で、
7 堅く、もろく、断面は結晶性である。

8 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエー
9 テルにほとんど溶けない。

10 本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する。

11 本品は湿気によって潮解する。

12 確認試験

13 (1) 本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である。

14 (2) 本品の水溶液(1→25)はカリウム塩の定性反応 (1.09)
15 を呈する。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は無色
18 澄明である。

19 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0 gを水に溶かし100 mLとし、
20 この液25 mLに希硝酸8 mL及び水を加えて50 mLとする。
21 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L塩酸
22 0.7 mLを加える(0.050%以下)。

23 (3) ナトリウム 本品0.10 gを希塩酸10 mLに溶かし、こ
24 の液につき炎色反応試験(1) (1.04)を行うとき、持続する黄
25 色を呈しない。

26 (4) 炭酸カリウム 定量法で得た B (mL)から次の式に
27 よって計算するとき、炭酸カリウム(K_2CO_3 : 138.21)の量
28 は2.0%以下である。

29 炭酸カリウムの量(mg)=138.21 × B

30 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
31 水40 mLを加えて溶かし、15℃に冷却した後、フェノールフ
32 タレイン試液2滴を加え、0.5 mol/L硫酸で滴定 (2.50) し、
33 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。
34 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
35 mol/L硫酸で滴定 (2.50) し、液が持続する淡赤色を呈したと
36 きの0.5 mol/L硫酸の量を B (mL)とする。($A - B$) mLから水
37 酸化カリウム(KOH)の量を求める。

38 0.5 mol/L硫酸1 mL=56.11 mg KOH

39 貯法 容器 気密容器。

1 水酸化カルシウム

2 Calcium Hydroxide

3 Ca(OH)_2 : 74.09

4 本品は定量するとき、水酸化カルシウム $[\text{Ca(OH)}_2]$ 90.0%
5 以上を含む。

6 性状 本品は白色の粉末で、味は僅かに苦い。

7 本品は水に溶けにくく、熱湯に極めて溶けにくく、エタノ
8 ール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

9 本品は希酢酸、希塩酸又は希硝酸に溶ける。

10 本品は空気中で二酸化炭素を吸収する。

11 確認試験

12 (1) 本品に3 ～ 4倍量の水を加えるとき泥状となり、アル
13 カリ性を呈する。

14 (2) 本品1 gを希酢酸30 mLに溶かし、煮沸し、冷後、ア
15 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
16 反応〈1.09〉の(2)及び(3)を呈する。

17 純度試験

18 (1) 酸不溶物 本品5 gに水100 mLを加え、かき混ぜなが
19 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
20 える。この液を5分間煮沸し、冷後、質量既知のガラスろ過
21 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
22 も混濁しなくなるまで熱湯で洗い、105℃で恒量になるまで
23 乾燥するとき、その量は25 mg以下である。

24 (2) マグネシウム又はアルカリ金属 本品1.0 gに水20
25 mL及び希塩酸10 mLを加えて溶かし、煮沸した後、アンモ
26 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
27 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
28 を水浴上で1時間加熱し、冷後、水を加えて100 mLとし、よ
29 く振り混ぜてろ過する。ろ液50 mLに硫酸0.5 mLを加えて
30 蒸発乾固し、残留物を恒量になるまで600℃で強熱するとき、
31 その量は24 mg以下である。

32 定量法 本品約1 gを精密に量り、希塩酸10 mLに溶かし、水
33 を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
34 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
35 り混ぜ、3 ～ 5分間放置した後、NN指示薬0.1 gを加え、直
36 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
37 液で滴定〈2.50〉する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が
38 青色に変わるときとする。

39 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
40 1 mL

41 =3.705 mg Ca(OH)_2

42 貯法 容器 気密容器。

1 水酸化ナトリウム

2 Sodium Hydroxide

3 NaOH : 40.00

4 本品は定量するとき、水酸化ナトリウム(NaOH) 95.0%以
5 上を含む。

6 性状 本品は白色の小球状、薄片状、棒状又はその他の塊で、
7 堅く、もろく、断面は結晶性である。

8 本品は水又はエタノール(95)に溶けやすく、ジエチルエー
9 テルにほとんど溶けない。
10 本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する。
11 本品は湿気によって潮解する。

12 確認試験

13 (1) 本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である。
14 (2) 本品の水溶液(1→25)はナトリウム塩の定性反応
15 〈1.09〉を呈する。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は無色
18 澄明である。

19 (2) 塩化物 〈1.03〉 本品2.0 gを水に溶かし100 mLとし、
20 この液25 mLに希硝酸10 mL及び水を加えて50 mLとする。
21 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L塩酸
22 0.7 mLを加える(0.050%以下)。

23 (3) カリウム 本品0.10 gを水に溶かし40 mLとする。こ
24 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
25 フェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30) 5.0 mLを加え、直ち
26 に振り混ぜ、10分間放置するとき、液の混濁は次の比較液
27 より濃くない。

28 比較液：塩化カリウム9.5 mgを水に溶かし、1000 mLと
29 する。この液4.0 mLに希酢酸1.0 mLを加えて振り混ぜ
30 た後、以下同様に操作する。

31 (4) 炭酸ナトリウム 定量法で得た B (mL)から次の式に
32 よって計算するとき、炭酸ナトリウム(Na_2CO_3 : 105.99)の
33 量は2.0%以下である。

34 炭酸ナトリウムの量(mg)= $105.99 \times B$

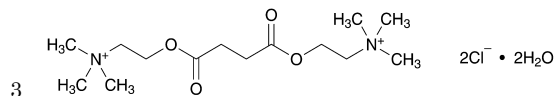
35 定量法 本品約1.5 gを精密に量り、新たに煮沸して冷却した
36 水40 mLを加えて溶かし、15℃に冷却した後、フェノールフ
37 タレイン試液2滴を加え、0.5 mol/L硫酸で滴定 〈2.50〉し、
38 液の赤色が消えたときの0.5 mol/L硫酸の量を A (mL)とする。
39 さらにこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え、再び0.5
40 mol/L硫酸で滴定 〈2.50〉し、液が持続する淡赤色を呈したと
41 きの0.5 mol/L硫酸の量を B (mL)とする。($A-B$) mLから水
42 酸化ナトリウム(NaOH)の量を計算する。

43 0.5 mol/L硫酸1 mL=40.00 mg NaOH

44 貯法 容器 気密容器。

1 スキサメトニウム塩化物水和物

2 Suxamethonium Chloride Hydrate

4 $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 \cdot 2H_2O : 397.34$ 5 2,2'-Succinyldioxybis(*N,N,N*-trimethylethylaminium)

6 dichloride dihydrate

7 [6101-15-1]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、スキサメト
9 ニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4 : 361.31$) 98.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水、メタノール又は酢酸(100)に溶けやすく、エタ
12 ノール(95)に溶けにくく、無水酢酸に極めて溶けにくく、ジ
13 エチルエーテルにほとんど溶けない。

14 確認試験

15 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
16 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
17 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
18 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

19 (2) 本品の水溶液(1→20)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈
20 する。

21 pH (2.54) 本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ～
22 5.0である。

23 融点 (2.60) 159 ～ 164℃(未乾燥)。

24 純度試験

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

27 (2) 類縁物質 本品0.25 gを水5 mLに溶かし、試料溶液
28 とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に200
29 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ
30 トグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準
31 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
32 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
33 溶液(1→100)/アセトン/1-ブタノール/ギ酸混液(20 :
34 20 : 20 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を
35 105℃で15分間乾燥する。これにヘキサクロロ白金(IV)酸・
36 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
37 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、
38 標準溶液から得たスポットより濃くない。

39 水分 (2.48) 8.0 ～ 10.0%(0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

40 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

41 定量法 本品約0.4 gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液
42 (7 : 3) 80 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) す
43 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

44 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

45 貯法 容器 気密容器。

1 スキサメトニウム塩化物注射液

2 Suxamethonium Chloride Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の93.0 ～ 107.0%に対応する
5 スキサメトニウム塩化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$: 361.31)を含む。
6 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
7 量で表示する。

8 **製法** 本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり、注射
9 剤の製法により製する。

10 **性状** 本品は無色澄明の液である。

11 **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
12 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。
13 別に薄層クロマトグラフィー用塩化スキサメトニウム
14 0.05 gを水10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
15 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
16 試料溶液及び標準溶液1 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー
17 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
18 酢酸アンモニウム溶液(1→100)/アセトン/1-ブタノール
19 /ギ酸混液(20 : 20 : 20 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開
20 した後、薄層板を105℃で15分間乾燥する。これにヘキサク
21 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、
22 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
23 れらの R_f 値は等しい。

24 **pH** (2.54) 3.0 ～ 5.0

25 **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
26 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
27 化物($C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$) 200 mgにつき0.7 mL以下である。

28 **エンドトキシン** (4.01) 2.0 EU/mg未満。

29 **採取容量** (6.05) 試験を行うとき、適合する。

30 **不溶性異物** (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

31 **不溶性微粒子** (6.07) 試験を行うとき、適合する。

32 **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、
33 適合する。

34 **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
35 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
36 沸して冷却した水30 mLを加え、ジエチルエーテル20 mLず
37 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
38 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
39 を合わせ、ジエチルエーテル10 mLずつで2回洗い、水層は
40 初めの水溶液に合わせ、プロモチモールブルー試液2滴を加
41 え、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で中和する。次に0.1
42 mol/L水酸化ナトリウム液25 mLを正確に加え、還流冷却器
43 を付けて40分間煮沸する。冷後、過量の水酸化ナトリウム
44 を0.1 mol/L塩酸で滴定 (2.50) する。新たに煮沸して冷却し
45 た水50 mLをフラスコに入れ、プロモチモールブルー試液2
46 滴を加え、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で中和する。以下
47 同様の方法で空試験を行う。

48 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
49 = 18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

50 貯法

51 保存条件 凍結を避け、5℃以下で保存する。

52 容器 密封容器。

53 **有効期間** 製造後12箇月。

1 注射用スキサメトニウム塩化物

2 Suxamethonium Chloride for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の93.0 ~ 107.0%に対応す
5 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。

6 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
7 量で表示する。

8 製法 本品は「スキサメトニウム塩化物水和物」をとり、注射
9 剤の製法により製する。

10 性状 本品は白色の結晶性の粉末又は塊である。

11 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
12 対応する量を取り、水に溶かし、10 mLとし、試料溶液とす
13 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
14 0.05 gを水10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの液に
15 つき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。
16 試料溶液及び標準溶液1 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー
17 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
18 酢酸アンモニウム溶液(1→100)/アセトン/1-ブタノール
19 /ギ酸混液(20 : 20 : 20 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開
20 した後、薄層板を105℃で15分間乾燥する。これにヘキサク
21 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、
22 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
23 れらの R_f 値は等しい。

24 pH (2.54) 本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ~
25 5.0である。

26 純度試験 類縁物質 本品の「スキサメトニウム塩化物水和
27 物」0.25 gに対応する量を取り、以下「スキサメトニウム塩
28 化物水和物」の純度試験(2)を準用する。

29 エンドトキシン (4.01) 1.5 EU/mg未満。

30 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

31 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

32 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

33 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、
34 適合する。

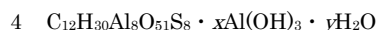
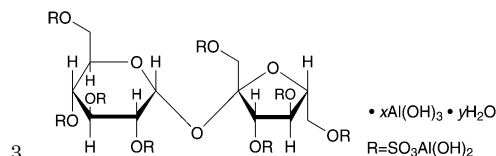
35 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
36 その約0.5 gを精密に量り、以下「スキサメトニウム塩化物
37 水和物」の定量法を準用する。

38 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=18.07 mg $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

39 貯法 容器 密封容器。

1 スクラルファート水和物

2 Sucralfate Hydrate



5 [54182-58-0]

6 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アルミニウ
 7 ム(Al : 26.98) 17.0 ~ 21.0%及びショ糖オクタ硫酸エステル
 8 ($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$: 982.80)として34.0 ~ 43.0%を含む。

9 性状 本品は白色の粉末で、におい及び味はない。

10 本品は水、熱湯、エタノール(95)又はジエチルエーテルに
 11 ほとんど溶けない。

12 本品は希塩酸又は硫酸・水酸化ナトリウム試液に溶ける。

13 確認試験

14 (1) 本品0.05 gを小試験管にとり、ナトリウムの新しい切
 15 片0.05 gを加え、注意しながら加熱融解し、直ちに水100
 16 mLの中に入れ、小試験管を割り、よく振り混ぜた後、ろ過
 17 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
 18 ム試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

19 (2) 本品40 mgを希硫酸2 mLに溶かし、アントロン試液2
 20 mLを穏やかに加えて二層とすると、境界面は青色を呈し、
 21 徐々に青緑色に変わる。

22 (3) 本品0.5 gを希塩酸10 mLに溶かした液は、アルミニ
 23 ム塩の定性反応(1.09)を呈する。

24 純度試験

25 (1) 溶状 本品1.0 gを希硫酸10 mLに溶かすとき、液は
 26 無色澄明である。

27 (2) 塩化物(1.03) 本品0.5 gを希硝酸30 mLに溶かし、
 28 沸騰するまで穏やかに加熱する。冷後、水を加えて100 mL
 29 とし、この液10 mLに希硝酸3 mL及び水を加えて50 mLと
 30 する。これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L
 31 塩酸0.70 mLを加える(0.50%以下)。

32 (3) 遊離アルミニウム 本品3.0 gに水50 mLを加え、水
 33 浴中で5分間加熱し、冷後、ろ過し、残留物を水5 mLずつで
 34 4回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸2 mLを加え、水浴
 35 中で30分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液を加え
 36 て中和し、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。
 37 試料溶液50 mLを正確に量り、0.05 mol/Lエチレンジアミン
 38 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
 39 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後、5分間煮
 40 沸し、冷後、エタノール(95) 50 mLを加え、過量のエチレ
 41 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
 42 で滴定(2.50)する(指示薬：ジチゾン試液3 mL)。ただし、
 43 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
 44 る。同様の方法で空試験を行う(0.2%以下)。

45 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
 46 1 mL
 47 =1.349 mg Al

48 (4) 類縁物質 定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得
 49 られた試料溶液50 μ Lにつき、定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エ
 50 ステルを準用し、液体クロマトグラフィー(2.01)により試
 51 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
 52 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
 53 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
 54 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
 55 質のピーク面積の比を求めるとき、0.1以下である。

56 検出感度：定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルで得られ
 57 た標準溶液50 μ Lから得たショ糖オクタ硫酸エステルの
 58 ピーク高さがフルスケールの60 ~ 100%になるように
 59 調整する。

60 乾燥減量(2.41) 14.0%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

61 制酸力 本品を乾燥し、その約0.25 gを精密に量り、200 mL
 62 の共栓三角フラスコに入れ、0.1 mol/L塩酸100 mLを正確に
 63 加え、密栓して37 \pm 2°Cで正確に1時間振り混ぜ(振とう速度
 64 毎分150回、振幅20 mm)た後、5分間水冷する。上澄液10
 65 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
 66 でpH 3.5になるまで滴定(2.50)する。同様の方法で空試験
 67 を行う。本品1 gにつき、0.1 mol/L塩酸の消費量は130 mL以
 68 上である。

69 定量法

70 (1) アルミニウム 本品約1 gを精密に量り、希塩酸10
 71 mLを加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正
 72 確に250 mLとする。この液25 mLを正確に量り、0.05
 73 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
 74 を正確に加え、pH 4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20
 75 mLを加えた後、5分間煮沸し、冷後、エタノール(95) 50 mL
 76 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
 77 を0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬：ジチゾ
 78 ン試液3 mL)。ただし、滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経
 79 て赤色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行う。

80 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
 81 1 mL
 82 =1.349 mg Al

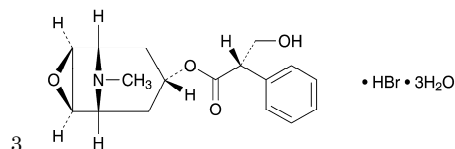
83 (2) ショ糖オクタ硫酸エステル 本品約0.55 gを精密に量
 84 り、硫酸・水酸化ナトリウム試液10 mLを正確に加え、激し
 85 く振り混ぜた後、30°C以下に保ちながら5分間超音波を照射
 86 して溶かす。次に0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を加えて正
 87 確に25 mLとし、試料溶液とする。別にショ糖オクタ硫酸エ
 88 ステルカリウム標準品約0.25 gを精密に量り、移動相を加え
 89 て正確に25 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
 90 液は速やかに調製し、直ちに試験を行う。試料溶液及び標準
 91 溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
 92 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液のショ糖オ
 93 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。

94 ショ糖オクタ硫酸エステル($C_{12}H_{22}O_{35}S_8$)の量(mg)
 95 $=M_S \times A_T / A_S \times 0.763$

- 96 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
97 ム標準品の秤取量(mg)
- 98 操作条件
- 99 検出器 : 示差屈折計
- 100 カラム : 内径約4 mm, 長さ約30 cmのステンレス管に
101 約8 μ mの液体クロマトグラフィー用アミノプロピル
102 シリル化シリカゲルを充填する.
- 103 カラム温度 : 室温
- 104 移動相 : 硫酸アンモニウム適当量(26 ~ 132 g)を水1000
105 mLに溶かし, リン酸を加えてpH 3.5に調整する. 硫
106 酸アンモニウムの量は, ショ糖オクタ硫酸エステルカ
107 リウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間
108 放置し, 冷後, 直ちに試験を行うとき, ショ糖オクタ
109 硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の
110 類縁物質のピークが, ほぼベースラインに戻り, かつ,
111 ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出す
112 る量とする.
- 113 流量 : ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が6 ~ 11
114 分になるように調整する.
- 115 カラムの選定 : ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準
116 品の希塩酸溶液(1→100)を60℃で10分間放置し, 冷
117 後, 直ちにこの液50 μ Lにつき, 上記の条件で操作す
118 るとき, ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持
119 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
120 る.
- 121 試験の再現性 : 上記の条件で標準溶液につき, 試験を6
122 回繰り返すとき, ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク
123 面積の相対標準偏差は2.0%以下である.
- 124 貯法 容器 気密容器.

1 スコポラミン臭化水素酸塩水和物

2 Scopolamine Hydrobromide Hydrate

4 $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr \cdot 3H_2O$: 438.315 (1*R*,2*R*,4*S*,5*S*,7*S*)-9-Methyl-3-oxa-6 9-azatricyclo[3.3.1.0^{2,4}]non-7-yl (2*S*)-3-hydroxy-

7 2-phenylpropanoate monohydrobromide trihydrate

8 [6533-68-2]

9 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
10 素酸塩($C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$: 384.26) 98.5%以上を含む。

11 **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
12 粉末で，においはない。

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

15 確認試験

16 (1) 本品1 mgに発煙硝酸3～4滴を加え，水浴上で蒸発乾
17 固し，冷後，残留物を*N,N*-ジメチルホルムアミド1 mLに
18 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
19 加えるとき，液は赤紫色を呈する。

20 (2) 本品の水溶液(1→20)は臭化物の定性反応 (1.09) を呈
21 する。

22 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -24 ～ -26° (乾燥後，0.5 g，水，
23 10 mL，100 mm)。

24 **融点** (2.60) 195 ～ 199°C (乾燥後，あらかじめ溶液を180°C
25 に加熱しておく)。

26 純度試験

27 (1) 溶状 本品0.5 gを水10 mLに溶かすとき，液は無色
28 澄明である。

29 (2) 酸 本品0.50 gを水15 mLに溶かし，0.02 mol/L水酸
30 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
31 試液1滴を加えるとき，液の色は緑色である。

32 (3) アポアトロピン 本品0.20 gを水20 mLに溶かし，
33 0.002 mol/L過マンガン酸カリウム液0.60 mLを加え，5分間
34 放置するとき，液の赤色は消えない。

35 (4) 類縁物質 本品0.15 gを水3 mLに溶かし，試料溶液
36 とする。

37 (i) 試料溶液1 mLにアンモニア試液2～3滴を加えるとき，
38 液は混濁しない。

39 (ii) 試料溶液1 mLに水酸化カリウム試液2～3滴を加える
40 とき，液は白濁することがあっても少時の後，澄明となる。

41 **乾燥減量** (2.41) 13.0%以下[1.5 g，初めデシケーター(シリ
42 カゲル)で24時間，次に105°Cで3時間乾燥する]。

43 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

44 **定量法** 本品を乾燥し，その約0.5 gを精密に量り，酢酸(100)
45 10 mLを加え，加温して溶かす。冷後，無水酢酸40 mLを加

46 え，0.1 mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。

47 同様の方法で空試験を行い，補正する。

48 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=38.43 mg $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HBr$

49 貯法

50 保存条件 遮光して保存する。

51 容器 気密容器。

1 ステアリルアルコール

2 Stearyl Alcohol

3 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
4 ルコール($C_{18}H_{38}O$: 270.49)からなる。

5 **性状** 本品は白色のろう様物質で、僅かに特異なおいがあり、
6 味はない。

7 本品はエタノール(95)、エタノール(99.5)又はジエチルエ
8 テルに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

9 **融点** (2.60) 56 ~ 62℃(第2法)。ただし、試料を調製した後、
10 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、
11 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
12 約17 mm、高さ約170 mmの試験管に挿入し、温度計の下端
13 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
14 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
15 につらし、水を絶えずかき混ぜながら加熱する。予想した融
16 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
17 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
18 ときの温度を融点とする。

19 **酸価** (1.13) 1.0以下。

20 **エステル価** (1.13) 3.0以下。

21 **水酸基価** (1.13) 200 ~ 220

22 **ヨウ素価** (1.13) 2.0以下。

23 純度試験

24 (1) **溶状** 本品3.0 gをエタノール(99.5) 25 mLに加熱して
25 溶かすとき、液は澄明である。

26 (2) **アルカリ** (1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を
27 加えるとき、液は赤色を呈しない。

28 **強熱残分** (2.44) 0.05%以下(2 g)。

29 **貯法** 容器 密閉容器。

1 ステアリン酸

2 Stearic Acid

3 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
4 各条である。

5 なお、三薬局方で調和されていない部分は「[◆]」で囲むことに
6 より示す。

7 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
8 品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している。

9 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
10 た脂肪酸で、主としてステアリン酸(C₁₈H₃₆O₂：284.48)及び
11 パルミチン酸(C₁₆H₃₂O₂：256.42)からなる。

12 本品はステアリン酸50、ステアリン酸70及びステアリン
13 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
14 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
15 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

16 本品はそのタイプを表示する。

17 [◆]性状 本品は白色のろう状の塊、結晶性の塊又は粉末で、僅
18 かに脂肪のにおいがある。

19 本品はエタノール(99.5)にやや溶けやすく、水にほとんど
20 溶けない。[◆]

21 凝固点 装置は内径約25 mm、長さ約150 mmの試験管を、内
22 径約40 mm、長さ約160 mmの試験管の内側に取り付けた構
23 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
24 小目盛りが0.2℃、全長約175 mmの温度計を球部[◆]の上端[◆]が
25 試験管の底から約15 mmの位置にくるように固定する。内
26 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
27 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
28 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
29 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
30 取り付け、そのビーカーには、適切な冷却液を上部から20
31 mm以内まで満たす。試料をあらかじめ加温して溶かし、内
32 側試験管に温度計の球部が十分にかくれるまで入れ、急速に
33 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
34 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
35 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
36 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
37 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
38 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
39 析出する際の最高温度を読み取り、凝固点とする。

40 また、凝固点測定法〈2.42〉に規定する装置も使用できる。
41 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
42 入れ、浸線付温度計F(温度計〈9.63〉の表9.63-1)の浸線H
43 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

44 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
45 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
46 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
47 飽和食塩水を満たし、BをAに取り付ける。いくらかの種結
48 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
49 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
50 点とする。

51 凝固点は、ステアリン酸50は53 ～ 59℃、ステアリン酸70
52 は57 ～ 64℃及びステアリン酸95は64 ～ 69℃である。

53 酸価〈1.13〉 194 ～ 212

54 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、
55 又は酢酸(100)ですすいだ250 mLの共栓フラスコに入れ、ク
56 ロロホルム15 mLに溶かし、正確に臭化ヨウ素(Ⅱ)試液25
57 mLをゆっくり加える。密栓して遮光し、30分間時々振り混
58 ぜて放置する。次にヨウ化カリウム溶液(1→10) 10 mL及び
59 水100 mLを加えた後、激しく振り混ぜながら、遊離したヨ
60 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
61 とんど消えるまで滴定〈2.50〉する。デンプン試液5 mLを加
62 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
63 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
64 めるとき、その値は、ステアリン酸50は4.0以下、ステアリ
65 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。

66
$$\text{ヨウ素価} = (a - b) \times 1.269 / M$$

67 M ：本品の秤取量(g)

68 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
69 量(mL)

70 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
71 消費量(mL)

72 純度試験 酸 本品5.0 gを加熱して融解し、煮沸した水10
73 mLを加えて2分間振り混ぜ、放冷した後、ろ過する。ろ液
74 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
75 い。

76 [◆]強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。[◆]

77 定量法 本品0.100 gを還流冷却器を付けた[◆]小さな[◆]コンカル
78 フラスコにとる。三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mL
79 を加えて[◆]振り混ぜ、溶けるまで約10分間加熱する[◆]。冷却
80 器からヘプタン4 mLを加え、10分間加熱する。冷後、塩化
81 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
82 二層に分離させる。分離したヘプタン層2 mLをとり、[◆]あら
83 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
84 して別のフラスコにとる。この液1.0 mLを10 mLのメスフ
85 ラスコにとり、ヘプタンを加えて10 mLとし、試料溶液とす
86 る。試料溶液1 μLにつき、次の条件でガスクロマトグラフ
87 ィー〈2.02〉により試験を行う。試料溶液のステアリン酸メ
88 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
89 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
90 画中のステアリン酸の含量(%)を次式により計算する。

91
$$\text{ステアリン酸の含量(\%)} = A / B \times 100$$

92 同様に、本品中に含まれるパルミチン酸の含量(%)を計算
93 し、ステアリン酸とパルミチン酸の合計含量(%)を求める。

94 試験条件

95 検出器：水素炎イオン化検出器
 96 カラム：内径0.32 mm，長さ30 mのフューズドシリカ
 97 管の内面にガスクロマトグラフィー用ポリエチレング
 98 リコール20 Mを厚さ0.5 μmで被覆する。
 99 カラム温度：70℃を2分間保持した後，毎分5℃で240℃
 100 まで昇温し，240℃を5分間保持する。
 101 注入口温度：220℃付近の一定温度
 102 検出器温度：260℃付近の一定温度
 103 キャリヤーガス：ヘリウム
 104 流量：毎分2.4 mL
 105 ◆スプリットレス◆
 106 ◆面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後41分まで◆
 107 システム適合性
 108 ◆検出の確認：ガスクロマトグラフィー用ステアリン酸
 109 及びガスクロマトグラフィー用パルミチン酸それぞれ
 110 50 mgをとり，還流冷却器を付けた小さなフラスコに
 111 とる．三フッ化ホウ素・メタノール試液5.0 mLを加
 112 えて振り混ぜ，以下試料溶液と同様に操作し，システ
 113 ム適合性試験用溶液とする．システム適合性試験用溶
 114 液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加えて正確に10
 115 mLとする．この液1 mLを正確に量り，ヘプタンを加
 116 えて正確に10 mLとする．さらに，この液1 mLを正
 117 確に量り，ヘプタンを加えて正確に10 mLとする．こ
 118 の液1 μLから得たステアリン酸メチルのピーク面積
 119 が，システム適合性試験用溶液のステアリン酸メチル
 120 のピーク面積の0.05 ～ 0.15%になることを確認す
 121 る．◆
 122 システムの性能：システム適合性試験用溶液1 μLにつ
 123 き，上記の条件で操作するとき，ステアリン酸メチル
 124 に対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.9
 125 であり，その分離度は5.0以上である。
 126 システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき，
 127 上記の条件で試験を6回繰り返すとき，パルミチン酸
 128 メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標
 129 準偏差は3.0%以下である．また，この繰り返しで得
 130 られるステアリン酸メチルのピーク面積に対するパル
 131 ミチン酸メチルのピーク面積の比の相対標準偏差は
 132 1.0%以下である。
 133 ◆貯法 容器 密閉容器◆

1 ステアリン酸カルシウム

2 Calcium Stearate

3 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
4 ミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$: 256.42)のカルシウム塩である。

5 本品を乾燥したものは定量するとき、カルシウム(Ca:
6 40.08) 6.4 ~ 7.1%を含む。

7 **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
8 あり、皮膚につきやすく、においはないか、又は僅かに特異
9 なにおいがある。

10 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん
11 ど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品3 gに薄めた塩酸(1→2) 20 mL及びジエチルエー
14 テル30 mLを加え、3分間激しく振り混ぜた後、放置する。
15 分離した水層はカルシウム塩の定性反応 (1.09) の(1), (2)及
16 び(4)を呈する。

17 (2) (1)のジエチルエーテル層を分取し、希塩酸20 mL,
18 10 mL, 次に水20 mLを用いて順次洗った後、水浴上でジエ
19 チルエーテルを留去するとき、残留物の融点 (2.60) は54℃
20 以上(第2法)である。

21 **乾燥減量** (2.41) 4.0%以下(1 g, 105℃, 3時間)。

22 **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
23 く注意しながら加熱し、次第に強熱して灰化する。冷後、残
24 留物に希塩酸10 mLを加え、水浴上で10分間加温した後、温
25 湯10 mL, 10 mL及び5 mLを用いてフラスコに移し入れ、
26 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
27 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
28 トリウム液25 mL, pH 10.7のアンモニア・塩化アンモニウ
29 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
30 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
31 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
32 液で滴定 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の緑色が消
33 え、赤色を呈するときとする。同様の方法で空試験を行う。

34 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
35 1 mL
36 =2.004 mg Ca

37 **貯法** 容器 密閉容器。

1 ステアリン酸ポリオキシシル40

2 Polyoxyl 40 Stearate

3 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
4 ルで、 $\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OCOC}_{17}\text{H}_{35}$ で表され、 n は約40である。

5 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
6 ないか、又は僅かに脂肪様のにおいがある。

7 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにやや溶
8 けやすい。

9 凝固点 〈2.42〉 39.0 ～ 44.0℃

10 脂肪酸の凝固点 〈1.13〉 53℃以上。

11 酸価 〈1.13〉 1以下。

12 けん化価 〈1.13〉 25 ～ 35

13 純度試験 溶状 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は無
14 色澄明である。

15 強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

16 貯法 容器 気密容器。

1 ステアリン酸マグネシウム

2 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(3→25) 1 mLを追加するとき、白色の結晶性の沈殿を生じる。

3 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にプ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に硝酸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0.02 mol/L塩酸1.4 mLに硝酸1 mL及び水を加えて50 mLとする(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。ただし、検液及び比較液には塩化バリウム試液3 mLずつを加える(1.0%以下)。

乾燥減量 (2.41) 6.0%以下(2 g, 105°C, 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り、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り、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 μ L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と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(%) = $A/B \times 100$

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 μ m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°Cに保ち、その後、毎分5°Cで240°Cまで昇温し、240°Cを5分間保持する。

注入口温度：220°C付近の一定温度

検出器温度：260°C付近の一定温度

キャリアーガス：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り、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 μ L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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ステアリン酸メチル

103 に対するパルミチン酸メチルの相対保持時間は約0.9
 104 であり、その分離度は5.0以上である。
 105 システムの再現性：システム適合性試験用溶液につき、
 106 上記の条件で試験を6回繰り返すとき、パルミチン酸
 107 メチル及びステアリン酸メチルのピーク面積の相対標
 108 準偏差は3.0%以下である。また、ステアリン酸メチ
 109 ルのピーク面積に対するパルミチン酸メチルのピーク
 110 面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

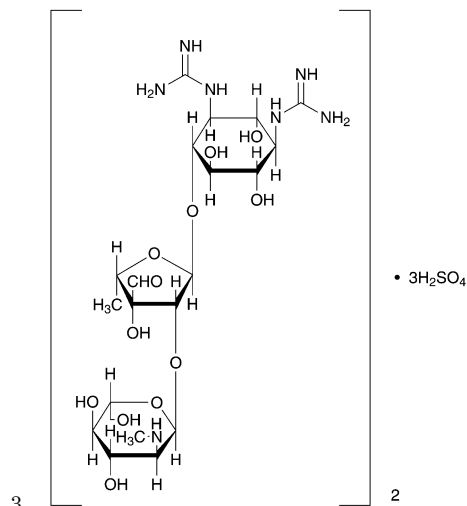
111 **定量法** 本品約0.5 gを精密に量り、250 mLのフラスコにとり、
 112 これにエタノール(99.5)/1-ブタノール混液(1:1) 50 mL、
 113 アンモニア水(28) 5 mL、pH 10の塩化アンモニウム緩衝液3
 114 mL、0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
 115 液30.0 mL及びエリオクロムブラックT試液1～2滴を加え、
 116 振り混ぜる。この液が澄明になるまで45～50℃で加熱し、
 117 冷後、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを
 118 0.1 mol/L硫酸亜鉛液で液の青色が紫色に変わるまで滴定
 119 〈2.50〉する。同様の方法で空試験を行う。

120 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
 121 1 mL
 122 =2.431 mg Mg

123 ◆貯法 容器 気密容器. ◆

1 ストレプトマイシン硫酸塩

2 Streptomycin Sulfate



4 $(C_{21}H_{39}N_7O_{12})_2 \cdot 3H_2SO_4 : 1457.38$

5 2-Deoxy-2-methylamino- α -L-glucopyranosyl-(1 \rightarrow 2)-

6 5-deoxy-3-C-formyl- α -L-lyxofuranosyl-(1 \rightarrow 4)-N,N'-

7 diamidino-D-streptamine sesquisulfate

8 [3810-74-0]

9 本品は、*Streptomyces griseus*の培養によって得られる抗
10 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。

11 本品は定量するとき、換算した乾燥物1 mg当たり740 ~
12 820 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、ストレプトマ
13 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。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

15 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)に極めて溶けにく
16 い。

17 確認試験

18 (1) 本品50 mgを水5 mLに溶かし、ニンヒドリン試液1
19 mL及びピリジン0.5 mLを加え、10分間加熱するとき、液は
20 紫色を呈する。

21 (2) 本品及びストレプトマイシン硫酸塩標準品10 mgずつ
22 を水10 mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これら
23 の液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を
24 行う。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを薄層クロマトグラ
25 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。
26 次にリン酸二水素カリウム溶液(7 \rightarrow 100)を展開溶媒として約
27 12 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに1,3-ジヒド
28 ロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1 \rightarrow 500)/薄めた硫
29 酸(1 \rightarrow 5)混液(1 : 1)を均等に噴霧した後、約150℃で約5分間
30 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
31 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
32 しい。

33 (3) 本品の水溶液(1 \rightarrow 5)は硫酸塩の定性反応 (1.09) を呈
34 する。

35 旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20} : -79 \sim -88^\circ$ (乾燥物に換算したもの

36 0.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

37 pH (2.54) 本品2.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ~
38 7.0である。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品1.0 gを水5 mLに溶かすとき、液は澄明で
41 ある。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により
42 試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.17以下で
43 ある。

44 (2) 類縁物質 本品0.20 gを正確に量り、メタノール/硫
45 酸混液(97 : 3)に溶かして5 mLとし、還流冷却器を付けて1
46 時間加熱した後、冷却する。冷却器をメタノール/硫酸混液
47 (97 : 3)適量で洗い、メタノール/硫酸混液(97 : 3)を加えて
48 正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にD-マンノース36
49 mgを正確に量り、メタノール/硫酸混液(97 : 3)に溶かして
50 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。
51 冷却器をメタノール/硫酸混液(97 : 3)適量で洗い、メタノ
52ール/硫酸混液(97 : 3)を加えて正確に50 mLとする。この
53 液5 mLを正確に量り、メタノール/硫酸混液(97 : 3)を加え
54 て正確に50 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、
55 薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶
56 液及び標準溶液10 μ Lを薄層クロマトグラフィー用シリカゲ
57 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/
58 メタノール/酢酸(100)混液(2 : 1 : 1)を展開溶媒として13 ~
59 15 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに1,3-ジヒド
60 ロキシナフタレンのエタノール(95)溶液(1 \rightarrow 500)/薄めた硫
61 酸(1 \rightarrow 5)混液(1 : 1)を均等に噴霧した後、110℃で5分間加熱
62 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
63 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
64 くない。

65 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(0.5 g, 減圧・0.67 kPa以下、
66 60℃, 3時間)。

67 強熱残分 (2.44) 1.0%以下(1 g)。

68 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
69 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

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

71 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、滅菌後の
72 pHは7.8 ~ 8.0とする。

73 (iii) 標準溶液 ストレプトマイシン硫酸塩標準品を乾燥し、
74 その約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたpH
75 6.0のリン酸塩緩衝液(1 \rightarrow 2)に溶かして正確に50 mLとし、
76 標準原液とする。標準原液は5 ~ 15℃に保存し、30日以内
77 に使用する。用時、標準原液適量を正確に量り、pH 8.0の
78 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて1 mL中に8 μ g(力価)及び2
79 μ g(力価)を含む液を調製し、高濃度標準溶液及び低濃度標準
80 溶液とする。

81 (iv) 試料溶液 本品約20 mg(力価)に対応する量を精密に
82 量り、水に溶かして正確に50 mLとする。この液適量を正確
83 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
84 に8 μ g(力価)及び2 μ g(力価)を含む液を調製し、高濃度試料
85 溶液及び低濃度試料溶液とする。

86 貯法 容器 気密容器。

1 注射用ストレプトマイシン硫酸塩

2 Streptomycin Sulfate for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ～ 110.0%
5 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
6 む。

7 製法 本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の
8 製法により製する。

9 性状 本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である。

10 確認試験 「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験(2)を準
11 用する。

12 浸透圧比 別に規定する。

13 pH (2.54) 本品の「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0 g(力
14 価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～ 7.0
15 である。

16 純度試験 溶状 本品の「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0
17 g(力価)に対応する量をとり、水3 mLに溶かすとき、液は澄
18 明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法
19 〈2.24〉により試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度
20 は0.50以下である。

21 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下(0.5 g, 減圧・0.67 kPa以下,
22 60℃, 3時間)。

23 エンドトキシン (4.01) 0.10 EU/mg(力価)未満。

24 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

25 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

26 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

27 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、
28 適合する。

29 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
30 〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う。

31 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫
32 酸塩」の定量法を準用する。

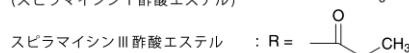
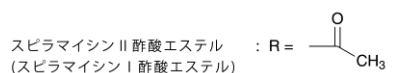
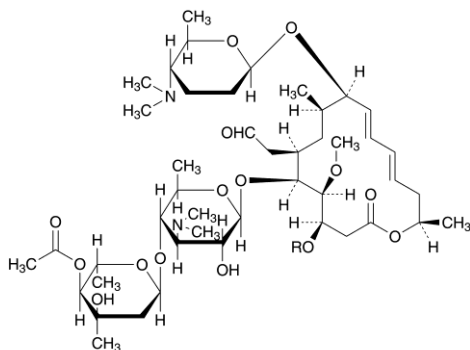
33 (ii) 試料溶液 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密
34 に量る。「ストレプトマイシン硫酸塩」約1 g(力価)に対応
35 する量を精密に量り、水に溶かして正確に200 mLとする。

36 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
37 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
38 製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

39 貯法 容器 密封容器。

1 スピラマイシン酢酸エステル

2 Spiramycin Acetate



3

4 (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))

5 (3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-3-

6 Acetoxy-5-[4-*O*-acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- α -

7 *L*-ribo-hexopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-3,6-dideoxy-3-

8 dimethylamino- β -D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-

9 tetraideoxy-4-dimethylamino- β -D-*erythro*-

10 hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-4-methoxy-

11 8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olide

12 [87111-42-0]

13 (スピラマイシンⅢ酢酸エステル)

14 (3*R*,4*S*,5*S*,6*R*,8*R*,9*R*,10*E*,12*E*,15*R*)-5-

15 [4-*O*-Acetyl-2,6-dideoxy-3-*C*-methyl- α -*L*-ribo-

16 hexopyranosyl-(1 \rightarrow 4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino- β -

17 D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetraideoxy-4-

18 dimethylamino- β -D-*erythro*-hexopyranosyloxy)-6-

19 formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-

20 propanoyloxyhexadeca-10,12-dien-15-olide

21 [112501-15-2]

22
23 本品は、*Streptomyces ambofaciens*の培養によって得ら
24 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
25 導体である。

26 本品は定量するとき、換算した乾燥物1 mg当たり900 ~
27 1450 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、スピラマイ
28 シンⅡ酢酸エステル(C₄₇H₇₈N₂O₁₆ : 927.13)としての量をス
29 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
30 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
31 (C₄₇H₇₈N₂O₁₆) 0.7225 mgに対応する。

32 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

33 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、
34 エタノール(99.5)に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

35 確認試験

36 (1) 本品のメタノール溶液(1 \rightarrow 50000)につき、紫外可視
37 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品
38 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
39 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
40 る。

41 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の
42 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
43 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
44 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

45 成分含量比 本品25 mgを移動相25 mLに溶かし、試料溶液と
46 する。試料溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラ
47 フィー(2.01)により試験を行い、スピラマイシンⅡ酢酸エ
48 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
49 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
50 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
51 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
52 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}
53 と A_V の和の割合を求めるとき、 A_{II} は30 ~ 45%、 A_{IV} は30
54 ~ 45%、 A_{III} と A_V の和は25%以下である。ただし、スピラ
55 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、
56 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
57 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
58 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、
59 約2.3、約0.85及び約1.4である。

60 試験条件

61 検出器：紫外吸光度計(測定波長：231 nm)

62 カラム：内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に3 μ m
63 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
64 カゲルを充填する。

65 カラム温度：35℃付近の一定温度

66 移動相：アセトニトリル/0.02 mol/Lリン酸二水素カリ
67 ウム試液/リン酸水素二カリウム溶液(87 \rightarrow 25000)混
68 液(26 : 7 : 7)

69 流量：スピラマイシンⅡ酢酸エステルの保持時間が約
70 10分になるように調整する。

71 システム適合性

72 システムの性能：スピラマイシンⅡ酢酸エステル標準品
73 25 mgを移動相に溶かし、100 mLとする。この液5
74 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、スピラマイ
75 シンⅡ酢酸エステルのピークの理論段数及びシンメト
76 リー係数は、それぞれ14500段以上、2.0以下である。
77 システムの再現性：試料溶液5 μ Lにつき、上記の条件
78 で試験を6回繰り返すとき、スピラマイシンⅡ酢酸エ
79 ステルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
80 る。

81 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1 g、減圧、酸化リン(V)、60℃、
82 3時間)。

83 強熱残分(2.44) 0.5%以下(1 g)。

84 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
85 (4.02)の円筒平板法により試験を行う。

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

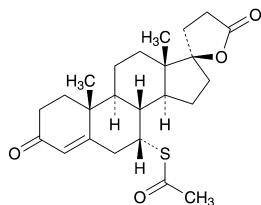
87 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。

88 (iii) 標準溶液 スピラマイシンⅡ酢酸エステル標準品約50
89 mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール20 mLに溶

90 かし，更に，pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
91 を加えて正確に50 mLとし，標準原液とする．標準原液は
92 5℃以下に保存し，3日以内に使用する．用時，標準原液適
93 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
94 衝液を加えて1 mL中に80 µg(力価)及び20 µg(力価)を含む液
95 を調製し，高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする．
96 (iv) 試料溶液 本品約50 mg(力価)に対応する量を精密に
97 量り，メタノール20 mLに溶かし，pH 8.0の抗生物質用0.1
98 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする．この液
99 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
100 緩衝液を加えて1 mL中に80 µg(力価)及び20 µg(力価)を含む
101 液を調製し，高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする．
102 貯法 容器 気密容器．

1 スピロノラクトン

2 Spironolactone

4 $C_{24}H_{32}O_4S$: 416.575 7 α -Acetylsulfanyl-3-oxo-17 α -pregn-4-ene-21,17-carbolactone

6 [52-01-7]

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
8 ($C_{24}H_{32}O_4S$) 97.0 ~ 103.0%を含む。

9 性状 本品は白色～淡黄褐色の微細な粉末である。

10 本品はクロロホルムに溶けやすく、エタノール(95)にやや
11 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
12 い。

13 融点：198 ~ 207℃ 125℃の浴液中に挿入し、140 ~
14 185℃の間は1分間に約10℃、その前後は1分間に約3℃
15 上昇するように加熱を続ける。

16 本品は結晶多形が認められる。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
19 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
20 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
21 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
22 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
23 の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
25 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
26 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
27 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
28 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
29 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
30 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、
31 残留物につき、同様の試験を行う。

32 旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -33 ~ -37° (乾燥後, 0.25 g, クロ
33 ロホルム, 25 mL, 200 mm)。

34 純度試験

35 (1) メルカプト化合物 本品2.0 gに水20 mLを加えて振
36 り混ぜた後、ろ過し、ろ液10 mLにデンプン試液1 mL及び
37 0.01 mol/Lヨウ素液0.05 mLを加えて振り混ぜるとき、液は
38 青色を呈する。

39 (2) 類縁物質 本品0.20 gをエタノール(95) 10 mLに溶か
40 し、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、エタノール
41 (95)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これ
42 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験
43 を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグ

44 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
45 る。次に酢酸 n -ブチルを展開溶媒として約15 cm展開した
46 後、薄層板を風乾する。これに硫酸のメタノール溶液(1→
47 10)を均等に噴霧した後、105℃で10分間加熱するとき、試
48 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
49 得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105℃, 2時間)。

51 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

52 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
53 燥し、その約50 mgずつを精密に量り、それぞれをメタノー
54 ルに溶かし、正確に250 mLとする。これらの液5 mLずつを
55 正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に100 mL
56 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
57 につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、
58 波長238 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

59 スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)= $M_S \times A_T / A_S$ 60 M_S : スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

61 貯法 容器 気密容器。

1 スピロノラクトン錠

2 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に対応する量を取り、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を取り、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 μ m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 μ g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 μ L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 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

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

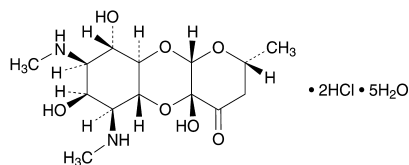
システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、スピロノラクトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5以下である。

システムの再現性: 標準溶液10 μ L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。

1 スペクチノマイシン塩酸塩水和物

2 Spectinomycin Hydrochloride Hydrate



3 $C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$: 495.35

4 (2R,4aR,5aR,6S,7S,8R,9S,9aR,10aS)-

5 4a,7,9-Trihydroxy-2-methyl-6,8-bis(methylamino)-

6 2,3,4a,5a,6,7,8,9a,10a-decahydro-

7 4H-pyrano[2,3-b][1,4]benzodioxin-4-one

8 dihydrochloride pentahydrate

9 [22189-32-8]

11 本品は、*Streptomyces spectabilis*の培養によって得られ
12 る抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である。

13 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり763 ~
14 831 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、スペクチノ
15 マイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$: 332.35)としての量を質量(力価)で
16 示す。

17 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

18 本品は水に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶けな
19 い。

20 確認試験

21 (1) 本品の水溶液(1→100) 5 mLにアントロン試液を穏や
22 かに加えるとき、接界面は、青色～青緑色を呈する。

23 (2) 本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき、赤
24 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
25 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
26 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品の水溶液(1→150) 3 mLに硝酸銀試液1滴を加え
28 るとき、液は白濁する。

29 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +15 ~ +21°(脱水物に換算したも
30 の2.1 g, 水, 25 mL, 200 mm)。

31 pH(2.54) 本品0.10 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0
32 ~ 5.6である。

33 純度試験 類縁物質 本品0.20 gを水5 mLに溶かし、試料溶
34 液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に
35 100 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
36 ロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び
37 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
38 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
39 ール/水/ピリジン/酢酸(100)混液(10 : 8 : 1 : 1)を展開溶
40 媒として約12 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにア
41 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
42 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
43 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
44 い。

45 水分(2.48) 16.0 ~ 20.0%(0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

46 強熱残分(2.44) 1.0%以下(1 g)。

47 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
48 (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
49 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
50 ラゼン1 mLをそれぞれに加え、室温に1時間放置し、試料溶
51 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、
52 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
53 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
54 ピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

55 スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$)の量[µg(力価)]

56 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

57 M_S : スペクチノマイシン塩酸塩標準品の称取量[mg(力
58 価)]

59 内標準溶液 トリフェニルアンチモン N,N -ジメチルホ
60 ルムアミド溶液(1→500)

61 試験条件

62 検出器 : 水素炎イオン化検出器

63 カラム : 内径3 mm, 長さ60 cmのガラス管にガスクロ
64 マトグラフィー用5%フェニルーメチルシリコーンポ
65 リマーをシラン処理した150 ~ 180 µmのガスクロマ
66 トグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したも
67 のを充填する。

68 カラム温度 : 190°C付近の一定温度

69 注入口温度 : 215°C付近の一定温度

70 検出器温度 : 220°C付近の一定温度

71 キャリヤーガス : ヘリウム

72 流量 : スペクチノマイシンの保持時間が約10分になる
73 ように調整する。

74 システム適合性

75 システムの性能 : 標準溶液1 µLにつき、上記の条件で
76 操作するとき、内標準物質、スペクチノマイシンの順
77 に溶出し、その分離度は2.0以上である。

78 システムの再現性 : 標準溶液1 µLにつき、上記の条件
79 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
80 に対するスペクチノマイシンのピーク面積の比の相対
81 標準偏差は1.5以下である。

82 貯法 容器 気密容器。

1 注射用スペクチノマイシン塩酸塩

2 Spectinomycin Hydrochloride for Injection

3 本品は用時懸濁して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の97.5～117.5%に

5 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。

6 製法 本品は「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」をとり、注
7 射剤の製法により製する。

8 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

9 確認試験 「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」の確認試験
10 (2)を準用する。

11 pH (2.54) 本品の「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」70
12 mg(力価)に対応する量を水10 mLに溶かした液のpHは4.0～
13 5.6である。

14 純度試験 溶状 本品の「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」
15 0.70 g(力価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄
16 明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法
17 〈2.24〉により試験を行うとき、波長425 nmにおける吸光度
18 は0.10以下である。

19 水分 (2.48) 16.0～20.0%(0.3 g、容量滴定法、直接滴定)。

20 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する(T ：
21 別に規定する)。

22 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、
23 適合する。

24 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
25 「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」約20 mg(力価)に対応
26 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
27 し、1,1,1,3,3,3-ヘキサメチルジシラザン1 mLを加え、室
28 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
29 ン塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
30 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
31 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
32 溶液とする。以下「スペクチノマイシン塩酸塩水和物」の定
33 量法を準用する。

34 スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$)の量[mg(力価)]
35 $=M_S \times Q_T / Q_S$

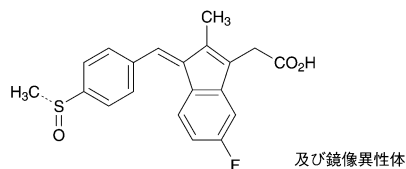
36 M_S ：スペクチノマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力
37 価)]

38 内標準溶液 トリフェニルアンチモンの N,N -ジメチルホ
39 ルムアミド溶液(1→500)

40 貯法 容器 密封容器。

1 スリンダク

2 Sulindac



3 及び鏡像異性体

4 $C_{20}H_{17}FO_3S$: 356.41

5 (1Z)-(5-Fluoro-2-methyl-1-{4-[(RS)-

6 methylsulfinyl]benzylidene}-1H-inden-3-yl)acetic acid

7 [38194-50-2]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、スリンダク
9 ($C_{20}H_{17}FO_3S$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

10 性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

11 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、
12 水にほとんど溶けない。

13 本品のメタノール溶液(1→100)は旋光性を示さない。

14 融点：約184℃(分解)。

15 確認試験

16 (1) 本品15 mgを塩酸のメタノール溶液(1→120) 1000 mL
17 に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により
18 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
19 pektルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のと
20 ころに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
22 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
23 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
24 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

25 純度試験 類縁物質 本品0.25 gをとり、メタノール10 mLに
26 溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタ
27 ノールを加えて正確に100 mLとする。この液5 mL、4 mL
28 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
29 に10 mLとし、標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)と
30 する。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉
31 により試験を行う。試料溶液、標準溶液(1)、標準溶液(2)及
32 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
33 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。
34 次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(97 : 3)を展開溶媒として、
35 約17 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波
36 長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以
37 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
38 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
39 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
40 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
41 下である。

42 乾燥減量〈2.41〉 0.5%以下(1 g, 減圧・0.7 kPa以下, 100℃,
43 2時間)。

44 強熱残分〈2.44〉 0.1%以下(1 g, 白金るつぽ)。

45 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

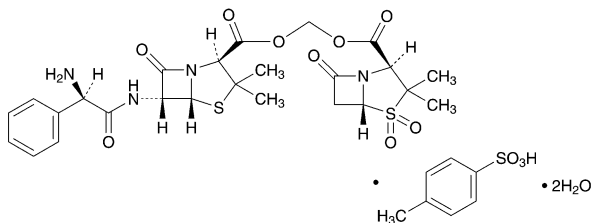
46 ル50 mLに溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定
47 〈2.50〉する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補
48 正する。

49 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=35.64 mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

50 貯法 容器 気密容器。

1 スルタミシリントシル酸塩水和物

2 Sultamicillin Tosilate Hydrate



3 $\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_9\text{S}_2 \cdot \text{C}_7\text{H}_8\text{O}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 802.89

4 (2*S*,5*R*)-(3,3-Dimethyl-4,4,7-trioxo-4-thia-1-

5 azabicyclo[3.2.0]hept-2-ylcarbonyloxy)methyl

6 (2*S*,5*R*,6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetyl-amino]-

7 3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-

8 2-carboxylate mono-4-toluenesulfonate dihydrate

9 [83105-70-8, 無水物]

11 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱残留溶媒物1
12 mg当たり698 ～ 800 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価
13 はスルタミシリン($\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{N}_4\text{O}_9\text{S}_2$: 594.66)としての量を質量
14 (力価)で示す。

15 **性状** 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

16 本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール(99.5)
17 に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

18 確認試験

19 (1) 本品のメタノール溶液(1→1000)につき、紫外可視吸
20 光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品の
21 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
22 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
23 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
24 の強度の吸収を認める。

25 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のペ
26 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
27 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
28 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
29 同様の強度の吸収を認める。

30 **旋光度**〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: +173 ～ +187°(脱水物に換算した
31 もの0.5 g、水/アセトニトリル混液(3 : 2)、25 mL、100
32 mm)。

33 純度試験

34 (1) アンピシリン 本操作は速やかに行う。本品約20 mg
35 を精密に量り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶
36 液とする。別にアンピシリン標準品約20 mg(力価)に対応す
37 る量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に100 mLとする。
38 この液6 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLと
39 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μL ずつを正
40 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉によ
41 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
42 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
43 溶液のピーク面積より大きくない。

試験条件

45 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準
46 用する。

47 移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12 gを水約
48 750 mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)を加えてpH
49 3.0に調整した後、水を加えて1000 mLとする。この
50 液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル80 mL
51 に加え、1000 mLとする。

52 流量：アンピシリンの保持時間が約14分になるように
53 調整する。

54 システム適合性

55 システムの性能：アンピシリン標準品12 mg、スルバク
56 タム標準品4 mg及び*p*-トルエンスルホン酸一水和物
57 4 mgを移動相1000 mLに溶かし、この液25 μL につき、
58 上記の条件で操作するとき、スルバクタム、*p*-トル
59 エンスルホン酸、アンピシリンの順に溶出し、それぞ
60 れの分離度は2.0以上である。

61 システムの再現性：標準溶液25 μL につき、上記の条件
62 で試験を6回繰り返すとき、アンピシリンのピーク面
63 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

64 (2) スルバクタム 本操作は速やかに行う。本品約20 mg
65 を精密に量り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶
66 液とする。別にスルバクタム標準品約20 mg(力価)に対応す
67 る量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に100 mLとする。
68 この液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLと
69 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μL ずつを正
70 確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉によ
71 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
72 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
73 溶液のピーク面積より大きくない。

74 試験条件

75 純度試験(1)の試験条件を準用する。

76 システム適合性

77 純度試験(1)のシステム適合性を準用する。

78 (3) ペニシロ酸 本品約25 mgを精密に量り、100 mLの
79 共栓フラスコに入れ、アセトニトリル1 mLに溶かし、pH
80 3.0の0.02 mol/Lリン酸塩緩衝液25 mLを加える。この液に
81 0.005 mol/Lヨウ素液5 mLを正確に加え、密栓して5分間放
82 置した後、0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液で滴定〈2.50〉
83 する(指示薬：デンプン試液1.0 mL)。同様の方法で空試験を
84 行い、補正するとき、ペニシロ酸($\text{C}_{25}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{O}_{11}\text{S}_2$: 630.69)
85 の量は3.0%以下である。

86 0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL

87 =0.2585 mg $\text{C}_{25}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{O}_{11}\text{S}_2$

88 (4) 残留溶媒〈2.46〉 本品約0.1 gを精密に量り、メタノ
89 ール2 mLに溶かし、更に水を加えて正確に20 mLとし、試
90 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
91 和し、正確に200 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メ
92 タノール10 mLを加え、更に水を加えて正確に100 mLとし、
93 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
94 とり、次の条件でガスクロマトグラフィー〈2.02〉により試
95 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
96 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、

97	2.0%以下である.	148	調整する.
98	酢酸エチルの量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/5$	149	システム適合性
99	M_S : 酢酸エチルの秤取量(mg)	150	システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
100	M_T : 本品の秤取量(mg)	151	操作するとき, <i>p</i> -トルエンスルホン酸, スルタミシ
101	試験条件	152	リン, 内標準物質の順に溶出し, それぞれの分離度は
102	検出器: 水素炎イオン化検出器	153	2.0以上である.
103	カラム: 内径3 mm, 長さ1 mの管に150 ~ 180 μ mのガ	154	システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件
104	スクロマトグラフィー用多孔性スチレンージビニルベ	155	で試験を6回繰り返すとき, スルタミシリンのピーク
105	ンゼン共重合体(平均孔径0.0085 μ m, 300 ~ 400	156	面積の相対標準偏差は2.0%以下である.
106	m ² /g)を充填する.	157	貯法 容器 気密容器.
107	カラム温度: 155℃付近の一定温度		
108	キャリアーガス: 窒素		
109	流量: 酢酸エチルの保持時間が約6分になるように調整		
110	する.		
111	システム適合性		
112	システムの性能: 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件で		
113	操作するとき, 酢酸エチルのピークの理論段数及びシ		
114	ンメトリー係数は, それぞれ500段以上, 1.5以下で		
115	ある.		
116	システムの再現性: 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件		
117	で試験を6回繰り返すとき, 酢酸エチルのピーク面積		
118	の相対標準偏差は5%以下である.		
119	水分 (2.48) 4.0 ~ 6.0%(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定).		
120	強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1 g).		
121	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		
122	ル酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り, そ		
123	れぞれを移動相に溶かし, 正確に50 mLとする. この液5		
124	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		
125	加えた後, 移動相を加えて25 mLとし, 試料溶液及び標準溶		
126	液とする. 試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき, 次の条件で		
127	液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 内標準		
128	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		
129	Q_T 及び Q_S を求める.		
130	スルタミシリン(C ₂₅ H ₃₀ N ₄ O ₉ S ₂)の量[μ g(力価)]		
131	= $M_S \times Q_T/Q_S \times 1000$		
132	M_S : スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力		
133	価)]		
134	内標準溶液 4-アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶		
135	液(1→2500)		
136	試験条件		
137	検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 215 nm)		
138	カラム: 内径3.9 mm, 長さ30 cmのステンレス管に10		
139	μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル		
140	化シリカゲルを充填する.		
141	カラム温度: 35℃付近の一定温度		
142	移動相: リン酸二水素ナトリウム二水和物3.12 gに水約		
143	750 mLを加えて溶かし, 薄めたリン酸(1→10)を加え		
144	てpH 3.0に調整した後, 水を加えて1000 mLとする.		
145	この液を液体クロマトグラフィー用アセトニトリル		
146	400 mLに加えて1000 mLとする.		
147	流量: スルタミシリンの保持時間が約4分になるように		

1 スルタミシリントシル酸塩錠

2 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 μ m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: デンブン試液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。

$$0.005 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 0.2585 \text{ mg } C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$$

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。

$$\text{スルタミシリン}(C_{25}H_{30}N_4O_9S_2)\text{の量}[\text{mg(力価)}] \\ = M_S \times Q_T / Q_S \times 24 / V$$

$$M_S: \text{スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量}[\text{mg(力価)}]$$

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 μ m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 μ L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。

$$\text{スルタミシリン}(C_{25}H_{30}N_4O_9S_2)\text{の表示量に対する溶出率}(\%) \\ = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 450 \times 3.126$$

$$M_S: p\text{-トルエンスルホン酸一水和物の秤取量}(\text{mg})$$

$$C: 1 \text{ 錠中のスルタミシリン}(C_{25}H_{30}N_4O_9S_2)\text{の表示量} \\ [\text{mg(力価)}]$$

試験条件

検出器: 紫外吸光度計(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 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 35°C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 μ L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 μ L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。

$$\text{スルタミシリン}(C_{25}H_{30}N_4O_9S_2)\text{の量}[\text{mg(力価)}] \\ = M_S \times Q_T / Q_S$$

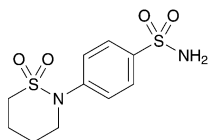
101 M_s : スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

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.

1 スルチアム

2 Sultiam

4 $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$: 290.36

5 4-(3,4,5,6-Tetrahydro-2H-1,2-thiazin-

6 2-yl)benzenesulfonamide S,S-dioxide

7 [61-56-3]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、スルチアム
9 ($C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$) 98.5%以上を含む。

10 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、
11 味は僅かに苦い。

12 本品は*N,N*-ジメチルホルムアミドに極めて溶けやすく、
13 *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
14 (95)に溶けにくく、水に極めて溶けにくく、ジエチルエーテ
15 ルにほとんど溶けない。

16 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

17 確認試験

18 (1) 本品0.02 gに水5 mL及び*n*-ブチルアミン1 mLを加え
19 て溶かし、硫酸銅(II)試液2～3滴を加え、よく振り混ぜる。
20 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、
21 クロロホルム層は緑色を呈する。

22 (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、
23 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
24 紙を青変する。冷後、融解物をガラス棒で砕き、水10 mLを
25 加えてかき混ぜ、ろ過する。ろ液4 mLに過酸化水素(30) 2滴、
26 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
27 るとき、白色の沈殿を生じる。

28 (3) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
29 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
30 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
31 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
32 る。

33 融点 (2.60) 185～188℃

34 純度試験

35 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液20
36 mLを加え、加温して溶かし、冷後、酢酸(100) 2 mL及び水
37 を加えて100 mLとして振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液10
38 mLを除き、次のろ液40 mLをとり、希硝酸6 mL及び水を加
39 えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は
40 0.01 mol/L塩酸0.25 mLに水酸化ナトリウム試液8 mL、酢酸
41 (100) 0.8 mL、希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする
42 (0.022%以下)。

43 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液20
44 mLを加え、加温して溶かし、冷後、希塩酸8 mL及び水を加
45 えて100 mLとして振り混ぜ、ろ過する。初めのろ液10 mL

46 を除き、次のろ液40 mLをとり、希塩酸1 mL及び水を加え
47 て50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は
48 0.005 mol/L硫酸0.40 mLに水酸化ナトリウム試液8 mL、希
49 塩酸4.2 mL及び水を加えて50 mLとする(0.048%以下)。

50 (3) 類縁物質 本品0.10 gをとり、メタノールに溶かし、
51 正確に20 mLとし、試料溶液とする。別にスルファニルアミ
52 ド10 mgをとり、メタノールに溶かし、正確に100 mLとす
53 る。この液10 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に
54 100 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層ク
55 ロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び
56 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
57 (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
58 クロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液(30 : 8 :
59 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。
60 これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液か
61 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
62 ットより濃くない。

63 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105℃, 3時間)。

64 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

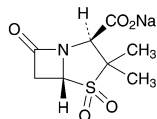
65 定量法 本品を乾燥し、その約0.8 gを精密に量り、*N,N*-ジ
66 メチルホルムアミド70 mLに溶かし、0.2 mol/Lテトラメチ
67 ルアンモニウムヒドロキシド液で滴定 (2.50) する(電位差滴
68 定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

69 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
70 =58.07 mg $C_{10}H_{14}N_2O_4S_2$

71 貯法 容器 密閉容器。

1 スルバクタムナトリウム

2 Sulbactam Sodium

4 $C_8H_{10}NNaO_5S$: 255.22

5 Monosodium (2S,5R)-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-
6 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate 4,4-dioxide
7 [69388-84-7]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり875 ~
9 941 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、スルバクタム
10 ($C_8H_{11}NO_5S$: 233.24)としての量を質量(力価)で示す。

11 **性状** 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

12 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ
13 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
14 んど溶けない。

15 **確認試験**

16 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
17 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
18 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
19 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

21 **旋光度**(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +219 ~ +233° (1 g, 水, 100 mL,
22 100 mm)。

23 **pH**(2.54) 本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.2 ~
24 7.2である。

25 **純度試験**

26 (1) **溶状** 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は澄明
27 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ
28 り試験を行うとき、波長430 nmにおける吸光度は0.10以下
29 である。

30 (2) **スルバクタムペニシラミン** 本品約0.2 gを精密に量
31 り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液とする。
32 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
33 40 mgを精密に量り、水2 mLに溶かし、水酸化ナトリウム
34 試液0.5 mLを加え、室温で10分間放置した後、1 mol/L塩酸
35 試液0.5 mLを加え、更に移動相を加えて正確に100 mLとす
36 る。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50
37 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ず
38 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
39 (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
40 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
41 き、スルバクタムペニシラミンの量は1.0%以下である。

42 スルバクタムペニシラミンの量(%)

$$43 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$$

44 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
45 ムの秤取量(mg)

46 M_T : 本品の秤取量(mg)47 **試験条件**

48 カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法の試験条
49 件を準用する。

50 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 230 nm)

51 **システム適合性**

52 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

53 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件
54 で試験を6回繰り返すとき, スルバクタムペニシラミ
55 ンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

56 **水分**(2.48) 1.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

57 **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
58 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
59 mLずつを正確に加えた後, 移動相を加えて50 mLとし, 試
60 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
61 つき, 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
62 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
63 ピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

64 スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量 $[\mu\text{g}(\text{力価})]$

$$65 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

66 M_S : スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

67 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→
68 1000)

69 **試験条件**

70 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 220 nm)

71 カラム : 内径3.9 mm, 長さ30 cmのステンレス管に10
72 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
73 化シリカゲルを充填する。

74 カラム温度 : 35°C付近の一定温度

75 移動相 : 0.005 mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロ
76 キンド試液750 mLに液体クロマトグラフィー用アセ
77 トニトリル250 mLを加える。

78 流量 : スルバクタムの保持時間が約6分になるように調
79 整する。

80 **システム適合性**

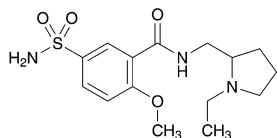
81 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
82 操作するとき, スルバクタム, 内標準物質の順に溶出
83 し, その分離度は1.5以上である。

84 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件
85 で試験を6回繰り返すとき, スルバクタムのピーク面
86 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

87 **貯法** 容器 気密容器。

1 スルピリド

2 Sulpiride

4 $C_{15}H_{23}N_3O_4S$: 341.435 *N*-(1-Ethylpyrrolidin-2-ylmethyl)-2-methoxy-5-

6 sulfamoylbenzamide

7 [15676-16-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、スルピリド
9 ($C_{15}H_{23}N_3O_4S$) 98.5 ~ 101.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。

11 本品は酢酸(100)又は希酢酸に溶けやすく、メタノールに
12 やや溶けにくく、エタノール(99.5)に溶けにくく、水にほと
13 んど溶けない。

14 本品は0.05 mol/L硫酸試液に溶ける。

15 本品のメタノール溶液(1→100)は、旋光性を示さない。

16 融点：約178℃(分解)。

17 **確認試験**

18 (1) 本品0.1 gを0.05 mol/L硫酸試液に溶かし、100 mLと
19 する。この液5 mLに水を加えて100 mLとした液につき、水
20 を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペ
21 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
22 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
23 様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
25 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
26 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
27 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

28 **純度試験**

29 (1) 溶状 本品2.0 gを希酢酸7 mLに溶かし、水を加えて
30 20 mLとするとき、液は澄明である。この液につき、水を対
31 照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うと
32 き、波長450 nmにおける吸光度は0.020以下である。

33 (2) 類縁物質 本品50 mgをメタノール10 mLに溶かし、
34 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
35 加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メ
36 タノールを加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。これ
37 らの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験
38 を行う。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを薄層クロマトグ
39 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
40 にスポットする。次に1-ブタノール/水/酢酸(100)混液
41 (4 : 2 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風
42 乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、試
43 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
44 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
45 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

46 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
47 ットより濃くない。

48 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(1 g, 105℃, 3時間)。49 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。50 **定量法** 本品を乾燥し、その約0.4 gを精密に量り、酢酸(100)

51 80 mLを加えて溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) す
52 る(指示薬：クリスタルバイオレット試液2滴)。ただし、滴
53 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。
54 同様の方法で空試験を行い、補正する。

55 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=34.14 mg $C_{15}H_{23}N_3O_4S$ 56 **貯法** 容器 密閉容器。

1 スルピリド錠

2 Sulpiride Tablets

3 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。

5 製法 本品は「スルピリド」をとり、錠剤の製法により製する。

6 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。

9 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。

11 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。

17 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)

$$18 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

19 M_S : 定量用スルピリドの秤取量(mg)

20 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。

25 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 μ m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 μ g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。

36 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$37 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

38 M_S : 定量用スルピリドの秤取量(mg)

39 C : 1錠中のスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の表示量(mg)

40 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

48 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。

52 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

53 M_S : 定量用スルピリドの秤取量(mg)

54 貯法 容器 気密容器。

1 スルピリドカプセル

2 Sulpiride Capsules

3 本品は定量するとき、表示量の95.0 ～ 105.0%に対応す
4 るスルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$: 341.43)を含む。

5 **製法** 本品は「スルピリド」をとり、カプセル剤の製法により
6 製する。

7 **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
8 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
9 とき、波長289 ～ 293 nmに吸収の極大を示す。

10 **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
11 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

12 本品1個をとり、0.05 mol/L硫酸試液30 mLを加え、30分
13 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
14 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
15 にV mLとし、ろ過する。初めのろ液20 mLを除き、次のろ
16 液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、試料
17 溶液とする。以下定量法を準用する。

18 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg)

$$19 = M_S \times A_T / A_S \times V / 50$$

20 M_S : 定量用スルピリドの秤取量(mg)

21 **溶出性** 別に規定する。

22 **定量法** 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量
23 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
24 gに対応する量を精密に量り、0.05 mol/L硫酸試液70 mLを
25 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
26 確に100 mLとし、ろ過する。初めのろ液20 mLを除き、次
27 のろ液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、
28 試料溶液とする。別に定量用スルピリドを105℃で3時間乾
29 燥し、その約50 mgを精密に量り、0.05 mol/L硫酸試液に溶
30 かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水
31 を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
32 び標準溶液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法
33 〈2.24〉により試験を行い、波長291 nmにおける吸光度 A_T 及
34 び A_S を測定する。

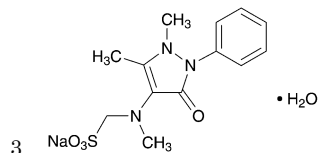
35 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S \times 2$

36 M_S : 定量用スルピリドの秤取量(mg)

37 **貯法** 容器 気密容器。

1 スルピリン水和物

2 Sulpyrine Hydrate

4 $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S} \cdot \text{H}_2\text{O}$: 351.35

5 Monosodium [(1,5-dimethyl-3-oxo-2-phenyl-

6 2,3-dihydro-1*H*-pyrazol-

7 4-yl)(methylamino)methanesulfonate monohydrate

8 [5907-38-0]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、スルピリン
10 ($\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S}$: 333.34) 98.5%以上を含む。

11 **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
12 はなく、味は苦い。

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

15 本品は光によって着色する。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→15) 3 mLに希硫酸2滴及びサラシ粉
18 試液1 mLを加えるとき、液は初め濃青色を呈し、直ちに赤
19 色を経て徐々に黄色に変わる。

20 (2) 本品の水溶液(1→25) 5 mLに希塩酸3 mLを加えて煮
21 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
22 ド臭を発する。

23 (3) 本品の水溶液(1→10)はナトリウム塩の定性反応
24 〈1.09〉を呈する。

25 純度試験

26 (1) 溶状及び液性 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、
27 液は澄明で、中性である。

28 (2) 硫酸塩 〈1.14〉 本品0.20 gを0.05 mol/L塩酸に溶かし
29 て50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は、
30 0.005 mol/L硫酸0.50 mLに0.05 mol/L塩酸を加えて50 mLと
31 する(0.120%以下)。

32 (3) メルブリン 本品0.10 gに水2 mL及び希硫酸1 mLを
33 加え、漏斗で覆い、穏やかに15分間煮沸する。冷後、酢酸
34 ナトリウム三水合物溶液(1→2) 2 mL及び水を加えて5 mLと
35 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
36 間放置するとき、液は澄明である。

37 (4) クロロホルム可溶物 本品1.0 gにクロロホルム10
38 mLを加え、30分間しばしば振り混ぜた後、ろ過する。沈殿
39 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
40 わせ、水浴上で蒸発乾固し、残留物を105℃で4時間乾燥す
41 るとき、その量は5.0 mg以下である。

42 乾燥減量 〈2.41〉 6.0%以下(1 g, 105℃, 4時間)。

43 **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
44 た塩酸(1→20) 100 mLを加えて溶かし、5～10℃に保ちな
45 がら直ちに0.05 mol/Lヨウ素液で滴定 〈2.50〉する。ただし、

46 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
47 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
48 ブン試液1 mL)。

49 0.05 mol/Lヨウ素液1 mL=16.67 mg $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{N}_3\text{NaO}_4\text{S}$

50 貯法

51 保存条件 遮光して保存する。

52 容器 気密容器。

1 スルピリン注射液

2 Sulpyrine Injection

3 本品は水性の注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示量の95.0 ～ 105.0%に対応す
5 るスルピリン水和物($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 351.35)を含む。

6 製法 本品は「スルピリン水和物」をとり、注射剤の製法によ
7 り製する。

8 性状 本品は無色～微黄色澄明の液である。

9 pH : 5.0 ～ 8.5

10 確認試験

11 (1) 本品の「スルピリン水和物」0.2 gに対応する容量を
12 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
13 シン粉試液1 mLを加えるとき、液は初め濃青色を呈し、直ち
14 に赤色を経て徐々に黄色に変わる。

15 (2) 本品の「スルピリン水和物」0.2 gに対応する容量を
16 とり、水を加えて5 mLとする。この液に希塩酸3 mLを加え
17 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
18 デヒド臭を発する。

19 採取容量 (6.05) 試験を行うとき、適合する。

20 不溶性異物 (6.06) 第1法により試験を行うとき、適合する。

21 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

22 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、
23 適合する。

24 定量法 本品2 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLと
25 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
26 50 mgに対応する容量 V mLを正確に量り、水を加えて正確
27 に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正
28 確に100 mLとし、試料溶液とする。別に定量用スルピリン
29 (別途「スルピリン水和物」と同様の条件で乾燥減量 (2.41)
30 を測定しておく)約50 mgを精密に量り、水に溶かし、正確
31 に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正
32 確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
33 2 mLずつを正確に量り、それぞれを25 mLのメスフラスコ
34 に入れ、エタノール(95) 5 mL、4-ジメチルアミノシンナ
35 ムアルデヒドのエタノール(95)溶液(1→250) 2 mL及び酢酸
36 (100) 2 mLずつを加え、よく振り混ぜて15分間放置した後、
37 水を加えて25 mLとする。これらの液につき、水2 mLを用
38 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
39 法 (2.24) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液から得
40 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
41 定する。

42 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
43 量(mg)

$$44 = M_S \times A_T / A_S \times 50 / V \times 1.054$$

45 M_S : 乾燥物に換算した定量用スルピリンの秤取量(mg)

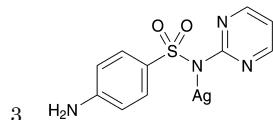
46 貯法

47 保存条件 遮光して、空気を「窒素」で置換して保存する。

48 容器 密封容器。本品は着色容器を使用することができる。

1 スルファジアジン銀

2 Sulfadiazine Silver

4 $C_{10}H_9AgN_4O_2S$: 357.145 Monosilver 4-amino-*N*-(pyrimidin-

6 2-yl)benzenesulfonamide

7 [22199-08-2]

8 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
9 ($C_{10}H_9AgN_4O_2S$) 99.0 ~ 102.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末で、においはない。
11 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん
12 ど溶けない。

13 本品はアンモニア試液に溶ける。

14 本品は光によって徐々に着色する。

15 融点：約275℃(分解)。

16 **確認試験** 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉
17 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
18 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
19 pektルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のと
20 ころに同様の強度の吸収を認める。

21 純度試験

22 (1) 硝酸塩 本品1.0 gを水250 mLに加え、50分間振り混
23 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
24 gを精密に量り、水に溶かし、正確に2000 mLとする。この
25 液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に200 mLとし、標準
26 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
27 り、クロモトロブ酸二ナトリウム二水和物の硫酸溶液(1→
28 10000) 5 mL及び硫酸を加えて正確に10 mLとする。別に水
29 2.0 mLを正確に量り、同様に操作して得た液を対照とし、
30 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長408
31 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
32 大きくない(0.05%以下)。

33 (2) 類縁物質 本品50 mgをエタノール(95)/アンモニア
34 水(28)混液(3 : 2) 5 mLに溶かし、試料溶液とする。この液2
35 mLを正確に量り、エタノール(95)/アンモニア水(28)混液
36 (3 : 2)を加えて正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に
37 量り、エタノール(95)/アンモニア水(28)混液(3 : 2)を加え
38 て正確に20 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、
39 薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。試料溶
40 液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリ
41 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。
42 次にクロロホルム/メタノール/アンモニア水(28)混液
43 (10 : 5 : 2)を展開溶媒として約15 cm展開した後、薄層板を
44 風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき、
45 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
46 ットは、標準溶液から得た主スポットより濃くない。

47 **乾燥減量**〈2.41〉 0.5%以下(1 g, 減圧, 酸化リン(V), 80℃,
48 4時間)。

49 **強熱残分**〈2.44〉 41 ~ 45%(1 g)。

50 **銀含量** 本品を乾燥し、その約50 mgを精密に量り、硝酸2
51 mLに溶かし、水を加えて正確に100 mLとする。この液1
52 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶
53 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、
54 水を加えて1 mL中に銀(Ag : 107.87) 1.0 ~ 2.0 μ gを含むよ
55 うに薄め、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、
56 次の条件で原子吸光光度法〈2.23〉により試験を行い、標準
57 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、
58 28.7 ~ 30.8%である。

59 使用ガス：

60 可燃性ガス アセチレン

61 支燃性ガス 空気

62 ランプ：銀中空陰極ランプ

63 波長：328.1 nm

64 **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
65 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
66 100 mLとする。これらの液1 mLずつを正確に量り、水を加
67 えて正確に100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試
68 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
69 量り、水を加えて正確に100 mLとした液を対照とし、紫外
70 可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行い、波長255 nmに
71 おける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

72 スルファジアジン銀($C_{10}H_9AgN_4O_2S$)の量(mg)73 $= M_S \times A_T / A_S$ 74 M_S ：スルファジアジン銀標準品の秤取量(mg)

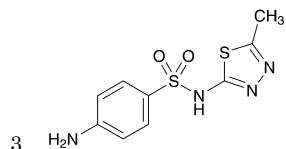
75 貯法

76 保存条件 遮光して保存する。

77 容器 密閉容器。

1 スルファメチゾール

2 Sulfamethizole

4 $C_9H_{10}N_4O_2S_2$: 270.33

5 4-Amino-N-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-

6 2-yl)benzenesulfonamide

7 [144-82-1]

8 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
9 ($C_9H_{10}N_4O_2S_2$) 99.0%以上を含む。

10 **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
11 いはない。

12 本品はエタノール(95)又は酢酸(100)に溶けにくく、水又
13 はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

14 本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 **確認試験** 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉
17 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
18 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
19 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

20 **融点** 〈2.60〉 208 ～ 211℃

21 純度試験

22 (1) 溶状 本品0.5 gに水酸化ナトリウム試液3 mL及び水
23 20 mLを加えて溶かすとき、液は無色澄明である。

24 (2) 酸 本品1.0 gに水50 mLを加え、70℃で5分間加温し
25 た後、氷水中で1時間放置し、ろ過する。ろ液25 mLにメチ
26 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
27 を加えるとき、液は黄色を呈する。

28 (3) 類縁物質 本品0.10 gをアセトン10 mLに溶かし、試
29 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、アセトンを加え
30 て正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、アセト
31 ンを加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。これらの液
32 につき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。
33 試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー
34 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
35 トする。次に酢酸エチル／酢酸(100)混液(20 : 1)を展開溶媒
36 として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外
37 線(主波長254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主ス
38 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
39 くない。

40 **乾燥減量** 〈2.41〉 0.5%以下(1 g, 105℃, 4時間)。

41 **強熱残分** 〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。

42 **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
43 及び水50 mLを加えて溶かし、更に臭化カリウム溶液(3→
44 10) 10 mLを加え、15℃以下に冷却した後、0.1 mol/L亜硝酸
45 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

46 〈2.50〉する。

47 0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液1 mL=27.03 mg $C_9H_{10}N_4O_2S_2$

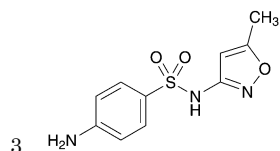
48 貯法

49 保存条件 遮光して保存する。

50 容器 密閉容器。

1 スルファメトキサゾール

2 Sulfamethoxazole

4 $C_{10}H_{11}N_3O_3S$: 253.285 4-Amino-*N*-(5-methylisoxazol-3-yl)benzenesulfonamide

6 [723-46-6]

7 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。

9 **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。

11 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。

14 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

15 本品は光によって徐々に着色する。

16 **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。

20 **融点** (2.60) 169 ~ 172°C

21 純度試験

22 (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。

24 (2) **酸** 本品1.0 gに水50 mLを加え、70°C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。

28 (3) **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。

42 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 4時間)。

43 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

44 **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、

46 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
47 (2.50) する(指示薬：チモールフタレイン試液0.5 mL)。別
48 に*N,N*-ジメチルホルムアミド30 mLに水26 mLを加えた液
49 につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

50 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=25.33 mg $C_{10}H_{11}N_3O_3S$

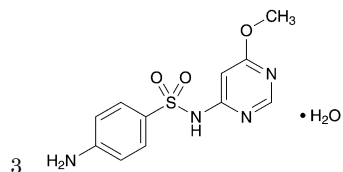
51 貯法

52 保存条件 遮光して保存する。

53 容器 密閉容器。

1 スルファモノメトキシシン水和物

2 Sulfamonomethoxine Hydrate

4 $C_{11}H_{12}N_4O_3S \cdot H_2O$: 298.32

5 4-Amino-N-(6-methoxypyrimidin-4-yl)benzenesulfonamide

6 monohydrate

7 [1220-83-3, 無水物]

8 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
9 シン($C_{11}H_{12}N_4O_3S$: 280.30) 99.0%以上を含む。

10 **性状** 本品は白色～微黄色の結晶，粒又は粉末で，においはな
11 い。

12 本品はアセトンにやや溶けやすく，エタノール(95)に溶け
13 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
14 ど溶けない。

15 本品は希塩酸又は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に着色する。

17 **確認試験** 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
18 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
19 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
20 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

21 **融点** (2.60) 204 ～ 206℃

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液5 mL及び水
24 20 mLを加えて溶かすとき，液は無色～微黄色澄明である。

25 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
26 熱するとき，白濁を生じない。冷後，更にアセトン5 mLを
27 加えるとき，液は澄明である。

28 (2) 類縁物質 本品0.02 gをエタノール(95) 10 mLに溶か
29 し，試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り，エタノール
30 (95)を加えて正確に200 mLとし，標準溶液とする。これ
31 らの液につき，薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験
32 を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグ
33 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
34 にスポットする。次に1-ブタノール/アンモニア水(28)混
35 液(4 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後，薄層板を風
36 乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，試
37 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
38 得られた主スポットより小さくなく，かつ濃くない。

39 **乾燥減量** (2.41) 4.5 ～ 6.5%(1 g, 105℃, 4時間)。

40 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

41 **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
42 及び水50 mLを加えて溶かし，更に臭化カリウム溶液(3→
43 10) 10 mLを加え，15℃以下に冷却した後，0.1 mol/L亜硝酸
44 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
45 (2.50) する。

46 0.1 mol/L亜硝酸ナトリウム液1 mL=28.03 mg $C_{11}H_{12}N_4O_3S$

47 貯法

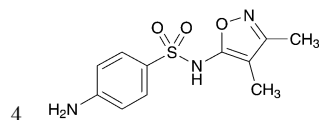
48 保存条件 遮光して保存する。

49 容器 密閉容器。

1 スルフィソキサゾール

2 Sulfoxazole

3 スルファフラゾール

5 $C_{11}H_{13}N_3O_3S$: 267.306 4-Amino-*N*-(3,4-dimethylisoxazol-

7 5-yl)benzenesulfonamide

8 [127-69-5]

9 本品を乾燥したものは定量するとき、スルフィソキサゾール
10 ($C_{11}H_{13}N_3O_3S$) 99.0%以上を含む。

11 **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、
12 味は僅かに苦い。

13 本品はピリジン又は*n*-ブチルアミンに溶けやすく、メタ
14 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、
15 酢酸(100)に溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて
16 溶けにくい。

17 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
18 に溶ける。

19 本品は光によって徐々に着色する。

20 確認試験

21 (1) 本品0.01 gに希塩酸1 mL及び水4 mLを加えて溶かし
22 た液は芳香族第一アミンの定性反応 (1.09) を呈する。

23 (2) 本品0.02 gに水5 mL及び*n*-ブチルアミン1 mLを加え
24 て溶かし、硫酸銅(II)試液2 ～ 3滴を加え、よく振り混ぜる。
25 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、
26 クロロホルム層は青緑色を呈する。

27 (3) 本品0.01 gをピリジン1 mLに溶かし、硫酸銅(II)試液
28 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
29 mLを加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡
30 黄褐色を呈する。

31 (4) 本品0.5 gに酢酸(100) 2 mLを加え、還流冷却器を付け
32 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。
33 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
34 溶液(3→10)約7 mLを加えてアルカリ性とし、必要ならばろ
35 過する。この液に直ちに酢酸(100)を滴加して酸性とし、生
36 じた沈殿をろ取し、メタノールから再結晶し、105℃で1時
37 間乾燥するとき、その融点 (2.60) は208 ～ 210℃である。

38 **融点** (2.60) 192 ～ 196℃(分解)。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品1.0 gに水酸化ナトリウム試液5 mL及び水
41 20 mLを加えて溶かすとき、液は無色～微黄色澄明である。

42 (2) 酸 本品1.0 gに水50 mLを加え、70℃で5分間加熱し
43 た後、氷水中で1時間放置し、ろ過する。ろ液25 mLにメチ
44 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
45 を加えるとき、液は黄色を呈する。

46 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(2 g, 105℃, 4時間)。

47 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

48 **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
49 50 mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.2 mol/L水酸化ナ
50 トリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：フェノールフタレイ
51 ン試液3滴)。別にメタノール50 mLに水18 mLを加えた液に
52 つき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

53 0.2 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=53.46 mg $C_{11}H_{13}N_3O_3S$

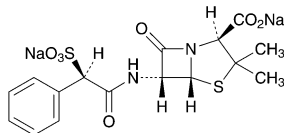
54 貯法

55 保存条件 遮光して保存する。

56 容器 密閉容器。

1 スルベニシリンナトリウム

2 Sulbenicillin Sodium

4 $C_{16}H_{16}N_2Na_2O_7S_2$: 458.42

5 Disodium (2*S*,5*R*,6*R*)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2*R*)-2-
6 phenyl-2-sulfonatoacetyl-amino]-4-thia-1-
7 azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate
8 [28002-18-8]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ～
10 970 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、スルベニシリ
11 ン($C_{16}H_{18}N_2O_7S_2$: 414.45)としての量を質量(力価)で示す。

12 **性状** 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、
14 エタノール(99.5)に溶けにくい。

15 本品は吸湿性である。

16 **確認試験**

17 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
18 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
19 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
20 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
21 ところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

23 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +167 ～ +182° (脱水物に換算した
24 もの1 g, 水, 20 mL, 100 mm)。

25 **pH** (2.54) 本品0.20 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ～
26 7.0である。

27 **純度試験**

28 (1) 溶状 本品2.5 gを水5 mLに溶かすとき、液は無色～
29 微黄色澄明である。

30 (2) 類縁物質 本品0.10 gを移動相15 mLに溶かし、試料
31 溶液とする。試料溶液10 μL につき、次の条件で液体クロマ
32 トグラフィー (2.01) により試験を行い、各々のピーク面積
33 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
34 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
35 クの量は2.0%以下である。また、スルベニシリンの二つの
36 ピーク以外のピークの合計は5.0%以下である。

37 **試験条件**

38 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

39 カラム：内径3.9 mm、長さ30 cmのステンレス管に5
40 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
41 化シリカゲルを充填する。

42 カラム温度：25℃付近の一定温度

43 移動相：リン酸二水素カリウム10 gを水750 mLに溶か
44 し、水酸化ナトリウム試液でpH 6.0±0.1に調整し、
45 水を加えて1000 mLとする。この液940 mLにアセト

46 ニトリル60 mLを加える。

47 流量：スルベニシリンの二つのピークのうち、後に溶出
48 するピークの保持時間が18分になるように調整する。

49 面積測定範囲：溶媒のピークの後からスルベニシリンの
50 二つのピークのうち、後に溶出するピークの保持時間
51 の1.5倍までの範囲

52 **システム適合性**

53 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
54 えて正確に100 mLとし、システム適合性試験用溶液
55 とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量
56 り、移動相を加えて正確に10 mLとした液10 μL から
57 得たスルベニシリンの二つのピークの合計面積が、シ
58 ステム適合性試験用溶液から得たスルベニシリンの二
59 つのピークの合計面積の7 ～ 13%であることを確認
60 する。

61 システムの性能：試料溶液10 μL につき、上記の条件で
62 操作するとき、スルベニシリンの二つのピークの分離
63 度は2.0以上である。

64 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μL に
65 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、スルベ
66 ニシリンの二つのピークの和の相対標準偏差は5.0%
67 以下である。

68 **水分** (2.48) 6.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

69 **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
70 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

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

72 (ii) 培地 培地(1)の1)のiを用いる。ただし、滅菌後の
73 pHは6.4 ～ 6.6とする。

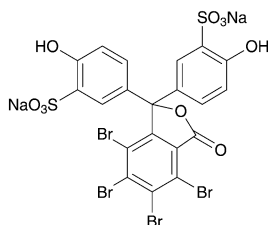
74 (iii) 標準溶液 スルベニシリンナトリウム標準品約50
75 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 6.0のリン酸塩緩
76 衝液に溶かして正確に50 mLとし、標準原液とする。標準原
77 液は凍結して保存し、4日以内に使用する。用時、標準原液
78 適量を正確に量り、pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL
79 中に40 μg (力価)及び10 μg (力価)を含む液を調製し、高濃度
80 標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

81 (iv) 試料溶液 本品約50 mg(力価)に対応する量を精密に
82 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
83 る。この液適量を正確に量り、pH 6.0のリン酸塩緩衝液を
84 加えて1 mL中に40 μg (力価)及び10 μg (力価)を含む液を調製
85 し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

86 **貯法** 容器 密封容器。

1 スルホブロモフタレインナトリウム

2 Sulfobromophthalein Sodium

4 $C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$: 838.00

5 Disodium 5,5'-(4,5,6,7-tetrabromo-

6 3-oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1,1-

7 diyl)bis(2-hydroxybenzenesulfonate)

8 [71-67-0]

9 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
10 インナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$) 96.0 ~ 104.0%を含む。

11 **性状** 本品は白色の結晶性の粉末で、においはない。

12 本品は水にやや溶けやすく、エタノール(95)又はジエチル
13 エーテルにほとんど溶けない。

14 本品は吸湿性である。

15 確認試験

16 (1) 本品0.02 gを水10 mLに溶かし、炭酸ナトリウム試液
17 1 mLを加えるとき、液は青紫色を呈し、これに希塩酸1 mL
18 を加えるとき、液の色は消える。

19 (2) 本品0.2 gを磁製るつぼにとり、無水炭酸ナトリウム
20 0.5 gを加えてよくかき混ぜた後、強熱して炭化し、冷後、
21 残留物に熱湯15 mLを加え、水浴上で5分間加熱した後、ろ
22 過する。ろ液に塩酸を加え、僅かに酸性とした液は、臭化物
23 の定性反応(1.09)並びに硫酸塩の定性反応(1.09)の(1)及び
24 (2)を呈する。

25 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

26 **pH** (2.54) 本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは4.0 ~
27 5.5である。

28 純度試験

29 (1) 溶状 本品0.5 gを水10 mLに溶かすとき、液は無色
30 ~微黄色澄明である。

31 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0 gをとり、試験を行う。比較
32 液には0.01 mol/L塩酸0.10 mLを加える(0.002%以下)。

33 (3) 硫酸塩 本品の水溶液(1→500) 10 mLに希塩酸5滴を
34 加え、沸騰するまで加熱し、これに熱塩化バリウム試液1
35 mLを加え、1分間後に観察するとき、液は澄明である。

36 (4) カルシウム 本品約5 gを精密に量り、磁製皿に入れ、
37 弱く加熱して炭化した後、700 ~ 750℃に強熱して炭化する。
38 冷後、希塩酸10 mLを加え、水浴上で5分間加熱した後、内
39 容物を50 mLの水を用いてフラスコに移し、8 mol/L水酸化
40 カリウム試液5 mL及びNN指示薬0.1 gを加えた後、0.01
41 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
42 (2.50) する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変
43 わるするときとする。

44 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

45 1 mL

46 =0.4008 mg Ca

47 カルシウム(Ca : 40.08)の量は0.05%以下である。

48 **乾燥減量** (2.41) 5.0%以下(0.5 g, 105℃, 3時間)。

49 **強熱残分** (2.44) 14 ~ 19%(乾燥後, 0.5 g, 700 ~ 750℃)。

50 **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
51 し、正確に500 mLとする。この液5 mLを正確に量り、無水
52 炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200 mLとする。
53 この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法
54 (2.24) により試験を行い、波長580 nm付近の吸収極大の波
55 長における吸光度Aを測定する。

56 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
57 (mg)

58 = $A / 881 \times 200000$

59 貯法

60 保存条件 遮光して保存する。

61 容器 気密容器。

1 スルホブロモフタレインナトリウム注射液

3 Sulfobromophthalein Sodium Injection

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示量の94.0 ～ 106.0%に対応する
6 スルホブロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$:
7 838.00)を含む。

8 **製法** 本品は「スルホブロモフタレインナトリウム」をとり、
9 注射剤の製法により製する。

10 **性状** 本品は無色～微黄色澄明の液である。

11 pH : 5.0 ～ 6.0

12 確認試験

13 (1) 本品の「スルホブロモフタレインナトリウム」0.02 g
14 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
15 リウム」の確認試験(1)を準用する。

16 (2) 本品の「スルホブロモフタレインナトリウム」0.1 g
17 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
18 水浴上で蒸発乾固し、更に強熱して炭化し、以下「スルホ
19 ロモフタレインナトリウム」の確認試験(2)を準用する。

20 **採取容量** (6.05) 試験を行うとき、適合する。

21 **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
22 とし、ウサギの体重1 kgにつき、この液5 mLを注射し、試
23 験を行うとき、適合する。

24 **定量法** 本品のスルホブロモフタレインナトリウム
25 ($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$)約0.1 gに対応する容量を正確に量り、
26 水を加えて正確に500 mLとする。以下「スルホブロモフタ
27 レインナトリウム」の定量法を準用する。

28 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
29 (mg)
30
$$=A/881 \times 200000$$

31 貯法

32 保存条件 遮光して保存する。

33 容器 密封容器。

1 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン

2 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、正確にとり、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

$$= \text{antilog } M \times (S_H \text{ 1 mL中の単位数}) \times b/a$$

$$M = IY_a/Y_b$$

$$I = \log (S_H/S_L) = \log (T_H/T_L)$$

$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

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、

103 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
104 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。

105
$$F'=(Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2/(4fs^2)$$

106 f : 各群の試験動物の数

107
$$s^2=\{\Sigma y^2 - (Y/f)\}/n$$

108 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
109 した値

110
$$Y=Y_1^2 + Y_2^2 + Y_3^2 + Y_4^2$$

111
$$n=4(f-1)$$

112
$$L=2\sqrt{(C-1)(CM^2+I^2)}$$

113
$$C=Y_b^2/(Y_b^2 - 4fs^2t^2)$$

114 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		

115 貯法

116 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

117 容器 気密容器。

118

1 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

2 Human Chorionic Gonadotrophin

3 胎盤性性腺刺激ホルモン

4 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
5 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。

6 本品は1 mg当たり2500ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン単位
7 以上を含む。また、タンパク質1 mg当たり3000単位以上の
8 絨毛性性腺刺激ホルモンを含む。

9 本品は定量するとき、表示単位の80～125%を含む。

10 性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末で、水に溶けやすい。

11 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
12 計算するとき、 b は120以下である。

13
$$b = E/I$$

14
$$E = (Y_3 - Y_4)/f$$

15 f : 1群の試験動物の数

16
$$I = \log (T_H/T_L)$$

17 純度試験

18 (1) 溶状 本品0.05 gを生理食塩液5 mLに溶かすとき、
19 液は無色～淡黄色澄明である。

20 (2) 卵胞ホルモン 去勢後少なくとも2週間以上経た雌の
21 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
22 100単位に対応する量を精密に量り、生理食塩液0.5 mLに溶
23 かし、皮下注射する。注射後、第3日、第4日及び第5日の3
24 日間、一日二回ずつ膈分泌物をとり、スライドガラスに薄く
25 塗付して乾燥した後、ギムザ試液で染色し、水で洗い、乾燥
26 して鏡検(5.01)するとき、発情像を認めない。

27 乾燥減量(2.41) 5.0%以下(0.1 g, 減圧, 酸化リン(V), 4時
28 間)。

29 エンドトキシン(4.01) 0.03 EU/単位未満。

30 異常毒性否定試験 本品の適量を取り、生理食塩液を加えて、
31 1 mL中に120単位を含むように調製し、試料溶液とする。
32 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
33 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、
34 7日間以上観察するとき、いずれも異常を示さない。

35 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
36 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
37 ンを含む。

38 (i) 試料溶液 本品の適量に水を加え、1 mL中にヒト絨
39 毛性性腺刺激ホルモン約500単位を含むように調製する。

40 (ii) 標準溶液 ウシ血清アルブミン約10 mgを精密に量り、
41 水に溶かし、正確に20 mLとする。この液に水を加え、1
42 mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300, 200,
43 100及び50 µg含む4種の標準溶液を調製する。

44 (iii) 操作法 内径約18 mm, 長さ約130 mmのガラス試験
45 管に各標準溶液及び試料溶液0.5 mLずつを、正確にとる。
46 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、
47 30℃の水浴中で10分間加温した後、更に、薄めたフォリン
48 試液(1→2) 0.5 mLを正確に加えて振り混ぜ、30℃の水浴中
49 で20分間加温する。これらの液につき、水0.5 mLを用いて

50 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
51 (2.24) により試験を行い、波長750 nmにおける吸光度を測
52 定する。

53 各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃
54 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
55 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
56 計算する。

57 定量法

58 (i) 試験動物 体重約45～65 gの健康な雌シロネズミを
59 用いる。

60 (ii) 標準溶液 ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン標準品をウシ
61 血清アルブミン・生理食塩液に溶かし、この液2.5 mL中に、
62 7.5, 15, 30及び60単位を含む4種の溶液を製する。この溶
63 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
64 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
65 清アルブミン・生理食塩液を注射し、対照とする。試験の結
66 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
67 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～
68 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
69 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
70 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
71 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
72 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。

73 (iii) 試料溶液 本品の表示単位に従い、その適量を精密に
74 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
75 等容量中を含むようにウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶
76 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
77 溶液 T_L とする。

78 (iv) 操作法 試験動物を1群10匹以上で各群同数のA, B,
79 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 ,
80 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
81 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
82 紙で軽く吸いとり、直ちに卵巣質量を量る。

83 (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
84 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
85 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。

86 本品1 mg中の単位数

87
$$= \text{antilog } M \times S_H \text{ 1 mL中の単位数} \times b/a$$

88
$$M = IY_a/Y_b$$

89
$$I = \log (S_H/S_L) = \log (T_H/T_L)$$

90
$$Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

91
$$Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

92 a : 本品の秤取量(mg)

93 b : 本品をウシ血清アルブミン・生理食塩液に溶かし、高
94 用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

95 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
96 きの n に対する F より小さい。また、次の式によって L (P =
97 0.95)を計算するとき、 L は0.3以下である。もし、 F' が F を、
98 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
99 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。

100
$$F' = (Y_1 - Y_2 - Y_3 + Y_4)^2 / (4fs^2)$$

- 101 f : 各群の試験動物の数
- 102 $s^2=\{\Sigma y^2-(Y/f)\}/n$
- 103 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
- 104 した値
- 105 $Y=Y_1^2+Y_2^2+Y_3^2+Y_4^2$
- 106 $n=4(f-1)$

107 $L=2\sqrt{(C-1)(CM^2+I^2)}$

108 $C=Y_b^2/(Y_b^2-4fs^2t^2)$

109 $t^2:s^2$ 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		

- 110 貯法
- 111 保存条件 遮光して, 冷所に保存する.
- 112 容器 気密容器.

1 注射用ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン

2 Human Chorionic Gonadotrophin for Injection

3 注射用胎盤性性腺刺激ホルモン

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 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
6 モン単位の80～125%を含む。

7 製法 本品は「ヒト絨毛性性腺刺激ホルモン」をとり、注射剤
8 の製法により製する。

9 性状 本品は白色～淡黄褐色の粉末又は塊である。

10 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
11 する。

12 pH (2.54) 生理食塩液1 mL中に本品2 mgを含むように調製
13 した液のpHは5.0～7.0である。

14 乾燥減量 (2.41) 5.0%以下(0.1 g, 減圧, 酸化リン(V), 4時
15 間)。

16 エンドトキシン (4.01) 0.03 EU/単位未満。

17 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。た
18 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。

19 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

20 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

21 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、
22 適合する。

23 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。

24 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
25 によって求める。

26 表示単位に対する定量された単位の比率= $\text{antilog } M$

27 貯法

28 保存条件 遮光して、冷所に保存する。

29 容器 密封容器。

1 生理食塩液

2 Isotonic Sodium Chloride Solution

3 0.9%塩化ナトリウム注射液

4 本品は水性の注射剤である。

5 本品は定量するとき、塩化ナトリウム(NaCl : 58.44) 0.85

6 ～ 0.95 w/v%を含む。

7 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

8 以上をとり、注射剤の製法により製する。

9 本品には保存剤を加えない。

10 性状 本品は無色澄明の液で、弱い塩味がある。

11 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〉

12 を呈する。

13 pH 〈2.54〉 4.5 ～ 8.0

14 エンドトキシン 〈4.01〉 0.50 EU/mL未満。

15 採取容量 〈6.05〉 試験を行うとき、適合する。

16 不溶性異物 〈6.06〉 第1法により試験を行うとき、適合する。

17 不溶性微粒子 〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

18 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、

19 適合する。

20 定量法 本品20 mLを正確に量り、水30 mLを加え、強く振り

21 混ぜながら0.1 mol/L硝酸銀液で滴定〈2.50〉する(指示薬：フ

22 ルオレセインナトリウム試液3滴)。

23 0.1 mol/L硝酸銀液1 mL=5.844 mg NaCl

24 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容

25 器を使用することができる。

1 石油ベンジン

2 Petroleum Benzin

3 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。

4 **性状** 本品は無色澄明の揮発性の液で、蛍光がなく、特異に
5 おいがある。

6 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。

7 本品は水にほとんど溶けない。

8 本品は極めて引火しやすい。

9 比重 d_{20}^{20} : 0.65 ~ 0.71

10 純度試験

11 (1) 酸 本品10 mLに水5 mLを加え、2分間激しく振り混
12 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
13 しない。

14 (2) 硫黄化合物又は還元性物質 本品10 mLにアンモニ
15 ア・エタノール試液2.5 mL及び硝酸銀試液2 ~ 3滴を加え、
16 光を避け、約50℃で5分間加温するとき、液は褐色を呈しな
17 い。

18 (3) 油脂又は硫黄化合物 加温ガラス板上に無臭のろ紙を
19 置き、これに本品10 mLを少量ずつ滴下し、揮散させるとき、
20 しみを残さず、また、異臭を発しない。

21 (4) ベンゼン 本品5滴に硫酸2 mL及び硝酸0.5 mLを加
22 え、約10分間加温した後、30分間放置し、次に磁製皿に移
23 し、水で薄めるとき、ニトロベンゼンのおおいを発しない。

24 (5) 蒸発残留物 本品140 mLを水浴上で蒸発乾固し、残
25 留物を105℃で恒量になるまで乾燥するとき、その量は1 mg
26 以下である。

27 (6) 硫酸呈色物 本品5 mLをネスラー管にとり、硫酸呈
28 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
29 き、硫酸層の色は色の比較液Aより濃くない。

30 **蒸留試験** (2.57) 50 ~ 80℃, 90 vol%以上。

31 貯法

32 保存条件 火気を避け、30℃以下で保存する。

33 容器 気密容器。

1 セタノール

2 Cetanol

3 本品は固形アルコールの混合物で、主としてセタノール
4 ($C_{16}H_{34}O$: 242.44)からなる。

5 **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
6 かに特異なおいがあり、味はない。

7 本品はピリジンに極めて溶けやすく、エタノール(95)、エ
8 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
9 酸に極めて溶けにくく、水にほとんど溶けない。

10 **融点** (2.60) 47 ~ 53℃(第2法)。ただし、試料を調製した後、
11 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、
12 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
13 約17 mm、高さ約170 mmの試験管に挿入し、温度計の下端
14 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
15 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
16 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
17 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
18 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
19 ときの温度を融点とする。

20 **酸価** (1.13) 1.0以下。

21 **エステル価** (1.13) 2.0以下。

22 **水酸基価** (1.13) 210 ~ 232

23 **ヨウ素価** (1.13) 2.0以下。

24 純度試験

25 (1) **溶状** 本品3.0 gをエタノール(99.5) 25 mLに加熱して
26 溶かすとき、液は澄明である。

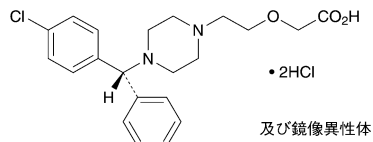
27 (2) **アルカリ** (1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を
28 加えるとき、液は赤色を呈しない。

29 **強熱残分** (2.44) 0.05%以下(2 g)。

30 **貯法** 容器 密閉容器。

1 セチリジン塩酸塩

2 Cetirizine Hydrochloride

4 $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$: 461.81

5 2-(2-{4-[(RS)-(4-Chlorophenyl)(phenyl)methyl]piperazin-
6 1-yl}ethoxy)acetic acid dihydrochloride
7 [83881-52-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、セチリジン塩酸塩
9 ($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色の結晶性の粉末である。11 本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けに
12 くい。

13 本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける。

14 本品の水溶液(1→10)は旋光性を示さない。

15 **確認試験**

16 (1) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫
17 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、
18 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、
19 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
20 認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の塩
22 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
23 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
24 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応 (1.09) を
26 呈する。

27 **純度試験** 類縁物質 本品0.10 gを移動相50 mLに溶かし、試
28 料溶液とする。この液2 mLを正確に量り、移動相を加えて
29 正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相を
30 加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
31 標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
32 グラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々
33 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
34 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
35 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
36 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
37 積の2.5倍より大きくない。

38 **試験条件**

39 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

40 カラム：内径4.0 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
41 μ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填す
42 る。

43 カラム温度：25℃付近の一定温度

44 移動相：アセトニトリル／薄めた0.5 mol/L硫酸試液(2
45 →25)混液(47 : 3)

46 流量：セチリジンの保持時間が約9分になるよう調整す
47 る。

48 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセチリジンの保持
49 時間の約3倍までの範囲

50 システム適合性

51 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、移動相を加
52 えて正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセチ
53 リジンのピーク面積が、標準溶液のセチリジンのピー
54 ク面積の35 ~ 65%になることを確認する。

55 システムの性能：本品20 mgを移動相に溶かし、100
56 mLとする。この液5 mLに、アミノピリンの移動相溶
57 液(1→2500) 3 mLを加えた後、移動相を加えて20 mL
58 とする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作する
59 とき、セチリジン、アミノピリンの順に溶出し、その
60 分離度は7以上である。

61 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
62 で試験を6回繰り返すとき、セチリジンのピーク面積
63 の相対標準偏差は2.0%以下である。

64 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(1 g, 減圧, 60℃, 3時間)。65 **強熱残分** (2.44) 0.2%以下(1 g)。

66 **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
67 ／水混液(7 : 3) 70 mLに溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウ
68 ム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。ただし、滴定の終点
69 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。

70 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL

71 =15.39 mg $C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$ 72 **貯法** 容器 密閉容器。

1 セチリジン塩酸塩錠

2 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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$: 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に対応する量を取り、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) 4 V / 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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)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

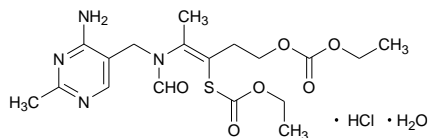
システムの性能: 標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、セチリジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は7以上である。

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。

1 セトチアミン塩酸塩水和物

2 Cetotiamine Hydrochloride Hydrate

4 $C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$: 480.96

5 (3Z)-4-{N-[(4-Amino-2-methylpyrimidin-5-yl)methyl]-N-
6 formylamino}-3-(ethoxycarbonylsulfanyl)pent-3-enyl ethyl
7 carbonate monohydrochloride monohydrate
8 [616-96-6, 無水物]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セトチアミ
10 ン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl$: 462.95) 98.0 ~ 102.0%を
11 含む。

12 **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、
13 又は僅かに特異なにおいがある。

14 本品は水又はエタノール(99.5)に溶けやすい。

15 本品は0.01 mol/L塩酸試液に溶ける。

16 融点：約132℃(分解)。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.01 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫
19 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、
20 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
21 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
22 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
23 の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
25 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
26 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
27 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
28 に同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品の水溶液(1→50)は塩化物の定性反応 (1.09) を呈
30 する。

31 純度試験

32 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
33 で、液の色は次の比較液よりも濃くない。

34 比較液：塩化コバルト(II)の色と比較原液1.5 mL、塩化鉄
35 (III)の色と比較原液36 mL及び薄めた希塩酸(1→10)
36 12.5 mLをそれぞれ正確に量り、混合する。この液1
37 mLを正確に量り、薄めた希塩酸(1→10)で正確に100
38 mLとする。

39 (2) 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試料
40 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
41 確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
42 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
43 (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク
44 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
45 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
46 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

47 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
48 積の2倍より大きくない。

49 試験条件

50 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
51 の試験条件を準用する。

52 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセトチアミンの保
53 持時間の約3倍までの範囲

54 システム適合性

55 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
56 えて正確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たセト
57 チアミンのピーク面積が、標準溶液のセトチアミンの
58 ピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。

59 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
60 操作するとき、セトチアミンのピークの理論段数及び
61 シンメトリー係数は、それぞれ3000段以上、0.7 ~
62 1.0である。

63 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
64 で試験を6回繰り返すとき、セトチアミンのピーク面
65 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

66 水分 (2.48) 3.0 ~ 5.0%(40 mg, 電量滴定法)。

67 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1 g)。

68 **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
69 の方法で水分 (2.48) を測定しておく)約30 mgずつを精密に
70 量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし、
71 水/メタノール混液(1 : 1)を加えて50 mLとする。この液2
72 mLずつに水/メタノール混液(1 : 1)を加えて10 mLとし、
73 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ L
74 につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により
75 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
76 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

77 セトチアミン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S$$

79 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
80 量(mg)

81 内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルの水/メタノー
82 ル混液(1 : 1)溶液(1→800)

83 試験条件

84 検出器：紫外吸光度計(測定波長：245 nm)

85 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
86 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
87 化シリカゲルを充填する。

88 カラム温度：25℃付近の一定温度

89 移動相：1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム1.0 gを薄め
90 た酢酸(100) (1→100)に溶かし、1000 mLとする。こ
91 の液1容量にメタノール1容量を加える。

92 流量：セトチアミンの保持時間が約10分になるように
93 調整する。

94 システム適合性

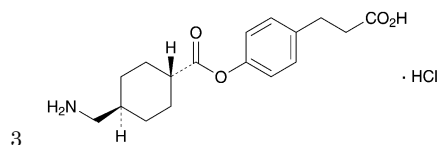
95 システムの性能：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で
96 操作するとき、セトチアミン、内標準物質の順に溶出
97 し、その分離度は5以上である。

98 システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件

- 99 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
100 に対するセトチアミンのピーク面積の比の相対標準偏
101 差は1.0%以下である。
102 貯法 容器 気密容器。

1 セトラキサート塩酸塩

2 Cetraxate Hydrochloride

4 $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$: 341.83

5 3-[4-[*trans*-4-(Aminomethyl)cyclohexylcarbonyloxy]-

6 phenyl]propanoic acid monohydrochloride

7 [27724-96-5]

8 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

9 塩($C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$) 98.5%以上を含む。

10 **性状** 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールにやや溶けやすく、水又はエタノール

12 (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

13 い。

14 融点：約236℃(分解)。

15 **確認試験**

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→2500)につき、紫外可視吸

17 光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品の

18 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

19 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。

20 (2) 本品0.5 gを水／2-プロパノール混液(1：1) 5 mLに加

21 温して溶かし、25℃以下に冷却し、析出した結晶をろ過す

22 る。得られた結晶を減圧下で4時間乾燥後、更に105℃で1時

23 間乾燥したものに付き、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉

24 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

25 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

26 は同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品の水溶液(1→100)は塩化物の定性反応(2)〈1.09〉

28 を呈する。

29 **純度試験**

30 (1) シス体 本品0.10 gを水10 mLに溶かし、試料溶液と

31 する。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mL

32 とする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に50

33 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ L

34 ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー

35 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面

36 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

37 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

38 準溶液のセトラキサートのピーク面積より大きくない。

39 **試験条件**

40 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

41 カラム：内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m

42 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

43 リカゲルを充填する。

44 カラム温度：25℃付近の一定温度

45 移動相：水／メタノール／0.5 mol/L酢酸アンモニウム

46 試液混液(15：10：4)に酢酸(31)を加えてpH 6.0に調

47 整する。

48 流量：セトラキサートの保持時間が約10分になるよう

49 に調整する。

50 **システム適合性**

51 システムの性能：本品0.02 g及びフェノール0.01 gを水

52 100 mLに溶かす。この液2 mLをとり、水を加えて20

53 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作

54 するとき、セトラキサート、フェノールの順に溶出し、

55 その分離度は5以上である。

56 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件

57 で試験を6回繰り返すとき、セトラキサートのピーク

58 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

59 (2) 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 本品0.10

60 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

61 溶かして10 mLとし、試料溶液とする。別に3-(*p*-ヒドロ

62 キシフェニル)プロピオン酸25 mgをメタノールに溶かし、

63 正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶

64 液2 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて10 mLとし、

65 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、次の

66 条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、

67 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)

68 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、

69 Q_T は Q_S より大きくない。

70 内標準溶液 カフェインのメタノール溶液(1→4000)

71 **試験条件**

72 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)

73 カラム：内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m

74 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ

75 リカゲルを充填する。

76 カラム温度：40℃付近の一定温度

77 移動相：水／メタノール／0.5 mol/L酢酸アンモニウム

78 試液混液(15：5：2)に酢酸(31)を加えてpH 5.5に調整

79 する。

80 流量：3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持

81 時間が約7分になるように調整する。

82 **システム適合性**

83 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で

84 操作するとき、3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオ

85 ン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は5以上

86 である。

87 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件

88 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

89 に対する3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の

90 ピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

91 (3) 類縁物質 本品0.10 gをメタノール10 mLに溶かし、

92 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを

93 加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液に

94 つき、薄層クロマトグラフィー〈2.03〉により試験を行う。

95 試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー

96 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

97 クロロホルム／メタノール／酢酸(100)混液(20：4：3)を展

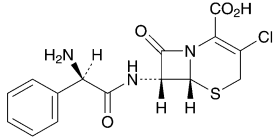
98 開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これ

99 にニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、90℃で10分間加

- 100 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、
101 標準溶液から得たスポットより濃くない。
- 102 乾燥減量 〈2.41〉 0.5%以下(0.5 g, 105℃, 3時間)。
- 103 強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。
- 104 定量法 本品を乾燥し、その約0.5 gを精密に量り、水100 mL
105 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
106 る。この液にホルムアルデヒド液10 mLを加え、約5分間か
107 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
108 て滴定 〈2.50〉 する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行
109 い、補正する。
- 110 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL
111 =34.18 mg $C_{17}H_{23}NO_4 \cdot HCl$
- 112 貯法 容器 気密容器。

1 セファクロル

2 Cefaclor



4 C₁₅H₁₄ClN₃O₄S : 367.81

5 (6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-3-

6 chloro-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-

7 carboxylic acid

8 [53994-73-3]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり950 ~
10 1020 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファクロ
11 ル(C₁₅H₁₄ClN₃O₄S)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色～黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水又はメタノールに溶けにくく、*N,N*-ジメチルホ
14 ルムアミド又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
17 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
18 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
19 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
21 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
22 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
23 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品40 mgに核磁気共鳴スペクトル測定用重水0.5 mL
25 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、
26 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
27 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
28 クトル測定法 (2.21) により¹Hを測定するとき、δ 3.7 ppm
29 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
30 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
31 比A : Bはほぼ2 : 5である。

32 (4) 本品につき、炎色反応試験(2) (1.04) を行うとき、緑
33 色を呈する。

34 旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +105 ~ +120° (脱水物に換算した
35 もの0.1 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

36 純度試験 類縁物質 本品50 mgをpH 2.5のリン酸二水素ナト
37 リウム試液10 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液1
38 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
39 加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
40 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
41 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々
42 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
43 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
44 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
45 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

46 の1/2より大きくない。また、試料溶液のセファクロル以
47 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
48 積の2倍より大きくない。

49 試験条件

50 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

51 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
52 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
53 化シリカゲルを充填する。

54 カラム温度：25℃付近の一定温度

55 移動相A：リン酸二水素ナトリウム二水和物7.8 gを水
56 1000 mLに溶かし、リン酸を加えてpHを4.0に調整し、
57 移動相Aとする。

58 移動相B：移動相A 550 mLに、液体クロマトグラフィー
59 用アセトニトリル450 mLを加えて、移動相Bとす
60 る。

61 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
62 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

63 流量：毎分1.0 mL

64 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファクロルの保
65 持時間の約2.5倍までの範囲

66 システム適合性

67 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、pH 2.5のリン
68 酸二水素ナトリウム試液を加えて正確に20 mLとす
69 る。この液20 µLから得たセファクロルのピーク面積
70 が、標準溶液のセファクロルのピーク面積の4 ~ 6%
71 になることを確認する。

72 システムの性能：標準溶液20 µLにつき、上記の条件で
73 操作するとき、セファクロルのピークの理論段数及び
74 シンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、0.8 ~
75 1.3である。

76 システムの再現性：標準溶液20 µLにつき、上記の条件
77 で試験を3回繰り返すとき、セファクロルのピーク面
78 積及び保持時間の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下
79 である。

80 水分 (2.48) 6.5%以下(0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

81 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
82 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
83 緩衝液に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLずつを
84 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、
85 pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試
86 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
87 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
88 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
89 ピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

90 セファクロル(C₁₅H₁₄ClN₃O₄S)の量[µg(力価)]

91
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

92 M_S : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

- 93 内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1
94 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)
95 試験条件
96 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)
97 カラム：内径4.6 mm，長さ15 cmのステンレス管に5
98 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
99 化シリカゲルを充填する。
100 カラム温度：25℃付近の一定温度
101 移動相：リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに溶
102 かし，薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.4に調整す
103 る．この液940 mLにアセトニトリル60 mLを加える．
104 流量：セファクロルの保持時間が約7分になるように調
105 整する。
106 システム適合性
107 システムの性能：標準溶液10 μLにつき，上記の条件で
108 操作するとき，セファクロル，内標準物質の順に溶出
109 し，その分離度は5以上である。
110 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき，上記の条件
111 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積
112 に対するセファクロルのピーク面積の比の相対標準偏
113 差は1.0%以下である。
114 貯法
115 保存条件 遮光して保存する。
116 容器 気密容器。

1 セファクロルカプセル

2 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)に対応する量を取り、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 μ L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 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、最初のろ液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 μ L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 μ L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(%)

$$= M_S / M_T \times \sum A_T / A_S \times M_M / C \times 25 / 2$$

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 μ L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 μ L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 μ L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 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。最初のろ液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 μ g(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。

102 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]

103 $=M_S \times Q_T / Q_S \times 2$

104 M_S : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

105 内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1

106 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

107 貯法

108 保存条件 遮光して保存する.

109 容器 気密容器.

1 セファクロル複合顆粒

2 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)に対応する量を取り、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 μ L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碎した後、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 μ m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 μ L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 μ L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 μ L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 μ L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 μ L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碎した後、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碎した後、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。

1 セファクロル細粒

2 Cefaclor Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 110.0%
4 に対応するセファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$: 367.81)を含む。

5 **製法** 本品は「セファクロル」をとり、顆粒剤の製法により製
6 する。

7 **確認試験** 本品の「セファクロル」20 mg(力価)に対応する量
8 をとり、水10 mLを加えて激しく振り混ぜた後、遠心分離し、
9 上澄液を試料溶液とする。別にセファクロル標準品20
10 mg(力価)を水10 mLに溶かし、標準溶液とする。これらの
11 液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行
12 う。試料溶液及び標準溶液2 μ Lずつを薄層クロマトグラ
13 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
14 スポットする。次にアセトニトリル/水/酢酸エチル/ギ酸
15 混液(30 : 10 : 10 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開した後、
16 薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射す
17 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
18 スポットの R_f 値は等しい。

19 **純度試験** 類縁物質 本品を必要ならば粉末とし、「セファク
20 ロル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の
21 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
22 後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50
23 mLとし、孔径0.45 μ mのメンブランフィルターでろ過する。
24 初めのろ液1 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別に
25 セファクロル標準品約20 mg(力価)を精密に量り、pH 4.5の
26 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mLとする。
27 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
28 液を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液
29 及び標準溶液50 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロ
30 マトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の
31 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、
32 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
33 れぞれ0.5%以下である。また、類縁物質の合計は3.0%以下
34 である。必要ならばpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液50
35 μ Lにつき同様に操作し、ベースラインの変動を補正する。

36 個々の類縁物質の量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S \times 1/C \times 5$
37 類縁物質の合計(%)= $M_S/M_T \times \Sigma A_T/A_S \times 1/C \times 5$

38 M_S : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

39 M_T : 本品の秤取量(g)

40 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
41 ピーク面積

42 A_S : 標準溶液のセファクロルのピーク面積

43 C : 1 g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

44 **試験条件**

45 「セファクロル」の純度試験(3)の試験条件を準用する。
46 システム適合性

47 検出の確認: 標準溶液1 mLを正確に量り、pH 4.5の0.1
48 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。

49 この液50 μ Lから得たセファクロルのピーク面積が標

50 準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5 ~ 6.5%に
51 なることを確認する。

52 システムの性能: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
53 操作するとき、セファクロルのピークの理論段数及び
54 シンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、0.8 ~
55 1.3である。

56 システムの再現性: 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件
57 で試験を3回繰り返すとき、セファクロルのピーク面
58 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

59 **水分** (2.48) 1.5%以下(1 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

60 **製剤均一性** (6.02) 分包品は質量偏差試験を行うとき、適合
61 する。

62 **溶出性** (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
63 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
64 85%以上である。

65 本品の「セファクロル」約0.25 g(力価)に対応する量を精
66 密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以
67 上をとり、孔径0.5 μ m以下のメンブランフィルターでろ過
68 する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V' mLを正確
69 に量り、1 mL中に「セファクロル」約20 μ g(力価)を含む液
70 となるように水を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とす
71 る。別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する量を
72 精密に量り、水に溶かし、正確に20 mLとする。この液1
73 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液
74 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
75 法 (2.24) により試験を行い、波長265 nmにおける吸光度 A_T
76 及び A_S を測定する。

77 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)
78 $= M_S/M_T \times A_T/A_S \times V'/V \times 1/C \times 90$

79 M_S : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

80 M_T : 本品の秤取量(g)

81 C : 1 g中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

82 **定量法** 本品を必要ならば粉末とし、「セファクロル」約0.1
83 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
84 酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、pH
85 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、
86 遠心分離する。この上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液
87 10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝
88 液を加えて50 mLとし、試料溶液とする。別にセファクロル
89 標準品約50 mg(力価)を精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン
90 酸塩緩衝液に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを
91 正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5
92 の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、標準溶液
93 とする。以下「セファクロル」の定量法を準用する。

94 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
95 $= M_S \times Q_T/Q_S \times 2$

96 M_S : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

97 内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのpH 4.5の0.1
98 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→700)

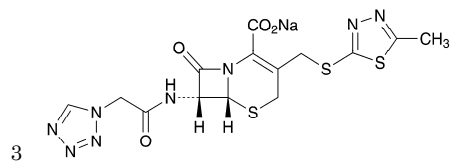
99 **貯法**

100 保存条件 遮光して保存する。

101 容器 気密容器.

1 セファゾリンナトリウム

2 Cefazolin Sodium

4 $C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$: 476.495 Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-6 ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-

7 yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-

8 carboxylate

9 [27164-46-1]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ~
 11 975 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファゾリン
 12 ($C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$: 454.51)としての量を質量(力価)で示す。

13 **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。

14 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
 15 けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
 18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
 19 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
 20 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
 22 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
 23 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
 24 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
 26 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
 27 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
 28 鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、 δ 2.7
 29 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
 30 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
 31 ある。

32 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

33 **旋光度**(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -19 ~ -23°(脱水物に換算したもの
 34 2.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

35 **pH**(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.0 ~
 36 6.3である。

37 純度試験

38 (1) **溶状** 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は無色
 39 ~微黄色澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度
 40 測定法(2.24)により試験を行うとき、波長400 nmにおける
 41 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、
 42 10分以内に行う。

43 (2) **類縁物質** 本品0.10 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
 44 衝液20 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液は用時製す
 45 る。試料溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフ

46 イー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面
 47 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
 48 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
 49 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
 50 ピークの面積を求めるとき、それぞれ1.5%以下であり、セ
 51 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
 52 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
 53 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
 54 とする。

55 試験条件

56 検出器 : カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法
 57 の試験条件を準用する。

58 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からセファゾリンの保
 59 持時間の約3倍までの範囲

60 システム適合性

61 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

62 検出の確認 : セファゾリン標準品約80 mgをとり、pH
 63 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、100 mLと
 64 し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合
 65 性試験用溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/L
 66 リン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。この液
 67 5 μ Lから得たセファゾリンのピーク面積が、システ
 68 ム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3 ~ 7%に
 69 なることを確認する。

70 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液5 μ Lに
 71 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セファ
 72 ズリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下であ
 73 る。

74 **水分**(2.48) 2.5%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし、
 75 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/
 76 水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

77 **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
 78 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
 79 20 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
 80 準溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
 81 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
 82 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。

83 セファゾリン($C_{14}H_{13}N_8O_4S_3$)の量[μ g(力価)]

$$84 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

85 M_S : セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

86 内標準溶液 *p*-アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリ
 87 ン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

88 試験条件

89 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

90 カラム : 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に10
 91 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 92 化シリカゲルを充填する。

93 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

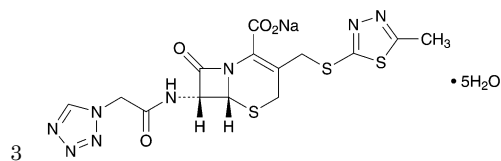
94 移動相 : リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及び
 95 クエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし、
 96 この液にアセトニトリル65 mLを加える。

97 流量 : セファゾリンの保持時間が約8分になるように調

- 98 整する.
- 99 システム適合性
- 100 システムの性能：標準溶液5 μL につき，上記の条件で
- 101 操作するとき，セファゾリン，内標準物質の順に溶出
- 102 し，その分離度は4以上である.
- 103 システムの再現性：標準溶液5 μL につき，上記の条件
- 104 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積
- 105 に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏
- 106 差は1.0%以下である.
- 107 貯法 容器 気密容器.

1 セファゾリンナトリウム水和物

2 Cefazolin Sodium Hydrate



3
4 $C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$: 566.57
5 Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-
6 ylsulfanylmethyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-
7 1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-
8 carboxylate pentahydrate
9 [115850-11-8]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり920 ~
11 975 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファゾリン
12 ($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$: 454.51)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色〜微帯黄白色の結晶である。

14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ
15 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
16 けない。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
20 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
21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
23 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
24 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
25 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
27 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
28 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
29 鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 2.7
30 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
31 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
32 ある。

33 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

34 **吸光度** (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (272 nm) : 272 ~ 292 (脱水物に換算した
35 もの80 mg, 水, 5000 mL)。

36 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -20 ~ -25° (脱水物に換算したもの
37 2.5 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

38 **pH** (2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.8 ~
39 6.3である。

40 純度試験

41 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
42 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ
43 り試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.15以下
44 である。

45 (2) 類縁物質 本品0.10 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩

46 衝液20 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液5 μLにつき、
47 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
48 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、
49 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
50 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、
51 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
52 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
53 下である。ただし、セファゾリンに対する相対保持時間約
54 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
55 1.43を乗じた値とする。

56 試験条件

57 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
58 の試験条件を準用する。

59 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保
60 持時間の約3倍までの範囲

61 システム適合性

62 検出の確認：試料溶液1 mLをとり、pH 7.0の0.1 mol/L
63 リン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、システム適合
64 性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液1
65 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
66 を加えて正確に10 mLとする。この液5 μLから得たセ
67 ファゾリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶
68 液のセファゾリンのピーク面積の7 ~ 13%になること
69 を確認する。

70 システムの性能：本品20 mgを*p*-アセトアニシジドの
71 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→20000)
72 20 mLに溶かした液5 μLにつき、上記の条件で操作す
73 るとき、セファゾリン、*p*-アセトアニシジドの順に
74 溶出し、その分離度は4以上である。

75 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μLに
76 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セファ
77 ゴリンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
78 る。

79 **水分** (2.48) 13.7 ~ 16.0%(0.1 g, 容量滴定法、直接滴定。

80 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
81 アミド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

82 **エンドトキシン** (4.01) 0.10 EU/mg(力価)未満。

83 **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
84 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
85 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
86 準溶液5 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
87 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
88 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。

89 セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μg(力価)]

90 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

91 M_S : セファゾリン標準品の秤取量[mg(力価)]

92 内標準溶液 *p*-アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリ
93 ン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

94 試験条件

95 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

96 カラム：内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に10
97 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル

- 98 化シリカゲルを充填する。
- 99 カラム温度：25℃付近の一定温度
- 100 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及び
- 101 クエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし、
- 102 この液にアセトニトリル65 mLを加える。
- 103 流量：セファゾリンの保持時間が約8分になるように調
- 104 整する。
- 105 システム適合性
- 106 システムの性能：標準溶液5 µLにつき、上記の条件で
- 107 操作するとき、セファゾリン、内標準物質の順に溶出
- 108 し、その分離度は4以上である。
- 109 システムの再現性：標準溶液5 µLにつき、上記の条件
- 110 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 111 に対するセファゾリンのピーク面積の比の相対標準偏
- 112 差は1.0%以下である。
- 113 貯法
- 114 保存条件 遮光して保存する。
- 115 容器 密封容器。

1 注射用セファゾリンナトリウム

2 Cefazolin Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に
5 対応するセファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$: 454.51)を含む。

6 製法 本品は「セファゾリンナトリウム」をとり、注射剤の製
7 法により製する。

8 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
9 ある。

10 確認試験

11 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
12 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長270
13 ～274 nmに吸収の極大を示す。

14 (2) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

15 浸透圧比 別に規定する。

16 pH(2.54) 本品の「セファゾリンナトリウム」1.0 g(力価)
17 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
18 る。

19 純度試験

20 (1) 溶状 本品の「セファゾリンナトリウム」1.0 g(力価)
21 に対応する量をとり、水10 mLに溶かすとき、液は澄明であ
22 る。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に
23 より試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.35以
24 下である。ただし、試験は溶液を調製した後、10分以内
25 に行う。

26 (2) 類縁物質 本品の「セファゾリンナトリウム」0.10
27 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
28 衝液20 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液は用時製す
29 る。試料溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラ
30 フィー(2.01)により試験を行い、各々のピーク面積を自動
31 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
32 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
33 ある。また、セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%
34 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
35 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
36 1.43を乗じた値とする。

37 試験条件

38 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セファ
39 ゾリンナトリウム」の定量法の試験条件を準用する。

40 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファゾリンの保
41 持時間の約3倍までの範囲

42 システム適合性

43 システムの性能は「セファゾリンナトリウム」の定量法
44 のシステムの適合性を準用する。

45 検出の確認：試料溶液8 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1
46 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、シ
47 ステム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験
48 用溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸
49 塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。この液5 μ Lか
50 ら得たセファゾリンのピーク面積が、システム適合性

51 試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になること
52 を確認する。

53 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μ Lに
54 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セファ
55 ゾリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下であ
56 る。

57 水分(2.48) 3.0%以下(0.5 g、容量滴定法、直接滴定。ただ
58 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
59 ド/水分測定用メタノール混液(2:1)を用いる)。

60 エンドトキシン(4.01) 0.05 EU/mg(力価)未満。

61 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

62 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

63 不溶性微粒子(6.07) 試験を行うとき、適合する。

64 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、
65 適合する。

66 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
67 「セファゾリンナトリウム」約50 mg(力価)に対応する量を
68 精密に量り、内標準溶液に溶かして正確に50 mLとし、試料
69 溶液とする。別にセファゾリン標準品の約50 mg(力価)に対
70 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
71 とし、標準溶液とする。以下「セファゾリンナトリウム」の
72 定量法を準用する。

73 セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[mg(力価)]

$$74 = M_S \times Q_T / Q_S$$

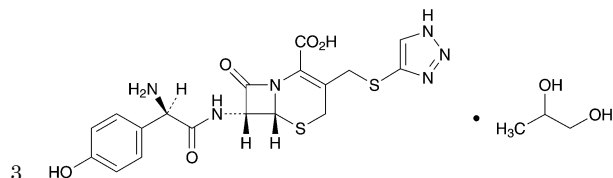
75 M_S ：セファゾリン標準品の称取量[mg(力価)]

76 内標準溶液 p-アセトアニシジドのpH 7.0の0.1 mol/Lリ
77 ン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

78 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
79 を使用することができる。

1 セファトリジンプロピレングリコール

2 Cefatrizine Propylene Glycolate

4 $C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$: 538.605 (6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-6 hydroxyphenyl)acetyl-amino]-8-oxo-3-[2-(1*H*-1,2,3-

7 triazol-4-yl)sulfanylmethyl]-5-thia-1-

8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

9 monopropane-1,2-diolate (1/1)

10 [51627-14-6, セファトリジン]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり816 ~
 12 876 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファトリジ
 13 ン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$: 462.50)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

15 本品は水にやや溶けにくく、メタノール又はエタノール
 16 (95)にほとんど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
 19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
 20 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
 21 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
 22 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
 23 同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
 25 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
 26 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
 27 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
 28 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴
 30 スペクトル測定用重塩酸混液(3 : 1)溶液(1→10)につき、核
 31 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
 32 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
 33 ル測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ 1.2 ppm付近
 34 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
 35 ルBを、 δ 7.5 ppm付近に二重線のシグナルCを、 δ 8.3 ppm
 36 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
 37 A : B : C : Dはほぼ3 : 2 : 2 : 1である。

38 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +52 ~ +58°(脱水物に換算したもの
 39 2.5 g, 1 mol/L塩酸試液, 50 mL, 100 mm)。

40 純度試験 類縁物質 本品25 mgを水5 mLに溶かし、試料溶
 41 液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に20
 42 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマ
 43 トグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準
 44 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

45 いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/
 46 水/酢酸(100)混液(3 : 1 : 1)を展開溶媒として約12 cm展開
 47 した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン・クエン
 48 酸・酢酸試液を均等に噴霧した後、100℃で10分間加熱する
 49 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
 50 溶液から得たスポットより濃くない。

51 水分(2.48) 2.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

52 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
 53 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
 54 かして正確に500 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。
 55 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
 56 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ
 57 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。

58 セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量 $[\mu\text{g}(\text{力価})]$ 59 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

60 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
 61 量 $[\text{mg}(\text{力価})]$

62 試験条件

63 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 270 nm)

64 カラム : 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
 65 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 66 化シリカゲルを充填する。

67 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

68 移動相 : リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)/メタ
69 ノール混液(17 : 3)70 流量 : セファトリジンの保持時間が約11分になるよう
71 に調整する。

72 システム適合性

73 システムの性能 : 本品10 mg(力価)及びセファドロキシ
 74 ル5 mg(力価)を水50 mLに溶かす。この液10 μL につ
 75 き、上記の条件で操作するとき、セファドロキシル、
 76 セファトリジンの順に溶出し、その分離度は4以上で
 77 ある。

78 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件
 79 で試験を6回繰り返すとき、セファトリジンのピーク
 80 面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

81 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)に対応する量を取り、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)に対応する量を取り、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 μ L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倍までの範囲

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 μ L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 μ L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)]

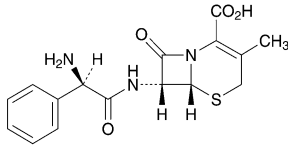
$$= M_S \times A_T / A_S \times 5$$

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。

セファレキシシ

Cefalexin



C₁₆H₁₇N₃O₄S : 347.39

(6R,7R)-7-[(2R)-2-Amino-2-phenylacetyl-amino]-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、セファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S)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¹H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の0.125 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

純度試験 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シ以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシシのピーク面積よ

り大きくない。また、標準溶液のセファレキシシのピーク面積の1/50より大きいセファレキシシ以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシシのピーク面積の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シの保持時間の約2倍までの範囲

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シのピーク面積が、標準溶液のセファレキシシのピーク面積の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、セファレキシシ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、セファレキシシ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シ標準品約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シのピーク面積の比*Q*_T及び*Q*_Sを求める。

$$\text{セファレキシシ(C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_4\text{S)の量}[\mu\text{g(力価)}] = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

- 94 M_s : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]
- 95 内標準溶液 m -ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
- 96 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→1500)
- 97 試験条件
- 98 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)
- 99 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
- 100 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
- 101 化シリカゲルを充填する.
- 102 カラム温度 : 25℃付近の一定温度
- 103 移動相 : リン酸二水素カリウム6.8 gを水1000 mLに溶
- 104 かし, 薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整す
- 105 る. この液800 mLにメタノール200 mLを加える.
- 106 流量 : セファレキシシの保持時間が約7分になるように
- 107 調整する.
- 108 システム適合性
- 109 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
- 110 操作するとき, セファレキシシ, 内標準物質の順に溶
- 111 出し, その分離度は6以上である.
- 112 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき, 上記の条件
- 113 で試験を5回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
- 114 に対するセファレキシシのピーク面積の比の相対標準
- 115 偏差は1.0%以下である.
- 116 貯法 容器 気密容器.

1 セファレキシシンカプセル

2 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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシ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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、セファレキシシン、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 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシ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 μ m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「セファレキシシン」約22 μ g(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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシ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 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、セファレキシシン、内標準物質の順に溶

- 101 出し、その分離度は8以上である。
- 102 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
- 103 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 104 に対するセファレキシシンのピーク面積の比の相対標準
- 105 偏差は1.0%以下である。
- 106 貯法 容器 気密容器。

1 セファレキシン複合顆粒

2 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)に対応する量を取り、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碎した後、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)]

2.7 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

99 ン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試料
100 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
101 ラフィー（2.0I）により試験を行い、それぞれの液の内標準
102 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
103 Q_T 及び Q_S を求める。

104 セファレキシンの($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
105 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$

106 M_S ：セファレキシンの標準品の秤取量[mg(力価)]

107 内標準溶液 m -ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
108 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

109 試験条件

110 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

111 カラム：内径3.0 mm、長さ7.5 cmのステンレス管に3
112 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
113 化シリカゲルを充填する。

114 カラム温度：25℃付近の一定温度

115 移動相：リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶
116 かし、薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整す
117 る。この液800 mLにメタノール200 mLを加える。

118 流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように
119 調整する。

120 システム適合性

121 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
122 操作するとき、セファレキシンの内標準物質の順に溶
123 出し、その分離度は8以上である。

124 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
125 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
126 に対するセファレキシンのピーク面積の比の相対標準
127 偏差は1.0%以下である。

128 (2) 胃溶性顆粒の力価 本品20包以上をとり、表示され
129 た胃溶性顆粒の力価に従い、「セファレキシンの」約0.3 g(力
130 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
131 緩衝液200 mLを加えて、5分間緩やかに振り混ぜた後、pH
132 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、
133 遠心分離する。この液2 mLを正確に量り、内標準溶液10
134 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
135 て100 mLとし、試料溶液とする。以下定量法(1)全力価を準
136 用する。

137 セファレキシンの($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
138 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 15$

139 M_S ：セファレキシンの標準品の秤取量[mg(力価)]

140 内標準溶液 m -ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
141 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

142 貯法 容器 気密容器。

1 シロップ用セファレキシシ

2 Cefalexin for Syrup

3 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。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 110.0%
5 に対応するセファレキシシ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$: 347.39)を含む。

6 製法 本品は「セファレキシシ」をとり、シロップ用剤の製法
7 により製する。

8 確認試験 本品の「セファレキシシ」3 mg(力価)に対応する量
9 をとり、水に溶かし、100 mLとする。この液につき、紫外
10 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
11 とき、波長260 ~ 264 nmに吸収の極大を示す。

12 水分(2.48) 5.0%以下(0.4 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

13 製剤均一性(6.02) 分包品は、次の方法により含量均一性試
14 験を行うとき、適合する。

15 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、pH 4.5の0.1
16 mol/Lリン酸塩緩衝液3 V/5 mLを加えて10分間激しく振り
17 混ぜた後、1 mL中に「セファレキシシ」約1 mg(力価)を含
18 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
19 て正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液2 mLを正確に
20 量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、pH 4.5の0.1 mol/L
21 リン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、試料溶液とする。以
22 下定量法を準用する。

23 セファレキシシ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$$24 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$$

25 M_S : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

26 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
27 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

28 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
29 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
30 80%以上である。

31 本品の「セファレキシシ」約0.25 g(力価)に対応する量を
32 精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL
33 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
34 過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液2 mLを正
35 確に量り、水を加えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。
36 別にセファレキシシ標準品約22 mg(力価)に対応する量を精
37 密に量り、水に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mL
38 を正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液と
39 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
40 (2.24)により試験を行い、波長262 nmにおける吸光度 A_T 及
41 び A_S を測定する。

42 セファレキシシ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$43 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 1125$$

44 M_S : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

45 M_T : 本品の秤取量(g)

46 C : 1 g中のセファレキシシ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示量[mg(力
47 価)]

48 定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セファレキシシ」約
49 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
50 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、
51 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
52 し、遠心分離する。上澄液2 mLを正確に量り、内標準溶液
53 10 mLを正確に加え、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を
54 加えて100 mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシシ
55 標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の
56 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。
57 この液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え
58 た後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLと
59 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、
60 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
61 い、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシシのピー
62 ク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

63 セファレキシシ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]

$$64 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5$$

65 M_S : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

66 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
67 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

68 試験条件

69 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

70 カラム: 内径3.0 mm, 長さ7.5 cmのステンレス管に3
71 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
72 化シリカゲルを充填する。

73 カラム温度: 25℃付近の一定温度

74 移動相: リン酸二水素カリウム2.72 gを水1000 mLに溶
75 かし、薄めたリン酸(3→500)を加えてpH 3.0に調整す
76 る。この液800 mLにメタノール200 mLを加える。

77 流量: セファレキシシの保持時間が約6分になるように
78 調整する。

79 システム適合性

80 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
81 操作するとき、セファレキシシ、内標準物質の順に溶
82 出し、その分離度は8以上である。

83 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
84 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
85 に対するセファレキシシのピーク面積の比の相対標準
86 偏差は1.0%以下である。

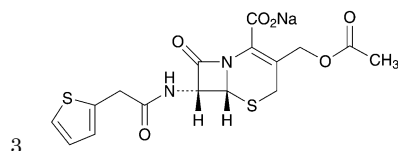
87 貯法

88 保存条件 遮光して保存する。

89 容器 気密容器。

1 セファロチンナトリウム

2 Cefalotin Sodium

4 $C_{16}H_{15}N_2NaO_6S_2$: 418.42

5 Monosodium (6R,7R)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-

6 (thiophen-2-yl)acetylaminol]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-

7 2-ene-2-carboxylate

8 [58-71-9]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり920 ~
10 980 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファロチン
11 ($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$: 396.44)としての量を質量(力価)で示す。

12 **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。

13 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。

16 **確認試験**

17 (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。

23 (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。

28 (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 ^1H 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。

36 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

37 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{25}$: +124 ~ +134° (5 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

39 **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。

41 **純度試験**

42 (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。

46 (2) **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。

55 **試験条件**

56 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。

58 面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲
59 システム適合性

60 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。

64 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。

71 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。

74 **水分** (2.48) 1.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

75 **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。

81 セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μg (力価)]

82
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

83 M_S : セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]84 **試験条件**

85 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

86 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。

89 カラム温度：40℃付近の一定温度

90 移動相：酢酸ナトリウム三水合物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、薄めた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。

95 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。

97 システム適合性

- 98 システムの性能：標準溶液を、90℃の水浴中で10分間
99 加熱後、冷却する。この液2.5 mLを正確に量り、移
100 動相を加えて正確に100 mLとした液10 μ Lにつき、
101 上記の条件で操作するとき、セファロチンに対する相
102 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
103 以上であり、セファロチンのシンメトリー係数は1.8
104 以下である。
105 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
106 で試験を6回繰り返すとき、セファロチンのピーク面
107 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
108 貯法 容器 気密容器。

1 注射用セファロチンナトリウム

2 Cefalotin Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 110.0%
5 に対応するセファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$: 396.44)を含む。

6 製法 本品は「セファロチンナトリウム」をとり、注射剤の製
7 法により製する。

8 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。

9 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
10 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
11 「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
12 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
13 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。
14 pH (2.54) 本品の「セファロチンナトリウム」0.5 g (力価)
15 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。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
18 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) によ
19 り試験を行うとき、波長450 nmにおける吸光度は0.20以下
20 である。

21 (2) 類縁物質 本品の25 mg(力価)に対応する量をとり、
22 移動相に溶かし、25 mLとし、試料溶液とする。この液1
23 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準
24 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、
25 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
26 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
27 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、
28 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、
29 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
30 液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない。

31 試験条件

32 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セ
33 ファロチンナトリウム」の定量法の試験条件を準用す
34 る。

35 面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲
36 システム適合性

37 「セファロチンナトリウム」の純度試験(2)のシステム
38 適合性を準用する。

39 水分 (2.48) 1.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

40 エンドトキシン (4.01) 0.2 EU/mg(力価)未満。

41 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

42 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

43 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

44 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、
45 適合する。

46 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

47 「セファロチンナトリウム」約25 mg(力価)に対応する量を
48 精密に量り、移動相に溶かし、正確に25 mLとし、試料溶液
49 とする。別にセファロチンナトリウム標準品約25 mg(力価)
50 に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に25 mL

51 とし、標準溶液とする。以下「セファロチンナトリウム」の
52 定量法を準用する。

53 セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μ g(力価)]

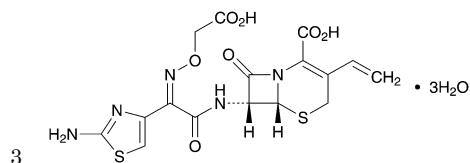
54 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

55 M_S : セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

56 貯法 容器 密封容器。

1 セフィキシム水和物

2 Cefixime Hydrate

4 $C_{16}H_{15}N_5O_7S_2 \cdot 3H_2O$: 507.50

5 (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-

6 (carboxymethoxyimino)acetylaminol-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-

7 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid trihydrate

8 [125110-14-7]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり930 ~
10 1020 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフィキシ
11 ム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$: 453.45)としての量を質量(力価)で示す。

12 **性状** 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

13 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、
14 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。

15 **確認試験**

16 (1) 本品のpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→
17 62500)につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収ス
18 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
19 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
20 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
21 ところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
23 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
24 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
25 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
26 の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品50 mgを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジ
28 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
29 (4 : 1) 0.5 mLに溶かした液につき、核磁気共鳴スペクトル
30 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
31 スペクトル測定法 (2.21) により ^1H を測定するとき、 δ 4.7
32 ppm付近に単一線のシグナルAを、 δ 6.5 ~ 7.4 ppm付近に
33 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
34 はほぼ1 : 1である。

35 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -75 ~ -88° (脱水物に換算したもの
36 0.45 g, 炭酸水素ナトリウム溶液(1→50), 50 mL, 100 mm)。

37 **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
38 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10 μL につき、次
39 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。
40 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
41 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
42 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
43 クの合計量は2.5%以下である。

44 **試験条件**

45 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法

46 の試験条件を準用する。

47 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からセフィキシムの保
48 持時間の約3倍までの範囲

49 システム適合性

50 検出の確認 : 試料溶液1 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸
51 塩緩衝液を加えて100 mLとし、システム適合性試験
52 用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正
53 確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え
54 て正確に10 mLとする。この液10 μL から得たセフィ
55 キシムのピーク面積が、システム適合性試験用溶液の
56 セフィキシムのピーク面積の7 ~ 13%になることを
57 確認する。

58 システムの性能 : システム適合性試験用溶液10 μL につ
59 き、上記の条件で操作するとき、セフィキシムのピー
60 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
61 4000段以上、2.0以下である。

62 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液10 μL に
63 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフィ
64 キシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
65 る。

66 **水分** (2.48) 9.0 ~ 12.0%(0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。67 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

68 **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
69 の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。
70 この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
71 衝液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にセフ
72 ィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
73 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mL
74 とする。この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン
75 酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。
76 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
77 液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞ
78 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。

79 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量 $[\mu\text{g}(\text{力価})]$ 80 $= M_S \times A_T / A_S \times 5000$ 81 M_S : セフィキシム標準品の称取量[mg(力価)]82 **試験条件**

83 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

84 カラム : 内径4 mm, 長さ125 mmのステンレス管に4
85 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
86 化シリカゲルを充填する。

87 カラム温度 : 40°C付近の一定温度

88 移動相 : テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶
89 液(10→13) 25 mLに水を加えて1000 mLとし、この液
90 に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 6.5に調整する。

91 この液300 mLにアセトニトリル100 mLを加える。

92 流量 : セフィキシムの保持時間が約10分になるように
93 調整する。

94 システム適合性

95 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件で
96 操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及び
97 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下

- 98 である。
- 99 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
- 100 で試験を6回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面
- 101 積の相対標準偏差は2.0%以下である。
- 102 **貯法**
- 103 保存条件 遮光して保存する。
- 104 容器 気密容器。

1 セフィキシムカプセル

2 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)に対応する量を取り、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)に対応する量を取り、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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行う。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 μ L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 μ L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 μ L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7 V/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 μ m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 μ g(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 μ L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 μ L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 μ L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

102 溶液とする。別にセフィキシム標準品約20 mg(力価)に対応
103 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
104 溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とする。以下「セフィ
105 キシム水和物」の定量法を準用する。

106 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]

107 $=M_s \times A_T / A_S \times 5$

108 M_s : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

109 貯法 容器 気密容器。

1 セフィキシム細粒

2 Cefixime Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 105.0%
4 に対応するセフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$: 453.45)を含む。

5 **製法** 本品は「セフィキシム水和物」をとり、顆粒剤の製法に
6 より製する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セフィキシム水和物」2 mg(力
8 価)に対応する量を取り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
9 150 mLを加え、振り混ぜる。必要ならば過又は遠心分離
10 する。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により
11 吸収スペクトルを測定するとき、波長286 ~ 290 nmに吸収
12 の極大を示す。

13 **純度試験** 類縁物質 本品を粉末とし、「セフィキシム水和
14 物」0.1 g(力価)に対応する量を取り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン
15 酸塩緩衝液100 mLを加え、振り混ぜた後、孔径0.45 μ m
16 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
17 る。試料溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラ
18 フィー (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク
19 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
20 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%
21 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
22 下である。

23 試験条件

24 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セ
25 フィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する。
26 面積測定範囲は「セフィキシム水和物」の純度試験の試
27 験条件を準用する。

28 システム適合性

29 検出の確認：試料溶液1 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸
30 塩緩衝液を加えて100 mLとし、システム適合性試験
31 用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正
32 確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え
33 て正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセフィ
34 キシムのピーク面積が、システム適合性試験用溶液の
35 セフィキシムのピーク面積の7 ~ 13%になることを
36 確認する。

37 システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μ Lにつ
38 き、上記の条件で操作するとき、セフィキシムのピー
39 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
40 4000段以上、2.0以下である。

41 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lに
42 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフィ
43 キシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
44 る。

45 **水分** (2.48) 3.0%以下(1 g、容量滴定法、直接滴定、ただし、
46 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/
47 水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

48 **製剤均一性** (6.02) 分包品は、次の方法により含量均一性試
49 験を行うとき、適合する。

50 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、pH 7.0の0.1

51 mol/Lリン酸塩緩衝液7 V / 10 mLを加えて振り混ぜた後、1
52 mL中に「セフィキシム水和物」約1 mg(力価)を含む液とな
53 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
54 V mLとする。この液を遠心分離し、上澄液10 mLを正確に
55 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
56 mLとし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約20
57 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
58 酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とす
59 る。以下「セフィキシム水和物」の定量法を準用する。

60 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]

$$61 = M_S \times A_T / A_S \times V / 20$$

62 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

63 **溶出性** (6.10) 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド
64 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間
65 の溶出率は75%以上である。

66 本品の「セフィキシム水和物」約0.1 g(力価)に対応する量
67 を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20
68 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルター
69 でろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液を試料
70 溶液とする。別にセフィキシム標準品約28 mg(力価)に対応
71 する量を精密に量り、試験液に溶かし、正確に50 mLとする。
72 この液4 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20 mLと
73 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正
74 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
75 試験を行い、それぞれの液のセフィキシムのピーク面積
76 A_T 及び A_S を測定する。

77 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(%)

$$78 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$$

79 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

80 M_T : 本品の秤取量(g)

81 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
82 価)]

83 試験条件

84 「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する。
85 システム適合性

86 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
87 操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及び
88 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下
89 である。

90 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
91 で試験を6回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面
92 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

93 **定量法** 本品を粉末とし、「セフィキシム水和物」約0.1 g(力
94 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
95 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
96 酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする。この液を遠心
97 分離し、上澄液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン
98 酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。
99 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
100 に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確
101 に100 mLとし、標準溶液とする。以下「セフィキシム水和

102 物」の定量法を準用する。

103 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[mg(力価)]

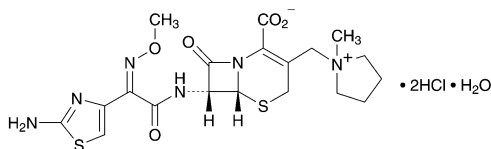
104 $=M_S \times A_T / A_S \times 5$

105 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

106 貯法 容器 気密容器.

1 セフェピム塩酸塩水和物

2 Cefepime Dihydrochloride Hydrate

4 $C_{19}H_{24}N_6O_5S_2 \cdot 2HCl \cdot H_2O$: 571.505 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-(2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-

6 (methoxyimino)acetyl-amino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-

7 ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-

8 carboxylate dihydrochloride monohydrate

9 [123171-59-5]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり835 ~
 11 886 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフェピム
 12 ($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$: 480.56)としての量を質量(力価)で示す。

13 **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。

14 本品は水又はメタノールに溶けやすく、エタノール(95)に
 15 溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品0.02 gを水2 mLに溶かし、塩化ヒドロキシラ
 18 ンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2
 19 mLを加え、5分間放置した後、1 mol/L塩酸試液3 mL及び塩
 20 化鉄(III)試液3滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

21 (2) 本品及びセフェピム塩酸塩標準品の水溶液(1→
 22 20000)につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収ス
 23 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
 24 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
 25 波長のところに同様の強度の吸収を認める。

26 (3) 本品及びセフェピム塩酸塩標準品につき、赤外吸収ス
 27 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
 28 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
 29 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
 30 に同様の強度の吸収を認める。

31 (4) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
 32 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
 33 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
 34 鳴スペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 3.1
 35 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
 36 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
 37 ある。

38 (5) 本品15 mgを水5 mLに溶かし、硝酸銀試液2滴を加え
 39 るとき、液は白濁する。

40 **吸光度** (2.24) $E_{1cm}^{1\%}$ (259 nm) : 310 ~ 340 (脱水物に換算した
 41 もの50 mg, 水, 1000 mL)。

42 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +39 ~ +47° (脱水物に換算したもの
 43 60 mg, 水, 20 mL, 100 mm)。

44 **pH** (2.54) 本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.6 ~
 45 2.1である。

46 純度試験

47 (1) 溶状 本品0.5 gをL-アルギニン溶液(3→50) 5 mLに
 48 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
 49 い。

50 (2) *N*-メチルピロリジン 本品約80 mg(力価)に対応す
 51 る量を精密に量り、薄めた硝酸(2→3125)に溶かして正確に
 52 10 mLとし、試料溶液とする。別に、水30 mLを100 mLの
 53 メスフラスコに入れ、その質量を精密に量り、これに*N*-メ
 54 チルピロリジン約0.125 gを加え、その質量を精密に量り、
 55 更に水を加えて正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に
 56 量り、薄めた硝酸(2→3125)を加えて正確に100 mLとし、標
 57 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液100 μLずつを正確に
 58 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
 59 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
 60 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
 61 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
 62 対力価比率として求めるとき、0.5%以下である。ただし、
 63 試料溶液は調製後、20分以内に試験を行う。

64 *N*-メチルピロリジンの量(%)65
$$=(M_S \times f) / M_T \times A_T / A_S \times 1 / 250$$
66 M_S : *N*-メチルピロリジンの秤取量(mg)67 M_T : 本品の秤取量[mg(力価)]68 f : *N*-メチルピロリジンの純度(%)

69 試験条件

70 検出器 : 電気伝導度検出器

71 カラム : 内径4.6 mm, 長さ5 cmのプラスチック管に、
 72 1 g当たり約0.3 meqの交換容量を持つスルホン酸基を
 73 導入した5 μmの液体クロマトグラフィー用親水性シリ
 74 カゲルを充填する。

75 カラム温度 : 35℃付近の一定温度

76 移動相 : 薄めた硝酸(2→3125) 990 mLにアセトニトリ
 77 ル10 mLを加える。

78 流量 : 毎分1.0 mL

79 システム適合性

80 システムの性能 : 塩化ナトリウム溶液(3→1000) 20 mL
 81 に*N*-メチルピロリジン0.125 gを加え、水を加えて
 82 100 mLとする。この液4 mLを量り、薄めた硝酸(2→
 83 3125)を加えて100 mLとする。この液100 μLにつき、
 84 上記の条件で操作するとき、ナトリウム、*N*-メチル
 85 ピロリジンの順に溶出し、その分離度は2.0以上であ
 86 る。

87 システムの再現性 : 標準溶液100 μLにつき、上記の条
 88 件で試験を5回繰り返すとき、*N*-メチルピロリジン
 89 のピーク面積の相対標準偏差は4.0%以下である。

90 (3) 類縁物質 本品約0.1 gを量り、移動相Aに溶かして50
 91 mLとし、試料溶液とする。試料溶液5 μLにつき、次の条件
 92 で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。試料
 93 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
 94 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、
 95 0.5%以下である。

96 試験条件

97 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

98 カラム：内径4.6 mm，長さ25 cmのステンレス管に10
 99 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 100 化シリカゲルを充填する。
 101 カラム温度：25℃付近の一定温度
 102 移動相A：リン酸二水素アンモニウム0.57 gを水1000
 103 mLに溶かす。
 104 移動相B：アセトニトリル
 105 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
 106 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

107 流量：セフェピムの保持時間が約9.5分になるように調
 108 整する。

109 面積測定範囲：セフェピムの保持時間の約2.5倍の範囲
 110 システム適合性

111 検出の確認：試料溶液1 mLをとり，移動相Aを加えて
 112 10 mLとし，システム適合性試験用溶液とする。シス
 113 テム適合性試験用溶液1 mLをとり，移動相Aを加え
 114 て10 mLとし，検出確認用溶液とする。検出確認用溶
 115 液1 mLを正確に量り，移動相Aを加えて10 mLとする。
 116 この液5 μL から得たセフェピムのピーク面積が，検
 117 出確認用溶液5 μL から得たピーク面積の7 ~ 13%に
 118 なることを確認する。

119 システムの性能：システム適合性試験用溶液5 μL につ
 120 き，上記の条件で操作するとき，セフェピムのピーク
 121 の理論段数は6000段以上である。

122 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μL に
 123 つき，上記の条件で試験を3回繰り返すとき，セフェ
 124 ピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

125 水分 (2.48) 3.0 ~ 4.5%(本品約50 mgを精密に量り，水分測
 126 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
 127 を正確に量り，試験を行う。電量滴定法)。

128 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

129 エンドトキシン (4.01) 0.04 EU/mg(力価)未満。

130 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
 131 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
 132 50 mLとし，試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
 133 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
 134 ラフィー (2.01) により試験を行い，それぞれの液のセフェ
 135 ピムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

136 セフェピム($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2$)の量[μg (力価)]
 137 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

138 M_S ：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

139 試験条件

140 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

141 カラム：内径3.9 mm，長さ30 cmのステンレス管に10
 142 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 143 化シリカゲルを充填する。

144 カラム温度：40℃付近の一定温度

145 移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(261→
 146 100000)に酢酸(100)を加えてpH 3.4に調整した後，

147 水酸化カリウム溶液(13→20)を用いてpH 4.0に調整す
 148 る。この液950 mLにアセトニトリル50 mLを加える。
 149 流量：セフェピムの保持時間が約8分になるように調整
 150 する。

151 システム適合性

152 システムの性能：標準溶液10 μL につき，上記の条件で
 153 操作するとき，セフェピムのピークの理論段数は
 154 1500段以上である。

155 システムの再現性：標準溶液10 μL につき，上記の条件
 156 で試験を5回繰り返すとき，セフェピムのピーク面積
 157 の相対標準偏差は2.0%以下である。

158 貯法

159 保存条件 遮光して保存する。

160 容器 密封容器。

1 注射用セフェピム塩酸塩

2 Cefepime Dihydrochloride for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の95.0～110.0%に
5 対応するセフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$: 480.56)を含む。

6 製法 本品は「セフェピム塩酸塩水和物」をとり、注射剤の製
7 法により製する。

8 性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

9 確認試験

10 (1) 本品40 mgを水2 mLに溶かし、塩化ヒドロキシルア
11 ンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2
12 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
13 化鉄(III)試液3滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

14 (2) 本品の水溶液(1→12500)につき、紫外可視吸光度測
15 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長233
16 ～237 nm及び255～259 nmに吸収の極大を示す。

17 pH(2.54) 本品の「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g(力価)
18 に対応する量を取り、水5 mLに溶かした液のpHは4.0～6.0
19 である。

20 純度試験

21 (1) 溶状 本品の「セフェピム塩酸塩水和物」0.5 g(力価)
22 に対応する量を取り、水5 mLに溶かすとき、液は無色～淡
23 黄色澄明で、その液の色は色の比較液Iより濃くない。

24 (2) *N*-メチルピロリジン 本品の「セフェピム塩酸塩水
25 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
26 (2→625)に溶かして正確に20 mLとし、試料溶液とする。別
27 に、水30 mLを100 mLのメスフラスコに入れ、その質量を
28 精密に量り、これに*N*-メチルピロリジン約0.125 gを加え、
29 その質量を精密に量り、更に水を加えて正確に100 mLとす
30 る。この液4 mLを正確に量り、薄めた硝酸(2→3125)を加え
31 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
32 溶液100 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
33 ラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の*N*-メ
34 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
35 測定し、次式により本品1 mg(力価)当たりの*N*-メチルピロ
36 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
37 である。ただし、試料溶液は調製後、20分以内に試験を行
38 う。

39 *N*-メチルピロリジンの量(%)

$$40 = (M_S \times f) / M_T \times A_T / A_S \times 1 / 125$$

41 M_S : *N*-メチルピロリジンの秤取量(mg)

42 M_T : 本品の秤取量(mg(力価))

43 f : *N*-メチルピロリジンの純度(%)

44 試験条件

45 「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(2)の試験条件
46 を準用する。

47 システム適合性

48 「セフェピム塩酸塩水和物」の純度試験(2)のシステム
49 適合性を準用する。

50 水分(2.48) 4.0%以下(本品約50 mgを精密に量り、水分測定
51 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
52 正確に量り、試験を行う。電量滴定法)。

53 エンドトキシン(4.01) 0.06 EU/mg(力価)未満。

54 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

55 不溶性異物(6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

56 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。

57 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、
58 適合する。

59 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

60 本品の「セフェピム塩酸塩水和物」約60 mg(力価)に対応す
61 る量を精密に量り、移動相に溶かして正確に50 mLとし、試
62 料溶液とする。別にセフェピム塩酸塩標準品約60 mg(力価)
63 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
64 とし、標準溶液とする。以下「セフェピム塩酸塩水和物」の
65 定量法を準用する。

66 セフェピム($C_{19}H_{24}N_6O_5S_2$)の量[μ g(力価)]

$$67 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

68 M_S : セフェピム塩酸塩標準品の秤取量(mg(力価))

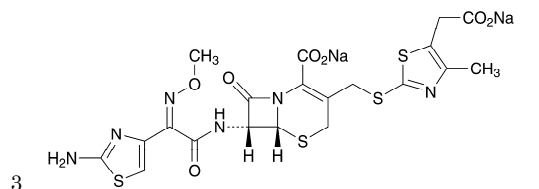
69 貯法

70 保存条件 遮光して保存する。

71 容器 密封容器。

1 セフォジジムナトリウム

2 Cefodizime Sodium



3 $C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$: 628.63

4 Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-

5 2-(methoxyimino)acetylamin]-3-[(5-carboxylatomethyl-

6 4-methylthiazol-2-yl)sulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-

7 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

8 [86329-79-5]

10 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
11 mg当たり890 µg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、
12 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
13 価)で示す。

14 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

15 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。

17 確認試験

18 (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。

24 (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。

29 (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 1H 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。

36 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

37 **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)。

38 **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。

41 純度試験

42 (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。

45 (2) **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。

55 試験条件

56 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。

58 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倍までの範囲

59 システム適合性

61 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。

63 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。

67 (3) **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。

$$77 \text{ エタノールの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S$$

78 M_S : ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量(g)

79 M_T : 本品の秤取量(g)

80 内標準溶液 1-プロパノール溶液(1→400)

81 試験条件

82 検出器：水素炎イオン化検出器

83 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。

87 カラム温度：100℃付近の一定温度

88 キャリヤーガス：窒素

89 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。

91 システム適合性

93 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。

95 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件

97 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
98 に対するエタノールのピーク面積の比の相対標準偏差
99 は2.0%以下である。

100 水分 (2.48) 4.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

101 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
102 価)に対応する量を精密に量り、それぞれに内標準溶液10
103 mLを正確に加えて溶かし、水を加えて100 mLとし、試料溶
104 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、
105 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
106 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
107 面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

108 セフォジジム($C_{20}H_{20}N_6O_7S_4$)の量[µg(力価)]

109 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

110 M_S : セフォジジムナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

111 内標準溶液 カフェイン溶液(3→400)

112 試験条件

113 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)

114 カラム: 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に10
115 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
116 化シリカゲルを充填する。

117 カラム温度: 25℃付近の一定温度

118 移動相: リン酸二水素カリウム0.80 g及び無水リン酸水
119 素二ナトリウム0.20 gを水に溶かし、アセトニトリル
120 80 mLを加え、更に水を加えて1000 mLとする。

121 流量: セフォジジムの保持時間が約5分になるように調
122 整する。

123 システム適合性

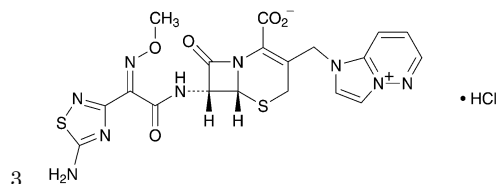
124 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
125 操作するとき、セフォジジム、内標準物質の順に溶出
126 し、その分離度は6以上である。

127 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
128 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
129 に対するセフォジジムのピーク面積の比の相対標準偏
130 差は2.0%以下である。

131 貯法 容器 気密容器。

1 セフォゾプラン塩酸塩

2 Cefozopran Hydrochloride

4 $C_{19}H_{17}N_9O_5S_2 \cdot HCl$: 551.995 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-6 (methoxyimino)acetyl-amino]-3-(1*H*-7 imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-ium-1-ylmethyl)-8-oxo-

8 5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

9 monohydrochloride

10 [113359-04-9, セフォゾプラン]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり860 ~
 12 960 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォゾプラ
 13 ン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$: 515.53)としての量を質量(力価)で示す。

14 **性状** 本品は白色〜微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

15 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
 16 く、水、メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく、アセ
 17 トニトリル又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

18 **確認試験**

19 (1) 本品0.02 gを水10 mLに溶かし、塩化ヒドロキシリア
 20 ンモニウム溶液(1→10) 1 mL及び水酸化ナトリウム試液2
 21 mLを加え、5分間放置した後、1 mol/L塩酸試液3 mL及び塩
 22 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
 23 する。

24 (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
 25 ム試液/メタノール混液(3 : 2)溶液(1→100000)につき、紫
 26 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、
 27 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
 28 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
 29 同様の強度の吸収を認める。

30 (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
 31 スルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測
 32 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
 33 ペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 3.9
 34 ppm付近に単一線のシグナルAを、 δ 5.2 ppm付近に二重線
 35 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
 36 し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 1 : 1である。

37 (4) 本品0.01 gをとり、水1 mL及び酢酸(100) 2 mLを加え
 38 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
 39 濁する。

40 **吸光度** (2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (238 nm) : 455 ~ 485 (脱水物に換算した
 41 もの50 mg, 塩化ナトリウム試液/メタノール混液(3 : 2),
 42 5000 mL)。

43 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -73 ~ -78° (脱水物に換算したもの
 44 0.1 g, 塩化ナトリウム試液/メタノール混液(3 : 2), 10 mL,

45 100 mm)。

46 **純度試験**

47 (1) 溶状 別に規定する。

48 (2) 類縁物質 別に規定する。

49 **水分** (2.48) 2.5%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただ
 50 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
 51 ド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

52 **強熱残分** 別に規定する。53 **エンドトキシン** (4.01) 0.05 EU/mg(力価)未満。

54 **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)
 55 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
 56 確に50 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、それぞ
 57 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
 58 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準
 59 溶液10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
 60 (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
 61 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。

62 セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μg(力価)]63 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$ 64 M_S : セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

65 内標準溶液 2,4-ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1
 66 →1250)

67 **試験条件**

68 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

69 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 70 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 71 化シリカゲルを充填する。

72 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

73 移動相 : ジエチルアミン0.366 gをとり、水を加えて混
 74 和し、1000 mLとする。この液にアセトニトリル60
 75 mL及び酢酸(100) 5 mLを加える。

76 流量 : セフォゾプランの保持時間が約9分になるように
 77 調整する。

78 **システム適合性**

79 システムの性能 : 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
 80 操作するとき、セフォゾプラン、内標準物質の順に溶
 81 出し、その分離度は10以上である。

82 システムの再現性 : 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
 83 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 84 に対するセフォゾプランのピーク面積の比の相対標準
 85 偏差は1.0%以下である。

86 **貯法**

87 保存条件 遮光して保存する。

88 容器 密封容器。

1 注射用セフォゾプラン塩酸塩

2 Cefozopran Hydrochloride for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ～ 115.0%
5 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。

6 製法 本品は「セフォゾプラン塩酸塩」をとり、注射剤の製法
7 により製する。

8 性状 本品は、白色～淡黄色の粉末又は塊である。

9 確認試験

10 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測
11 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長236
12 ～ 241 nmに吸収の極大を示す。

13 (2) 本品50 mgをとり、核磁気共鳴スペクトル測定用重水
14 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、
15 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
16 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
17 定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 3.9 ppm付近に単
18 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
19 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
20 の面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 1 : 1である。

21 pH (2.54) 本品の「セフォゾプラン塩酸塩」0.5 g(力価)に
22 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。

23 純度試験

24 (1) 溶状 本品の「セフォゾプラン塩酸塩」1 g(力価)に
25 対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄明で、その液の
26 色は色の比較液Nより濃くない。

27 (2) 類縁物質 別に規定する。

28 水分 (2.48) 2.5%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただ
29 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
30 ド/水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

31 エンドトキシン (4.01) 0.05 EU/mg(力価)未満。

32 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

33 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

34 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。

35 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、
36 適合する。

37 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
38 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
39 を精密に量り、水を加えて正確に100 mLとする。この液2
40 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、移動相
41 を加えて25 mLとし、試料溶液とする。別にセフォゾプラン
42 塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り、移
43 動相に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを正確に
44 量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、移動相を加えて25
45 mLとし、標準溶液とする。以下「セフォゾプラン塩酸塩」
46 の定量法を準用する。

47 セフォゾプラン($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

48 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$

49 M_S : セフォゾプラン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

50 内標準溶液 2,4-ジヒドロキシ安息香酸の移動相溶液(1
51 →1250)

52 貯法

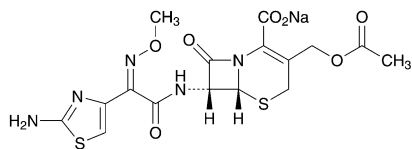
53 保存条件 遮光して保存する。

54 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容器を

55 使用することができる。

1 セフトキシムナトリウム

2 Cefotaxime Sodium

4 $C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$: 477.45

5 Monosodium (6R,7R)-3-acetoxymethyl-7-[(Z)-2-(2-
6 aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylaminio]-8-oxo-5-
7 thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
8 [64485-93-4]

9 本品は定量するとき、換算した乾燥物1 mg当たり916 ~
10 978 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフトキシ
11 ム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$: 455.47)としての量を質量(力価)で示す。

12 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

13 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ
14 タノール(95)に極めて溶けにくい。

15 **確認試験**

16 (1) 本品2 mgを0.01 mol/L塩酸試液に溶かし、100 mLと
17 する。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により
18 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
19 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
20 ころに同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
22 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
23 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
24 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

25 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)
26 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
27 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
28 共鳴スペクトル測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ
29 2.1 ppm付近、 δ 4.0 ppm付近及び δ 7.0 ppm付近にそれぞれ
30 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
31 度比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

32 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

33 **旋光度**(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +58 ~ +64°(乾燥物に換算したもの
34 0.25 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

35 **pH**(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ~
36 6.5である。

37 **純度試験**

38 (1) **溶状** 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
39 である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法
40 (2.24)により試験を行うとき、波長430 nmにおける吸光度
41 は0.40以下である。

42 (2) **硫酸塩**(1.14) 本品2.0 gを水40 mLに溶かし、希塩
43 酸2 mL及び水を加えて50 mLとし、よく振り混ぜた後、ろ
44 過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液25 mLに水を加
45 えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は

46 0.005 mol/L硫酸1.0 mLをとり、希塩酸1 mL及び水を加えて
47 50 mLとする(0.048%以下)。

48 (3) **類縁物質** 定量法で得た試料溶液10 μL につき、次の
49 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、
50 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
51 法によりそれらの量を求めるとき、セフトキシム以外のそ
52 れぞれのピークの量は1.0%以下であり、セフトキシム以
53 外のピークの合計は3.0%以下である。

54 **試験条件**

55 検出器：カラム、カラム温度、移動相A、移動相B、移
56 動相の送液、流量は定量法の試験条件を準用する。

57 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフトキシムの
58 保持時間の約3.5倍までの範囲

59 **システム適合性**

60 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
61 ム適合性を準用する。

62 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相Aを
63 加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量
64 り、移動相Aを加えて正確に20 mLとした液10 μL か
65 ら得たセフトキシムのピーク面積が、標準溶液のセ
66 フトキシムのピーク面積の0.15 ~ 0.25%になること
67 を確認する。

68 **乾燥減量**(2.41) 3.0%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

69 **定量法** 本品及びセフトキシム標準品約40 mg(力価)に対応
70 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
71 50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
72 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
73 ラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のセフト
74 タキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

75 セフトキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)の量[μg (力価)]76 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$ 77 M_S : セフトキシム標準品の秤取量[mg(力価)]78 **試験条件**

79 検出器：紫外吸光度計(測定波長：235 nm)

80 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
81 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
82 化シリカゲルを充填する。

83 カラム温度：30°C付近の一定温度

84 移動相A : 0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリ
85 ン酸を加えてpH 6.25に調整し、この液860 mLにメタ
86 ノール140 mLを加える。

87 移動相B : 0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液にリ
88 ン酸を加えてpH 6.25に調整し、この液600 mLにメタ
89 ノール400 mLを加える。

90 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
91 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 セフト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

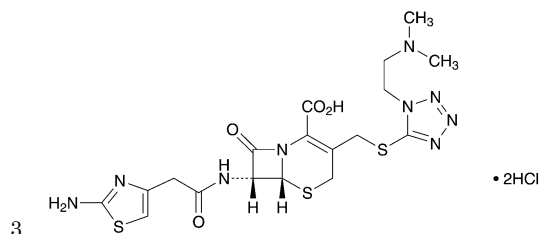
システムの性能：標準溶液1 mLに水7.0 mL及びメタノール2.0 mLを加えて振り混ぜる。この液に炭酸ナトリウム十水和物25 mgを加えて振り混ぜ、室温で10分間放置した後、酢酸(100) 3滴及び標準溶液1 mLを加えて振り混ぜる。この液10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、セフトキシムに対する相対保持時間約0.3のデスアセチルセフトキシム、セフトキシムの順に溶出し、その分離度は20以上であり、セフトキシムのピークのシンメトリー係数は2以下である。

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、セフト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。

1 セフォチアム塩酸塩

2 Cefotiam Hydrochloride

4 $C_{18}H_{23}N_9O_4S_3 \cdot 2HCl$: 598.555 (6*R*,7*R*)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-6 [1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-

7 8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid

8 dihydrochloride

9 [66309-69-1]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり810 ~
 11 890 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォチアム
 12 ($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

14 本品は水、メタノール又はホルムアミドに溶けやすく、エ
 15 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
 16 ない。

17 **確認試験**

18 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
 19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
 20 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
 21 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、
 22 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
 23 認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩
 25 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
 26 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
 27 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
 28 に同様の強度の吸収を認める。

29 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
 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
 31 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
 32 共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ
 33 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
 34 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 :
 35 1である。

36 (4) 本品0.1 gをとり、希硝酸5 mLに溶かし、直ちに硝酸
 37 銀試液1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

38 **旋光度**(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +60 ~ +72°(脱水物に換算したもの
 39 1 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

40 **pH**(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.2 ~
 41 1.7である。

42 **純度試験** 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は無
 43 色～黄色澄明である。

44 **水分**(2.48) 7.0%以下(0.25 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただ
 45 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
 46 ド／水分測定用メタノール混液(2 : 1)を用いる)。

47 **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
 48 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
 49 100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び
 50 標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
 51 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
 52 チアムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

53 セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μ g(力価)]54 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$ 55 M_S : セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]56 **試験条件**

57 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

58 カラム : 内径4.0 mm, 長さ125 mmのステンレス管に5
 59 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 60 化シリカゲルを充填する。

61 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

62 移動相 : 0.05 mol/Lリン酸水素二ナトリウム試液800
 63 mLに0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えて
 64 pHを7.7に調整する。この液440 mLにアセトニトリ
 65 ル60 mLを加える。

66 流量 : セフォチアムの保持時間が約14分になるように
 67 調整する。

68 **システム適合性**

69 システムの性能 : オルシン0.04 gを標準溶液10 mLに溶
 70 かす。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作すると
 71 き、オルシン、セフォチアムの順に溶出し、その分離
 72 度は5以上である。

73 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
 74 で試験を6回繰り返すとき、セフォチアムのピーク面
 75 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

76 **貯法** 容器 密封容器。

1 注射用セフトリアム塩酸塩

2 Cefotiam Hydrochloride for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ～ 110.0%
5 に対応するセフトリアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)を含む。

6 製法 本品は「セフトリアム塩酸塩」をとり、注射剤の製法に
7 より製する。

8 性状 本品は白色～淡黄色の粉末である。

9 確認試験

10 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
11 定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長257
12 ～ 261 nmに吸収の極大を示す。

13 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
14 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
15 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
16 共鳴スペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ
17 2.7 ～ 3.0 ppm及び δ 6.5 ppm付近にそれぞれ単一線のシグ
18 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
19 6 : 1である。

20 pH (2.54) 本品の「セフトリアム塩酸塩」0.5 g(力価)に対
21 応する量の水5 mLに溶かした液のpHは5.7 ～ 7.2である。

22 純度試験 溶状 本品の「セフトリアム塩酸塩」1.0 g(力価)に
23 対応する量の水10 mLに溶かすとき、液は澄明である。また、
24 この液につき、溶解10分後に紫外可視吸光度測定法 (2.24)
25 により試験を行うとき、波長450 nmにおける吸光度は0.20
26 以下である。

27 乾燥減量 (2.41) 6.0%以下(0.5 g, 減圧, 60℃, 3時間)。

28 エンドトキシン (4.01) 0.125 EU/mg(力価)未満。

29 製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

30 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

31 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

32 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、
33 適合する。

34 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
35 「セフトリアム塩酸塩」約50 mg(力価)に対応する量を精密
36 に量り、移動相に溶かして正確に50 mLとし、試料溶液とす
37 る。別にセフトリアム塩酸塩標準品約50 mg(力価)に対応す
38 る量を精密に量り、移動相に溶かして正確に50 mLとし、標
39 準溶液とする。以下「セフトリアム塩酸塩」の定量法を準用
40 する。

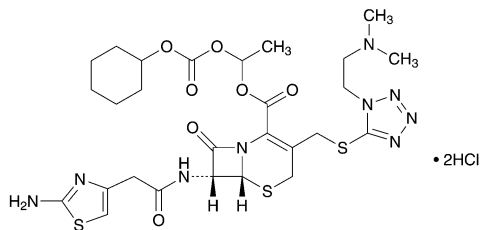
41 セフトリアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μg (力価)]
42
$$= M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

43 M_S : セフトリアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

44 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容
45 器を使用することができる。

1 セフォチアム ヘキシセチル塩酸塩

2 Cefotiam Hexetil Hydrochloride

3 $C_{27}H_{37}N_9O_7S_3 \cdot 2HCl$: 768.764 (1*RS*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)-7-

5 [2-(2-aminothiazol-4-yl)acetyl]amino]-3-[1-(2-

6 dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-

7 8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

8 dihydrochloride

9 [95789-30-3]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり615 ~
 12 690 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォチアム
 13 ($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)としての量を質量(力価)で示す。

14 **性状** 本品は白色～淡黄色の粉末である。

15 本品は水、メタノール又はエタノール(95)に極めて溶けや
 16 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
 17 に溶けにくい。

18 本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける。

19 本品は吸湿性である。

20 **確認試験**

21 (1) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(3→125000)につき、紫
 22 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、
 23 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
 24 ヘキシ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
 25 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
 26 ころに同様の強度の吸収を認める。

27 (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
 28 スルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測
 29 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
 30 ペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 2.8
 31 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
 32 及びBを、 δ 6.9 ppm付近に多重線のシグナルCを示し、各
 33 シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ6 : 1 : 1である。

34 (3) 本品の水溶液(1→200)に希硝酸2 mL及び硝酸銀試液1
 35 mLを加えて振り混ぜるとき、白色の沈殿を生じる。

36 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +52 ~ +60°(脱水物に換算したもの
 37 0.1 g, 0.1 mol/L塩酸試液, 10 mL, 100 mm)。

38 **純度試験**

39 (1) 類縁物質1 本品約50 mgを精密に量り、薄めたリン
 40 酸(1→100)/アセトニトリル混液(4 : 1)に溶かし、正確に50
 41 mLとする。この液10 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→
 42 100)/アセトニトリル混液(4 : 1)を加えて正確に25 mLとし、
 43 試料溶液とする。別にセフォチアムヘキシセチル塩酸塩標準品

44 約50 mgを精密に量り、薄めたリン酸(1→100)/アセトニト
 45 リル混液(4 : 1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液1 mL
 46 を正確に量り、薄めたリン酸(1→100)/アセトニトリル混液
 47 (4 : 1)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶
 48 液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体ク
 49 ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液
 50 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
 51 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
 52 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
 53 約1.2の類縁物質は2.0%以下であり、セフォチアムヘキシセ
 54 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
 55 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
 56 ある。ただし、セフォチアムヘキシセチルの保持時間の大きい
 57 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
 58 積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする。

59 類縁物質の量(%) = $M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$ 60 M_S : セフォチアムヘキシセチル塩酸塩標準品の秤取量(g)61 M_T : 本品の秤取量(g)62 A_S : 標準溶液のセフォチアムヘキシセチルの二つのピーク
63 面積の合計64 A_T : 試料溶液の類縁物質のピーク面積65 **試験条件**

66 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)

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

70 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

71 移動相A : 薄めた0.2 mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1
72 →2)/アセトニトリル/酢酸(100)混液(72 : 28 : 1)73 移動相B : アセトニトリル/薄めた0.2 mol/Lリン酸二水
74 素カリウム試液(1→2)/酢酸(100)混液(60 : 40 : 1)75 移動相の送液 : 移動相Aから移動相Bの混合比が、30分
76 間で1 : 0から0 : 1に直線的に変化するように設定す
77 る。

78 流量 : 毎分0.7 mL

79 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からセフォチアムヘキ
80 セチルの二つのピークのうち、先に溶出するピークの
81 保持時間の約3倍までの範囲82 **システム適合性**83 検出の確認 : 標準溶液1 mLを正確に量り、薄めたリン
84 酸(1→100)/アセトニトリル混液(4 : 1)を加えて正確
85 に50 mLとする。この液10 μ Lから得たセフォチアム
86 ヘキシセチルの二つのピークのそれぞれの面積が、標準
87 溶液から得たそれぞれのピークの1.6 ~ 2.4%になる
88 ことを確認する。89 システムの性能 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
90 操作するとき、セフォチアムヘキシセチルの二つのピー
91 クの分離度は2.0以上である。92 システムの再現性 : 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
93 で試験を6回繰り返すとき、セフォチアムヘキシセチル
94 の二つのピークの面積の和の相対標準偏差は2.0%以
95 下である。

(2) 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(%) = $M_S / M_T \times A_T / A_S \times 4$

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倍までの範囲

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。

(3) 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シ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シ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シ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)]

= $M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

M_S : セフォチアムヘキシ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: セフォチアムヘキシ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

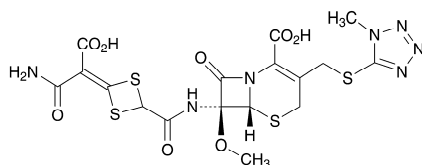
システムの性能: 標準溶液20 µLにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、セフォチアムヘキシセチルの順に溶出し、セフォチアムヘキシセチルの二つのピークの実分離度は2.0以上である。

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シ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。

1 セフォテタン

2 Cefotetan



3

4 $C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$: 575.62

5 (6*R*,7*R*)-7-[[4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-
6 dithietane-2-carbonyl]amino]-7-methoxy-3-(1-methyl-1*H*-
7 tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-
8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid
9 [69712-56-7]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり960 ~
11 1010 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォテタ
12 ン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

14 本品はメタノールにやや溶けにくく、水又はエタノール
15 (99.5)に溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品のpH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液溶液(1→
18 100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス
19 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
20 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
21 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
22 ところに同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
24 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
25 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
26 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
27 の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品50 mgを炭酸水素ナトリウムの核磁気共鳴スペク
29 トル測定用重水溶液(1→25) 0.5 mLに溶かした液につき、核
30 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
31 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
32 トル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 3.6 ppm付
33 近、 δ 4.0 ppm付近、 δ 5.1 ppm付近及び δ 5.2 ppm付近にそ
34 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
35 の面積強度比A : B : C : Dはほぼ3 : 3 : 1 : 1である。

36 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +112 ~ +124°(脱水物に換算した
37 もの0.5 g、炭酸水素ナトリウム溶液(1→200), 50 mL, 100
38 mm)。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品1.0 gを炭酸水素ナトリウム溶液(1→30) 10
41 mLに溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

42 (2) 類縁物質 本品約0.1 gを精密に量り、メタノールに
43 溶かし、内標準溶液2 mLを正確に加えた後、メタノールを
44 加えて20 mLとし、試料溶液とする。別に液体クロマトグラ
45 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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグ
ラフィー(2.01)により試験を行い、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。

68 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量(%)

$$69 = M_{Sa} / M_T \times Q_{Ta} / Q_{Sa} \times 1 / 100$$

70 セフォテタンラクトンの量(%)

$$71 = M_{Sb} / M_T \times Q_{Tb} / Q_{Sb} \times 1 / 100$$

72 Δ_2 -セフォテタンの量(%)

$$73 = M_{Sb} / M_T \times Q_{Tc} / Q_{Sb} \times 1 / 100$$

74 イソチアゾール体の量(%)

$$75 = M_{Sb} / M_T \times Q_{Td} / Q_{Sb} \times 1 / 100$$

76 その他の個々の類縁物質の量(%)

$$77 = M_{Sb} / M_T \times Q_{Te} / Q_{Sb} \times 1 / 100$$

78 その他の類縁物質の合計(%)

$$79 = M_{Sb} / M_T \times Q_{Tf} / Q_{Sb} \times 1 / 100$$

80 M_{Sa} : 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤
81 取量(mg)

82 M_{Sb} : 脱水物に換算したセフォテタン標準品の秤取量(mg)

83 M_T : 本品の秤取量(g)

84 内標準溶液 カフェインのメタノール溶液(3→10000)

85 試験条件

86 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
87 の試験条件を準用する。

88 面積測定範囲 : セフォテタンの保持時間の約3.5倍の範
89 囲

90 システム適合性

91 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

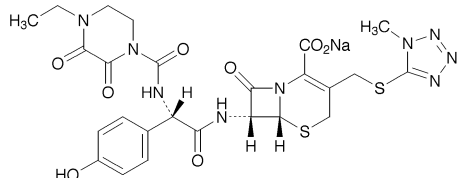
92 検出の確認 : 標準溶液15 mLを正確に量り、メタノール
93 を加えて正確に100 mLとする。この液5 μ Lから得た
94 セフォテタンのピーク面積が、標準溶液のセフォテタ
95 ンのピーク面積の12 ~ 18%になることを確認する。

96 システムの再現性 : 標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件
97 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積

98	に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏	150	調整する。
99	差は2.0%以下である。	151	システム適合性
100	水分 (2.48) 2.5%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。	152	システムの性能: 標準溶液5 μLにつき, 上記の条件で
101	強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。	153	操作するとき, 内標準物質, セフォテタンの順に溶出
102	異性体比 本品10 mgをメタノール20 mLに溶かし, 試料溶液	154	し, その分離度は8以上である。
103	とする。試料溶液5 μLにつき, 次の条件で液体クロマトグ	155	システムの再現性: 標準溶液5 μLにつき, 上記の条件
104	ラフィー (2.01) により試験を行い, 保持時間40分付近に近	156	で試験を5回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
105	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	157	に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏
106	ク(<i>l</i> 体)及び保持時間の大きい方のピーク(<i>d</i> 体)の面積を自動	158	差は1.0%以下である。
107	積分法により測定する。面積百分率法により <i>l</i> 体の量を求め	159	貯法
108	るとき, 35 ~ 45%である。	160	保存条件 遮光して, 5℃以下で保存する。
109	試験条件	161	容器 気密容器。
110	検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)		
111	カラム: 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm		
112	の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ		
113	リカゲルを充填する。		
114	カラム温度: 40℃付近の一定温度		
115	移動相: pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液/水/テト		
116	ラプチルアンモニウム硫酸水素塩のアセトニトリル溶		
117	液(1→150)混液(9: 9: 2)。		
118	流量: <i>l</i> 体の保持時間が約40分になるように調整する。		
119	システム適合性		
120	システムの性能: 試料溶液5 μLにつき, 上記の条件で		
121	操作するとき, <i>l</i> 体, <i>d</i> 体の順に溶出し, その分離度は		
122	1.5以上である。		
123	システムの再現性: 試料溶液1 mLを正確に量り, メタ		
124	ノールを加えて正確に10 mLとする。この液5 μLにつ		
125	き, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, <i>l</i> 体のピー		
126	ク面積の相対標準偏差は5.0%以下である。		
127	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		
128	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		
129	塩緩衝液に溶かし, 正確に50 mLとする。この液15 mLずつ		
130	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		
131	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,		
132	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		
133	につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により		
134	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		
135	のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。		
136	セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)の量[μg(力価)]		
137	$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$		
138	M_S : セフォテタン標準品の秤取量[mg(力価)]		
139	内標準溶液 カフェイン溶液(1→1000)		
140	試験条件		
141	検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)		
142	カラム: 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5		
143	μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル		
144	化シリカゲルを充填する。		
145	カラム温度: 40℃付近の一定温度		
146	移動相: リン酸 11.53 gを水1000 mLに溶かす。この		
147	液850 mLにアセトニトリル50 mL, 酢酸(100) 50 mL		
148	及びメタノール50 mLを加える。		
149	流量: セフォテタンの保持時間が約17分になるように		

1 セフォペラゾンナトリウム

2 Cefoperazone Sodium

4 $C_{25}H_{26}N_9NaO_8S_2$: 667.655 Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-[(4-ethyl-2,3-

6 dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-

7 hydroxyphenyl)acetyl-amino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-

8 5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-

9 2-ene-2-carboxylate

10 [62893-20-3]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり871 ~
 12 986 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォペラゾ
 13 ン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$: 645.67)としての量を質量(力価)で示す。

14 **性状** 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末である。

15 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
 16 く、エタノール(99.5)に溶けにくい。

17 **確認試験**

18 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
 19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
 20 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
 21 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
 23 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
 24 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
 25 共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ
 26 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
 27 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
 28 示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 2 : 2であ
 29 る。

30 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

31 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -15 ~ -25° (1 g, 水, 100 mL,
 32 100 mm)。

33 **pH** (2.54) 本品1.0 gを水4 mLに溶かした液のpHは4.5 ~
 34 6.5である。

35 **純度試験**

36 (1) **溶状** 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
 37 である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ
 38 り試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.18以下
 39 である。

40 (2) **類縁物質** 本品0.1 gを水100 mLに溶かし、試料溶液
 41 とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に50
 42 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μLず
 43 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 44 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面

45 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
 46 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
 47 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
 48 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%
 49 以下である。また、類縁物質の合計量は7.0%以下である。
 50 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
 51 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。

52 **試験条件**

53 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
 54 の試験条件を準用する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの
 56 保持時間の約3倍までの範囲

57 **システム適合性**

58 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
 59 えて正確に20 mLとし、この液25 μLから得たセフォ
 60 ペラゾンのピーク面積が、標準溶液の3.5 ~ 6.5%に
 61 なることを確認する。

62 システムの性能：標準溶液25 μLにつき、上記の条件で
 63 操作するとき、セフォペラゾンのピークの理論段数及
 64 びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以
 65 下である。

66 システムの再現性：標準溶液25 μLにつき、上記の条件
 67 で試験を6回繰り返すとき、セフォペラゾンのピーク
 68 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

69 **水分** (2.48) 1.0%以下(3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

70 **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
 71 かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内
 72 標準溶液5 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にセフォ
 73 ペラゾン標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
 74 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
 75 て正確に20 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準
 76 溶液5 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標
 77 準溶液10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
 78 (2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
 79 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。

80 セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[μg(力価)]

81
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$$

82 M_S : セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

83 内標準溶液 アセトアニリドの水／アセトニトリル混液
 84 (43 : 7)溶液(3→8000)

85 **試験条件**

86 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

87 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 88 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 89 化シリカゲルを充填する。

90 カラム温度：35℃付近の一定温度

91 移動相：酢酸(100) 57 mL及びトリエチルアミン139 mL
 92 をとり、水を加えて1000 mLとする。この液20 mLに
 93 水835 mL、アセトニトリル140 mL及び希酢酸5 mL
 94 を加える。

95 流量：セフォペラゾンの保持時間が約10分になるよう
 96 に調整する。

- 97 システム適合性
- 98 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
- 99 操作するとき、内標準物質、セフォペラゾンの順に溶
- 100 出し、その分離度は5以上である。
- 101 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
- 102 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
- 103 に対するセフォペラゾンのピーク面積の比の相対標準
- 104 偏差は1.0%以下である。
- 105 **貯法**
- 106 保存条件 冷所に保存する。
- 107 容器 密封容器。

1 注射用セフォペラゾンナトリウム

2 Cefoperazone Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%に
5 対応するセフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$: 645.67)を含む。

6 製法 本品は「セフォペラゾンナトリウム」をとり、注射剤の
7 製法により製する。

8 性状 本品は白色～帯黄白色の結晶性の粉末又は塊である。

9 確認試験 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度
10 測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長
11 226～230 nm及び263～267 nmに吸収の極大を示す。

12 pH〈2.54〉 本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力
13 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
14 ある。

15 純度試験

16 (1) 溶状 本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力
17 価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄明である。
18 この液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を
19 行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.22以下である。

20 (2) 類縁物質 本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.1
21 g(力価)に対応する量を水100 mLに溶かし、試料溶液とする。
22 この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、
23 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 μ Lずつを正確に
24 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試
25 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
26 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
27 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
28 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
29 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
30 フォペラゾンのピーク面積の3/4より大きくない。また、
31 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
32 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。
33 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
34 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
35 とする。

36 試験条件

37 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セ
38 フォペラゾンナトリウム」の定量法の試験条件を準用
39 する。

40 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフォペラゾンの
41 保持時間の約3倍までの範囲

42 システム適合性

43 「セフォペラゾンナトリウム」の純度試験(2)類縁物質
44 のシステム適合性を準用する。

45 水分〈2.48〉 1.0%以下(3 g、容量滴定法、直接滴定)。

46 エンドトキシン〈4.01〉 0.05 EU/mg(力価)未満。

47 製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。

48 不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき、適合する。

49 不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

50 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、

51 適合する。

52 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。

53 「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
54 精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5
55 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、試料溶液
56 とする。以下「セフォペラゾンナトリウム」の定量法を準用
57 する。

58 セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]
59 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 5$

60 M_S : セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

61 内標準溶液 アセトアニリドの水／アセトニトリル混液
62 (43:7)溶液(3→8000)

63 貯法

64 保存条件 冷所に保存する。

65 容器 密封容器。

66 有効期間 製造後24箇月。

1 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

3 Cefoperazone Sodium and Sulbactam Sodium for Injection

4 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に
6 対応するセフォペラゾン(C₂₅H₂₇N₉O₈S₂ : 645.67)を含み、
7 95.0～110.0%に対応するスルバクタム(C₈H₁₁NO₅S :
8 233.24)を含む。

9 製法 本品は「セフォペラゾンナトリウム」及び「スルバクタ
10 ムナトリウム」をとり、注射剤の製法により製する。

11 性状 本品は白色～帯黄白色の塊又は粉末である。

12 確認試験

13 (1) 定量法において、試料溶液から得たセフォペラゾンに
14 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
15 ザンの保持時間に等しい。また、定量法で得た試料溶液10
16 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
17 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～
18 1.1倍である。

19 試験条件

20 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
21 件を準用する。

22 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

23 システム適合性

24 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

25 (2) 定量法において、試料溶液から得たスルバクタムに相
26 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
27 の保持時間に等しい。また、定量法で得た試料溶液10 μLに
28 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試
29 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
30 である。

31 試験条件

32 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
33 件を準用する。

34 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

35 システム適合性

36 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

37 pH〈2.54〉 本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力
38 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
39 ある。

40 純度試験

41 (1) 溶状 本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.5 g(力
42 価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄明である。
43 また、この液につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により
44 試験を行うとき、波長425 nmにおける吸光度は0.10以下で
45 ある。

46 (2) 類縁物質 本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.1
47 g(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確
48 に50 mLとし、試料溶液とする。試料溶液2 mLを正確に量
49 り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液(1)とする。
50 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

51 mgを精密に量り、水2 mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液
52 0.5 mLを加え、室温で10分間放置した後、1 mol/L塩酸試液
53 0.5 mLを加え、更に移動相を加えて正確に100 mLとする。
54 この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLと
55 し、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶
56 液(2) 10 μLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグ
57 ラフィー〈2.01〉により試験を行う。それぞれの液の各々の
58 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
59 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
60 ク面積は、標準溶液(1)のセフォペラゾンのピーク面積の
61 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
62 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)
63 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、
64 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
65 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
66 ペニシラミンの量を求めるとき、1.0%以下である。ただし、
67 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
68 数0.4を乗じた値とする。

69 スルバクタムペニシラミンの量(%)

$$70 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$$

71 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
72 ムの秤取量(mg)

73 M_T ：本品の秤取量(mg)

74 試験条件

75 カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条
76 件を準用する。

77 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

78 システム適合性

79 システムの性能：標準溶液(1) 1 mLに標準溶液(2) 1 mL
80 を加えた液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、
81 スルバクタムペニシラミン、スルバクタム、セフォペ
82 ラゾンの順に溶出し、スルバクタムペニシラミンとス
83 ルバクタム及びスルバクタムとセフォペラゾンの分離
84 度はそれぞれ4以上及び5以上である。

85 システムの再現性：標準溶液(2) 10 μLにつき、上記の
86 条件で試験を6回繰り返すとき、スルバクタムペニシ
87 ラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
88 る。

89 水分〈2.48〉 1.0%以下(1 g、容量滴定法、直接滴定)。

90 エンドトキシン〈4.01〉 0.060 EU/mg(力価)未満。

91 製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する(T ：
92 別に規定する)。

93 不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき、適合する。

94 不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

95 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、
96 適合する。

97 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
98 品の「セフォペラゾンナトリウム」約50 mg(力価)に対応す
99 る量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液5 mLを正
100 確に加えた後、移動相を加えて50 mLとし、試料溶液とする。
101 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
102 mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内

103 標準溶液5 mLを正確に加えた後、移動相を加えて50 mLと
 104 し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLにつき、
 105 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
 106 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
 107 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
 108 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
 109 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。

110 スルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$)の量[mg(力価)]

$$111 = M_{S1} \times Q_{Ta} / Q_{Sa}$$

112 セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]

$$113 = M_{S2} \times Q_{Tb} / Q_{Sb}$$

114 M_{S1} ：スルバクタム標準品の秤取量[mg(力価)]

115 M_{S2} ：セフォペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

116 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチルの移動相溶液(7→
 117 1000)

118 試験条件

119 検出器：紫外吸光度計(測定波長：220 nm)

120 カラム：内径3.9 mm、長さ30 cmのステンレス管に10
 121 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 122 化シリカゲルを充填する。

123 カラム温度：35℃付近の一定温度

124 移動相：0.005 mol/Lテトラブチルアンモニウムヒドロ
 125 キシド試液／液体クロマトグラフィー用アセトニトリ
 126 ル混液(3：1)

127 流量：スルバクタムの保持時間が約7分になるように調
 128 整する。

129 システム適合性

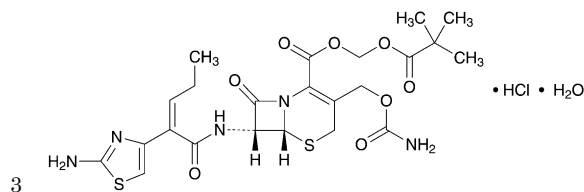
130 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
 131 操作するとき、スルバクタム、内標準物質、セフォペ
 132 ラゾンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。

133 システムの再現性：標準溶液10 µLにつき、上記の条件
 134 で試験を6回繰り返すとき、スルバクタムのピーク面
 135 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

136 貯法 容器 密封容器。本品は、プラスチック製水性注射剤容
 137 器を使用することができる。

1 セフカペン ピボキシル塩酸塩水和物

2 Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Hydrate

4 $C_{23}H_{29}N_5O_8S_2 \cdot HCl \cdot H_2O$: 622.11

5 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-
6 aminothiazol-4-yl)pent-2-enoylamino]-3-
7 carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-
8 ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate
9 [147816-24-8]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり722 ~
11 764 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフカペン
12 ($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$: 453.49)としての量を質量(力価)で示す。

13 **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
14 特異なおいがある。

15 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
16 やすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすく、水に溶けにく
17 く、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

18 **確認試験**

19 (1) 本品のメタノール溶液(1→50000)につき、紫外可視
20 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
21 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
22 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
23 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
24 同様の強度の吸収を認める。

25 (2) 本品及びセフカペンピボキシル塩酸塩標準品につき、
26 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
27 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
28 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
29 波数のところに同様の強度の吸収を認める。

30 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノ
31 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
32 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
33 定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 6.3 ppm付近に三
34 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
35 を示し、各シグナルの面積強度比A : Bはほぼ1 : 1である。

36 (4) 本品10 mgを水/メタノール混液(1 : 1) 2 mLに溶か
37 し、硝酸銀試液1滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

38 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +51 ~ +54°(脱水物に換算したもの
39 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

40 **純度試験**

41 (1) 類縁物質 I 本品約10 mg(力価)に対応する量をメタ
42 ノール2 mLに溶かし、水/メタノール混液(1 : 1)を加えて
43 50 mLとし、試料溶液とする。試料溶液30 μLにつき、次の
44 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、

45 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、
46 水/メタノール混液(1 : 1) 30 μLにつき、同様に操作し、ベ
47 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
48 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
49 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
50 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%
51 以下であり、ピークの合計は1.5%以下である。

52 **試験条件**

53 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)

54 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
55 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
56 化シリカゲルを充填する。

57 カラム温度：20℃付近の一定温度

58 移動相A：リン酸二水素カリウム5.99 gを水に溶かし、
59 1100 mLとする。この液に、テトラ-*n*-ペンチルア
60 ンモニウム臭化物1.89 gをメタノールに溶かして1000
61 mLとした液を加える。

62 移動相B：メタノール/水混液(22 : 3)

63 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
64 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

65 流量：毎分0.8 mL

66 面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約
67 2.5倍の範囲

68 システム適合性

69 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、水/メタノ
70 ール混液(1 : 1)を加えて正確に100 mLとし、システ
71 ム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶
72 液1 mLを正確に量り、水/メタノール混液(1 : 1)を
73 加えて正確に10 mLとし、この液30 μLから得たセフ
74 カペンピボキシルのピーク面積が、システム適合性試
75 験用溶液のセフカペンピボキシルのピーク面積の7 ~
76 13%になることを確認する。

77 システムの性能：本品10 mg及びパラオキシ安息香酸プロ
78 ピル10 mgをメタノール25 mLに溶かし、水を加え
79 て50 mLとする。この液5 mLをとり、水/メタノール
80 混液(1 : 1)を加えて50 mLとする。この液30 μLに
81 つき、上記の条件で操作するとき、セフカペンピボキ
82 シル、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、そ
83 の分離度は7以上である。

84 システムの再現性：システム適合性試験用溶液30 μLに
85 つき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、セフカ
86 ペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%
87 以下である。

88 (2) 類縁物質 II 本品約2 mg(力価)に対応する量を液体ク
89 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
90 20 mLとし、試料溶液とする。試料溶液20 μLにつき、次の
91 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。
92 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
93 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

94	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	146	カラム温度：40℃付近の一定温度
95	ある。	147	移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物1.56 g及び1
96	試験条件	148	ーデカンスルホン酸ナトリウム1.22 gを水に溶かし、
97	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)	149	1000 mLとする。この液700 mLにアセトニトリル
98	カラム：内径7.8 mm、長さ30 cmのステンレス管に液	150	300 mL及びメタノール100 mLを加える。
99	体クロマトグラフィー用スチレンージビニルベンゼン	151	流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約5分になる
100	共重合体を充填する。	152	ように調整する。
101	カラム温度：25℃付近の一定温度	153	システム適合性
102	移動相：臭化リチウムの液体クロマトグラフィー用 <i>N,N</i> -	154	システムの性能：本品0.2 gをメタノール10 mLに溶か
103	ージメチルホルムアミド溶液(13→5000)	155	し、60℃の水浴中で20分間加温する。冷後、この液1
104	流量：セフカペンピボキシルの保持時間が約22分にな	156	mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、
105	るよう調整する。	157	更に、水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLとす
106	面積測定範囲：セフカペンピボキシルの保持時間の約	158	る。この液10 μLにつき、上記の条件で操作するとき、
107	1.8倍の範囲	159	セフカペンピボキシル、セフカペンピボキシルトラン
108	システム適合性	160	ス体、内標準物質の順に溶出し、セフカペンピボキシ
109	検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、液体クロマ	161	ルに対するセフカペンピボキシルトランス体及び内標
110	トグラフィー用 <i>N,N</i> -ジメチルホルムアミドを加えて	162	準物質の相対保持時間は、それぞれ約1.7及び約2.0で
111	正確に100 mLとし、システム適合性試験用溶液とす	163	あり、また、セフカペンピボキシルトランス体と内標
112	る。この液3 mLを正確に量り、液体クロマトグラフィ	164	準物質の分離度は1.5以上である。
113	ー用 <i>N,N</i> -ジメチルホルムアミドを加えて正確に10	165	システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
114	mLとする。この液20 μLから得たセフカペンピボキ	166	で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
115	シルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセ	167	に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相
116	フカペンピボキシルのピーク面積の20 ～ 40%になる	168	対標準偏差は1.0%以下である。
117	ことを確認する。	169	貯法
118	システムの性能：試料溶液20 μLにつき、上記の条件で	170	保存条件 遮光して、5℃以下で保存する。
119	操作するとき、セフカペンピボキシルのピークの理論	171	容器 気密容器。
120	段数は12000段以上である。		
121	システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 μLに		
122	つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフカ		
123	ペンピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は4.0%		
124	以下である。		
125	水分 (2.48) 2.8 ～ 3.7%(0.5 g、容量滴定法、逆滴定)。		
126	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		
127	mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを水／メタ		
128	ノール混液(1：1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液10		
129	mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確		
130	に加え、更に、水／メタノール混液(1：1)を加えて50 mLと		
131	し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液		
132	10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.0I) に		
133	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		
134	ンピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。		
135	セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[μg(力価)]		
136	$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$		
137	M_S ：セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力		
138	価)]		
139	内標準溶液 <i>p</i> -ベンジルフェノールの水／メタノール混		
140	液(1：1)溶液(7→4000)		
141	試験条件		
142	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：265 nm)		
143	カラム：内径3.0 mm、長さ7.5 cmのステンレス管に3		
144	μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル		
145	化シリカゲルを充填する。		

1 セフカペン ピボキシル塩酸塩錠

2 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(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂: 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)に対応する量を取り、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。

3 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)に対応する量を取り、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。

4 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(1)の試験条件を準用する。

5 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(1)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)に対応する量を取り、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。

6 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。

7 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。

水分(2.48) 3.9%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。試料の粉碎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(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂)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)に対応する量を取り、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(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂)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。

1 セフカペン ピボキシル塩酸塩細粒

2 Cefcapene Pivoxil Hydrochloride Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に
4 対応するセフカペン(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂: 453.49)を含む。

5 **製法** 本品は「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」をとり、
6 顆粒剤の製法により製する。

7 **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
8 和物」10 mg(力価)に対応する量を取り、メタノール40 mL
9 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
10 する。この液4 mLを量りメタノールを加えて50 mLとした
11 後、孔径0.45 μmのメンブランフィルターでろ過する。ろ液
12 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクト
13 ルを測定するとき、波長264～268 nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験

15 (1) 類縁物質Ⅰ 本品を粉末とし、「セフカペンピボキシ
16 ル塩酸塩水和物」5 mg(力価)に対応する量を取り、メタノ
17 ル1 mLを加えて振り混ぜる。水/メタノール混液(1:1) 25
18 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
19 ブランフィルターでろ過する。初めのろ液3 mLを除き、次
20 のろ液を試料溶液とする。試料溶液30 μLにつき、次の条件
21 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、各々
22 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
23 /メタノール混液(1:1) 30 μLにつき、同様に操作し、ベース
24 ラインの変動を補正する。面積百分率法により、セフカペ
25 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
26 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
27 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
28 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%
29 以下であり、ピークの合計は2.8%以下である。

30 試験条件

31 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(1)
32 の試験条件を準用する。

33 システム適合性

34 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(1)
35 のシステム適合性を準用する。

36 (2) 類縁物質Ⅱ 本品を粉末とし、「セフカペンピボキシ
37 ル塩酸塩水和物」2 mg(力価)に対応する量を取り、液体クロ
38 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
39 て10分間激しく振り混ぜた後、孔径0.45 μmのメンブラン
40 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
41 試料溶液とする。試料溶液20 μLにつき、次の条件で液体ク
42 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の
43 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
44 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
45 のピーク以外のピークの合計面積の4.0%以下である。

46 試験条件

47 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)
48 の試験条件を準用する。

49 システム適合性

50 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)

51 のシステム適合性を準用する。

52 水分(2.48) 1.4%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。試料は
53 粉碎せず、採取は相対湿度30%以下で行う。

54 **製剤均一性**(6.02) 分包品は、質量偏差試験を行うとき、適
55 合する。

56 **溶出性** 別に規定する。

57 **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
58 g(力価)に対応する量を精密に量り、水/メタノール混液
59 (1:1) 100 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、水/メ
60 タノール混液(1:1)を加えて正確に200 mLとし、毎分3000
61 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
62 ランフィルターでろ過し、初めのろ液1 mLを除き、次のろ
63 液2 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加えた後、
64 水/メタノール混液(1:1)を加えて25 mLとし、試料溶液と
65 する。別にセフカペンピボキシル塩酸塩標準品約20 mg(力
66 価)に対応する量を精密に量り、水/メタノール混液(1:1)
67 に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
68 内標準溶液10 mLを正確に加えた後、水/メタノール混液
69 (1:1)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。以下「セフカ
70 ペンピボキシル塩酸塩水和物」の定量法を準用する。

71 セフカペン(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂)の量[mg(力価)]

$$72 = M_S \times Q_T / Q_S \times 10$$

73 M_S : セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力
74 価)]

75 内標準溶液 *p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混
76 液(1:1)溶液(7→4000)

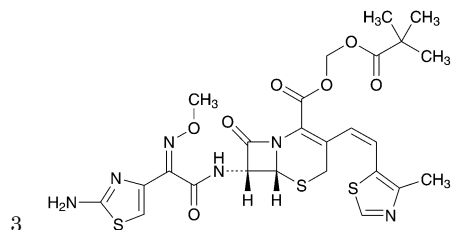
77 貯法

78 保存条件 遮光して保存する。

79 容器 気密容器。

1 セフジトレン ピボキシル

2 Cefditoren Pivoxil

3 $C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$: 620.72

4 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetyl]-3-[(1Z)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

5 [117467-28-4]

10 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。

13 性状 本品は淡黄白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

14 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。

17 本品は希塩酸に溶ける。

18 確認試験

19 (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。

23 (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ウ酸塩試液1 mLを加えるとき、液は紫色を呈する。

29 (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。

35 (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 ^1H 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。

44 吸光度(2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (231 nm) : 340 ~ 360 (50 mg, メタノール, 2500 mL)。

46 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -45 ~ -52° (50 mg, メタノール, 10 mL, 100 mm)。

48 純度試験 類縁物質 別に規定する。

49 水分(2.48) 1.5%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

50 強熱残分 別に規定する。

51 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。

60 セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[μg (力価)]

61 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

62 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

63 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)

64 試験条件

66 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 230 nm)

67 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。

69 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

71 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。

75 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。

76 システム適合性

78 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。

81 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。

85 貯法

86 保存条件 遮光して保存する。

87 容器 気密容器。

1 セフジトレン ピボキシル錠

2 Cefditoren Pivoxil Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 110.0%
4 に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$: 506.58)を含む。

5 **製法** 本品は「セフジトレンピボキシル」をとり、錠剤の製法
6 により製する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セフジトレンピボキシル」35
8 mg(力価)に対応する量を取り、メタノール100 mLを加えて
9 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5 mLにメタノールを加えて
10 100 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) によ
11 り吸収スペクトルを測定するとき、波長229 ~ 233 nmに吸
12 収の極大を示す。

13 **純度試験** 類縁物質 別に規定する。

14 **乾燥減量** (2.41) 4.0%以下(0.5 g, 減圧・0.67 kPa以下,
15 60℃, 3時間)。

16 **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
17 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

18 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品1個をとり、崩
19 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
20 ル25 mLを加え、再び振り混ぜた後、アセトニトリルを加
21 えて正確に50 mLとする。「セフジトレンピボキシル」約
22 20 mg(力価)に対応する容量 V mLを正確に量り、内標準溶
23 液5 mLを正確に加え、薄めたアセトニトリル(3→4)を加
24 えて50 mLとした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にセ
25 フジトレンピボキシル標準品約20 mg(力価)を精密に量り、
26 アセトニトリル20 mLに溶かした後、内標準溶液5 mLを正
27 確に加え、更にアセトニトリルを加えて50 mLとし、標準溶
28 液とする。以下「セフジトレンピボキシル」の定量法を準用
29 する。

30 セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$$31 = M_S \times Q_T / Q_S \times 50 / V$$

32 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

33 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
34 ル溶液(1→200)

35 **溶出性** (6.10) 試験液に溶出試験第1液900 mLを用い、パド
36 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の20分間
37 の溶出率は85%以上である。

38 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
39 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
40 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V
41 mLを正確に量り、1 mL中に「セフジトレンピボキシル」約
42 11 μg(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V' mL
43 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
44 約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたアセトニ
45 トリル(3→4) 20 mLに溶かした後、試験液を加えて正確に
46 200 mLとする。この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確
47 に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ
48 き、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試
49 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。

50 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
51 出率(%)

$$52 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

53 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

54 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
55 示量[mg(力価)]

56 **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
57 トレンピボキシル」0.5 g(力価)に対応する量を取り、崩壊試
58 験第1液63 mLを加えて激しく振り混ぜ、アセトニトリル
59 125 mLを加え、再び振り混ぜた後、アセトニトリルを加
60 えて正確に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標
61 準溶液5 mLを正確に加え、薄めたアセトニトリル(3→4)を
62 加えて50 mLとした後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。別
63 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
64 を精密に量り、アセトニトリル20 mLに溶かした後、内標準
65 溶液5 mLを正確に加え、更にアセトニトリルを加えて50
66 mLとし、標準溶液とする。以下「セフジトレンピボキシ
67 ル」の定量法を準用する。

68 セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$$69 = M_S \times Q_T / Q_S \times 25$$

70 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

71 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
72 ル溶液(1→200)

73 **貯法** 容器 気密容器。

1 セフジトレン ピボキシル細粒

2 Cefditoren Pivoxil Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0 ~ 110.0%
4 に対応するセフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$: 506.58)を含む。

5 **製法** 本品は「セフジトレンピボキシル」をとり、顆粒剤の製
6 法により製する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セフジトレンピボキシル」0.1
8 g(力価)に対応する量を取り、アセトニトリル10 mLを加え
9 てよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1 mLにアセトニトリ
10 ルを加えて50 mLとする。この液1 mLにアセトニトリルを
11 加えて20 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法
12 〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長230 ~
13 234 nmに吸収の極大を示す。

14 **純度試験** 類縁物質 別に規定する。

15 **乾燥減量** (2.41) 4.5%以下(0.5 g, 減圧・0.67 kPa以下,
16 60℃, 3時間)。

17 **製剤均一性** (6.02) 分包品は質量偏差試験を行うとき、適合
18 する。

19 **溶出性** (6.10) 試験液に溶出試験第1液900 mLを用い、パドル
20 法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間
21 の溶出率は80%以上である。

22 本品の「セフジトレンピボキシル」約0.1 g(力価)に対応す
23 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
24 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
25 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液2
26 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、試料溶液
27 とする。別にセフジトレンピボキシル標準品約22 mg(力価)
28 に対応する量を精密に量り、薄めたアセトニトリル(3→4)
29 20 mLに溶かした後、試験液を加えて正確に200 mLとする。
30 この液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に20 mLとし、
31 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
32 し、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長
33 272 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

34 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
35 出率(%)

$$36 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$$

37 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

38 M_T : 本品の秤取量(g)

39 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
40 量[mg(力価)]

41 **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、
42 「セフジトレンピボキシル」約40 mg(力価)に対応する量を
43 精密に量り、薄めたアセトニトリル(3→4) 70 mLを加えて
44 激しく振り混ぜる。この液に、内標準溶液10 mLを正確に加
45 え、アセトニトリルを加えて100 mLとした後、ろ過し、ろ
46 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
47 20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、アセトニトリル20
48 mLに溶かした後、内標準溶液5 mLを正確に加え、更にアセ
49 トニトリルを加えて50 mLとし、標準溶液とする。以下「セ

50 フジトレンピボキシル」の定量法を準用する。

51 セフジトレン($C_{19}H_{18}N_6O_5S_3$)の量[mg(力価)]

$$52 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

53 M_S : セフジトレンピボキシル標準品の秤取量[mg(力価)]

54 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
55 ル溶液(1→200)

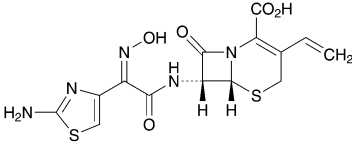
56 **貯法**

57 保存条件 遮光して保存する。

58 容器 気密容器。

セフジニル

Cefdinir



C₁₄H₁₃N₅O₅S₂ : 395.41

(6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-

2-(hydroxyimino)acetyl-amino]-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(C₁₄H₁₃N₅O₅S₂)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¹H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) [α]_D²⁰ : -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 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)。

94 **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
 95 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
 96 衝液に溶かし、正確に100 mLとし、試料溶液及び標準溶液
 97 とする。試料溶液及び標準溶液5 µLずつを正確にとり、次
 98 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、
 99 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
 100 る。

101 セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[µg(力価)]
 102 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$

103 M_S : セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

104 試験条件

105 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

106 カラム : 内径4.6 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5
 107 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 108 化シリカゲルを充填する。

109 カラム温度 : 40℃付近の一定温度

110 移動相 : pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキ
 111 シド試液1000 mLに0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢
 112 酸二水素二ナトリウム試液0.4 mLを加える。この液
 113 900 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル
 114 60 mL及びメタノール40 mLを加える。

115 流量 : セフジニルの保持時間が約8分になるように調整
 116 する。

117 システム適合性

118 システムの性能 : セフジニル標準品2 mg及びセフジニ
 119 ルラクタム環開裂ラクトン5 mgをとり、pH 7.0の0.1
 120 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かす。この液5 µLに
 121 つき、上記の条件で操作するとき、4本に分離したセ
 122 フジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1, ピーク
 123 2, セフジニル, セフジニルラクタム環開裂ラクトン
 124 のピーク3, ピーク4の順に溶出し、セフジニルラク
 125 タム環開裂ラクトンのピーク2とセフジニルの分離度
 126 が1.2以上で、セフジニルのピークの理論段数及びシ
 127 ンメトリー係数はそれぞれ2000段以上、1.5以下であ
 128 る。

129 システムの再現性 : 標準溶液5 µLにつき、上記の条件
 130 で試験を6回繰り返すとき、セフジニルのピーク面積
 131 の相対標準偏差は1.0%以下である。

132 **貯法**

133 保存条件 遮光して保存する。

134 容器 気密容器。

1 セフジニルカプセル

2 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)に対応する量を取り、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 μ m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 μ g(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 μ L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 μ L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 μ L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)]

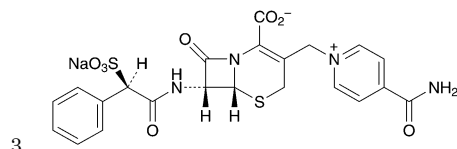
貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

1 セフスロジンナトリウム

2 Cefsulodin Sodium

4 $C_{22}H_{19}N_4NaO_8S_2$: 554.53

5 Monosodium (6R,7R)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-7-[(2R)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
6
7
8 [52152-93-9]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ~
10 970 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフスロジン
11 ($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$: 532.55)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。
13 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
14 けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくい。
15 本品は吸湿性である。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
18 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
19 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
20 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
21 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
22 吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
24 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
25 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
26 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
27 ころに同様の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
29 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
30 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
31 共鳴スペクトル測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ
32 7.3 ~ 7.7 ppmに多重線のシグナルAを、 δ 8.4 ppm付近及び
33 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、
34 各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ5 : 2 : 2である。

35 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。
36 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +16.5 ~ +20.0°(脱水物に換算した
37 もの0.1 g, 水, 10 mL, 100 mm)。

38 pH(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは3.3 ~
39 4.8である。

40 純度試験

41 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
42 である。

43 (2) 類縁物質 本品0.10 gを精密に量り、水に溶かして正
44 確に50 mLとし、試料溶液とする。別にイソニコチン酸アミ
45 ド約20 mg及びセフスロジンナトリウム標準品約20 mg (別

46 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
47 量り、水に溶かして正確に100 mLとする。この液10 mLを
48 正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とす
49 る。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条
50 件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。そ
51 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、
52 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
53 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。

54 イソニコチン酸アミドの量(%) = $A/B_i \times M_i/M_T \times 5$ 55 その他の類縁物質の合計量(%) = $B/B_s \times M_s/M_T \times 5$

56 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
57 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
58 ミド以外のピークのピーク面積の和
59 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
60 B_s : 標準溶液から得たセフスロジンのピーク面積
61 M_T : 本品の秤取量(g)
62 M_s : セフスロジンナトリウム標準品の秤取量(g)
63 M_i : イソニコチン酸アミドの秤取量(g)

64 試験条件

65 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)
66 カラム : 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm
67 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
68 リカゲルを充填する。

69 カラム温度 : 25°C付近の一定温度
70 移動相 : A液 硫酸アンモニウム溶液(1→100)/アセト
71 ニトリル混液(97 : 3)

72 B液 硫酸アンモニウム溶液(1→100)/アセトニ
73 リル混液(23 : 2)

74 試料注入後、14分でA液からB液に切り替える。

75 流量 : セフスロジンの保持時間が約9分になるように調
76 整する。

77 面積測定範囲 : セフスロジンの保持時間の約4倍の範囲
78 システム適合性

79 検出の確認 : 標準溶液1 mLを正確に量り、水を加えて
80 正確に10 mLとする。この液10 μL から得たイソニコ
81 チン酸アミド及びセフスロジンのピーク面積が、標準
82 溶液のイソニコチン酸アミド及びセフスロジンのそれ
83 ぞれのピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。
84 システムの性能 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件で
85 操作するとき、イソニコチン酸アミド、セフスロジン
86 の順に溶出し、その分離度は5以上である。

87 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件
88 で試験を5回繰り返すとき、セフスロジンのピーク面
89 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

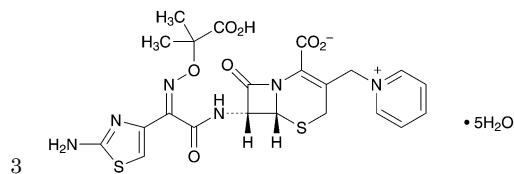
90 水分(2.48) 5.0%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし、
91 試料の採取は吸湿を避けて行い、水分測定用メタノールの代
92 わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液
93 (2 : 1)を用いる)。

94 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)
95 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
96 50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標
97 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

- 98 ラフィー (2.0I) により試験を行い、それぞれの液のセフス
 99 ロジンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。
- 100 セフスロジン($C_{22}H_{20}N_4O_8S_2$)の量[μg (力価)]
 101 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$
- 102 M_S : セフスロジンナトリウム標準品の秤取量[mg (力価)]
- 103 試験条件
- 104 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 254 nm)
- 105 カラム : 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μm
 106 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
 107 リカゲルを充填する。
- 108 カラム温度 : 25°C付近の一定温度
- 109 移動相 : 硫酸アンモニウム溶液(1→100)/アセトニトリ
 110 ル混液(97 : 3)
- 111 流量 : セフスロジンの保持時間が約9分になるように調
 112 整する。
- 113 システム適合性
- 114 システムの性能 : イソニコチン酸アミド40 mgを標準溶
 115 液25 mLに溶かす。この液10 μL につき、上記の条件
 116 で操作するとき、イソニコチン酸アミド、セフスロジ
 117 ンの順に溶出し、その分離度は5以上である。
- 118 システムの再現性 : 標準溶液10 μL につき、上記の条件
 119 で試験を5回繰り返すとき、セフスロジンのピーク面
 120 積の相対標準偏差は1.0%以下である。
- 121 貯法 容器 密封容器。

1 セフトアジジム水和物

2 Ceftazidime Hydrate

4 $C_{22}H_{22}N_6O_7S_2 \cdot 5H_2O$: 636.65

5 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-
6 1-methylethoxyimino)acetyl]amino]-3-(pyridinium-1-
7 ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-
8 carboxylate pentahydrate
9 [78439-06-2]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり950 ~
11 1020 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフトアジジ
12 ム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$: 546.58)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

14 本品は水に溶けにくく、アセトニトリル又はエタノール
15 (95)に極めて溶けにくい。

16 **確認試験**

17 (1) 本品のpH 6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につ
18 き、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを
19 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
20 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
21 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
22 様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
24 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
25 品の参照スペクトル又はセフトアジジム標準品のスペクトルを
26 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
27 の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品0.05 gをとり、乾燥炭酸ナトリウム5 mgを加え、
29 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
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
31 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
32 共鳴スペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ
33 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
34 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、
35 各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ6 : 1 : 5である。

36 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -28 ~ -34° (脱水物に換算したもの
37 0.5 g, pH 6.0のリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm)。

38 **pH** (2.54) 本品0.5 gを水100 mLに溶かした液のpHは3.0 ~
39 4.0である。

40 **純度試験**

41 (1) 溶状 本品1.0 gを、無水リン酸水素二ナトリウム5 g
42 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
43 液10 mLに溶かすとき、液は澄明である。この液につき、紫
44 外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長420
45 nmにおける吸光度は0.20以下である。

46 (2) 類縁物質

47 (i) トリチル-*t*-ブチル体及び*t*-ブチル体 本品0.10 g
48 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、
49 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、薄めたリン酸
50 水素二ナトリウム試液(1→3)を加えて正確に100 mLとし、
51 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
52 ー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準溶液2 μ Lず
53 つを薄層クロマトグラフィ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用
54 いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸(100)/酢酸*n*-
55 ブチル/pH 4.5の酢酸塩緩衝液/1-ブタノール混液
56 (16 : 16 : 13 : 3)を展開溶媒として約12 cm展開した後、薄
57 層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)を照射する
58 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、
59 標準溶液から得たスポットより濃くない。

60 (ii) その他の類縁物質 本品20 mgを移動相10 mLに溶か
61 し、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を
62 加えて正確に200 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
63 標準溶液5 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
64 グラフィ ー (2.01) により試験を行う。それぞれの液の各々
65 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
66 セフトアジジム以外のピークの面積は、標準溶液のセフトアジジ
67 ムのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセフトアジ
68 ジム以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフトアジジムの
69 ピーク面積の5倍より大きくない。

70 **試験条件**

71 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

72 カラム：内径4.6 mm、長さ20 cmのステンレス管に5
73 μ mの液体クロマトグラフィ用オクタデシルシリル
74 化シリカゲルを充填する。

75 カラム温度：25℃付近の一定温度

76 移動相：リン酸二水素アンモニウム5.0 gを水750 mLに
77 溶かし、リン酸を加えてpH 3.5に調整した後、水を
78 加えて870 mLとする。この液にアセトニトリル130
79 mLを加える。

80 流量：セフトアジジムの保持時間が約4分になるように調
81 整する。

82 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフトアジジムの保
83 持時間の約3倍までの範囲

84 **システム適合性**

85 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
86 えて正確に5 mLとする。この液5 μ Lから得たセフト
87 アジジムのピーク面積が、標準溶液のセフトアジジムのピ
88 ーク面積の15 ~ 25%になることを確認する。

89 システムの性能：本品及びアセトアニリド10 mgずつを
90 移動相20 mLに溶かす。この液5 μ Lにつき、上記の条
91 件で操作するとき、セフトアジジム、アセトアニリドの
92 順に溶出し、その分離度は10以上である。

93 システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件
94 で試験を6回繰り返すとき、セフトアジジムのピーク面
95 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

96 (3) 遊離ピリジン 本品約50 mgを精密に量り、移動相に
97 溶かして正確に10 mLとし、試料溶液とする。別にピリジン
98 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。
99 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。

1 注射用セフトジジム

2 Ceftazidime for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0 ～ 107.0%
5 に対応するセフトジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$: 546.58)を含む。

6 製法 本品は「セフトジジム水和物」をとり、注射剤の製法に
7 より製する。

8 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

9 確認試験 本品のpH 6.0のリン酸塩緩衝液溶液(1→10000)に
10 つき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトル
11 を測定するとき、波長255 ～ 259 nmに吸収の極大を示す。

12 pH 〈2.54〉 本品の「セフトジジム水和物」1.0 g(力価)に対
13 応する量の水10 mLに溶かした液のpHは5.8 ～ 7.8である。

14 純度試験 溶状 本品の「セフトジジム水和物」1.0 g(力価)に
15 対応する量を取り、無水リン酸水素二ナトリウム5 g及びリ
16 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
17 mLに溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、
18 紫外可視吸光度測定法〈2.24〉により試験を行うとき、波長
19 420 nmにおける吸光度は0.3以下である。

20 乾燥減量 〈2.41〉 14.0%以下(0.1 g, 減圧・0.67 kPa以下、
21 60°C, 3時間)。

22 エンドトキシン 〈4.01〉 0.067 EU/mg(力価)未満。

23 製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。

24 不溶性異物 〈6.06〉 第2法により試験を行うとき、適合する。

25 不溶性微粒子 〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

26 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、
27 適合する。

28 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
29 「セフトジジム水和物」約0.25 g(力価)に対応する量を精密
30 に量り、pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確
31 に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準溶液
32 5 mLを正確に加え、更にpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝
33 液を加えて50 mLとし、試料溶液とする。別にセフトジジム
34 標準品約25 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の
35 0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に25 mLとする。
36 この液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、
37 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、
38 標準溶液とする。以下「セフトジジム水和物」の定量法を準
39 用する。

40 セフトジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[mg(力価)]
41
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 10$$

42 M_S : セフトジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

43 内標準溶液 ジメドンのpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝
44 液溶液(11→10000)

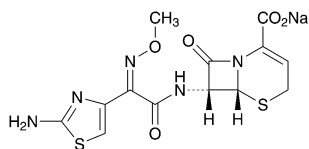
45 貯法

46 保存条件 遮光して保存する。

47 容器 密封容器。

1 セフチゾキシムナトリウム

2 Cefprozime Sodium

4 $C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$: 405.38

5 Monosodium (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-

6 (methoxyimino)acetyl-amino]-8-oxo-5-thia-1-

7 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

8 [68401-82-1]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり925 ~
10 965 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフチゾキシ
11 ム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$: 383.40)としての量を質量(力価)で示す。

12 性状 本品は白色～淡黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

13 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けにくく、
14 エタノール(95)にほとんど溶けない。

15 確認試験

16 (1) 本品の水溶液(1→63000)につき、紫外可視吸光度測
17 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
18 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
19 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

20 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
21 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
22 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
23 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
25 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
26 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
27 鳴スペクトル測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ 4.0
28 ppm付近に単一線のシグナルAを、 δ 6.3 ppm付近に多重線
29 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
30 し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 1 : 1である。

31 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(1.09)を呈する。

32 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +125 ~ +145°(脱水物に換算した
33 もの0.25 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

34 pH(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは6.0 ~
35 8.0である。

36 純度試験

37 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
38 で、その色は色の比較試験法(2.65)により試験を行うとき、
39 色の比較液Mより濃くない。

40 (2) 類縁物質 本品0.11 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
41 衝液100 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液5 μL につ
42 き、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験
43 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
44 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
45 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

46 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
47 下である。

48 試験条件

49 検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準
50 用する。

51 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31 g及び
52 クエン酸一水和物1.42 gを水1000 mLに溶かし、薄め
53 たリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加え
54 てpH 3.6に調整する。この液200 mLにアセトニトリ
55 ル10 mLを加える。

56 流量：セフチゾキシムの保持時間が約12分になるよう
57 に調整する。

58 面積測定範囲：溶媒のピークの後から、セフチゾキシム
59 の保持時間の約5倍までの範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1
62 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、
63 検出確認用溶液とする。検出確認用溶液1 mLを正確
64 に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて
65 正確に10 mLとし、この液5 μL から得たセフチゾキシ
66 ムのピーク面積が、検出確認用溶液のセフチゾキシム
67 のピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。

68 システムの性能：セフチゾキシム標準品約10 mgをpH
69 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし、シ
70 ステム適合性試験用溶液とする。この液5 μL につき、
71 上記の条件で操作するとき、セフチゾキシムのピーク
72 の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000
73 段以上、2.0以下である。

74 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μL に
75 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフチ
76 ゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で
77 ある。

78 水分(2.48) 8.5%以下(0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

79 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
80 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
81 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、
82 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試
83 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
84 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
85 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
86 のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

87 セフチゾキシム($C_{13}H_{13}N_5O_5S_2$)の量 μg (力価)]

88
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

89 M_S : セフチゾキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

90 内標準溶液 3-ヒドロキシ安息香酸のpH 7.0の0.1 mol/L
91 リン酸塩緩衝液溶液(3→400)

92 試験条件

93 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

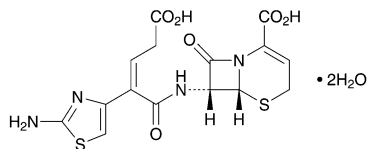
94 カラム：内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に10
95 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
96 化シリカゲルを充填する。

97 カラム温度：35°C付近の一定温度

- 98 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.31 g及び
99 クエン酸一水和物1.42 gを水1000 mLに溶かし，薄め
100 たリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加え
101 てpH 3.6に調整する．この液450 mLにアセトニトリ
102 ル50 mLを加える．
103 流量：セフチゾキシムの保持時間が約4分になるように
104 調整する．
105 システム適合性
106 システムの性能：標準溶液5 μ Lにつき，上記の条件で
107 操作するとき，セフチゾキシム，内標準物質の順に溶
108 出し，その分離度は7.0以上であり，それぞれのピー
109 クのシンメトリー係数は1.5以下である．
110 システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき，上記の条件
111 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積
112 に対するセフチゾキシムのピーク面積の比の相対標準
113 偏差は1.0%以下である．
114 貯法
115 保存条件 遮光して保存する．
116 容器 気密容器．

1 セフチブテン水和物

2 Cefitibuten Hydrate



4 $C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$: 446.46

5 (6*R*,7*R*)-7-[(2*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-
6 enoylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-
7 carboxylic acid dihydrate
8 [118081-34-8]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ～
10 1020 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフチブテ
11 ン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$: 410.42)としての量を質量(力価)で示す。

12 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

13 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
14 シドに溶けやすく、水、エタノール(95)又はジエチルエーテ
15 ルにほとんど溶けない。

16 確認試験

17 (1) 本品のpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
18 溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法〈2.24〉によ
19 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
20 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
21 ところに同様の強度の吸収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉のベ
23 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
24 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
25 ところに同様の強度の吸収を認める。

26 (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
27 スルホキシド溶液(1→30)につき、核磁気共鳴スペクトル測
28 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
29 ペクトル測定法〈2.21〉により 1H を測定するとき、 δ 3.2
30 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、
31 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
32 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
33 各シグナルの面積強度比B : C : Dはほぼ1 : 1 : 1である。

34 **旋光度**〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: +135 ～ +155°(脱水物に換算した
35 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、
36 50 mL, 100 mm)。

37 純度試験 類縁物質

38 (i) 試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し、2時間以内
39 に使用する。本品25 mgをpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリ
40 ン酸塩緩衝液20 mLに溶かす。この液4 mLにpH 8.0の抗生
41 物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとし、試料
42 溶液とする。この液5 mLを正確に量り、pH 8.0の抗生物質
43 用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、標
44 準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを正確にと
45 り、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験

46 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
47 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
48 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
49 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
50 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
51 ない。

52 試験条件

53 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
54 の試験条件を準用する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフチブテンの保
56 持時間の約1.7倍までの範囲

57 システム適合性

58 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、pH 8.0の抗
59 生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20
60 mLとする。この液5 μ Lから得たセフチブテンのピー
61 ク面積が、標準溶液のセフチブテンのピーク面積の7
62 ～13%になることを確認する。

63 システムの性能：本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mL
64 に溶かし、40℃で1時間放置する。この液4 mLを量り、
65 pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え
66 て25 mLとする。この液5 μ Lにつき、上記の条件で操
67 作するとき、トランス体、セフチブテンの順に溶出し、
68 その分離度は2.0以上である。

69 システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件
70 で試験を5回繰り返すとき、セフチブテンのピーク面
71 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

72 (ii) 試料溶液は5℃以下に保存し、24時間以内に使用する。
73 本品5 mgを量り、移動相20 mLを加え、必要ならば超音波
74 処理した後、振り混ぜて溶かし、孔径0.45 μ m以下のメンブ
75 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
76 10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉に
77 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
78 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、
79 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
80 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
81 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。

82 試験条件

83 検出器：紫外吸光度計(測定波長：263 nm)

84 カラム：内径7.5 mm、長さ60 cmのステンレス管に10
85 μ mの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル
86 化シリカゲルを充填する。

87 カラム温度：25℃付近の一定温度

88 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.05 g及び
89 リン酸二水素カリウム0.58 gを水に溶かし、1000 mL
90 とする。

91 流量：セフチブテンの保持時間が約20分になるように
92 調整する。

93 面積測定範囲：セフチブテンの保持時間の約1.6倍の範
94 囲

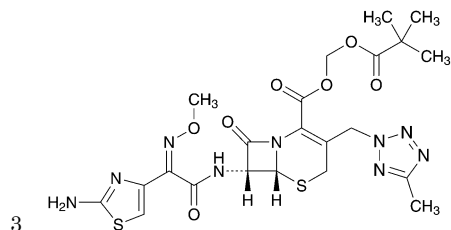
95 システム適合性

96 検出の確認：試料溶液1 mLに移動相を加えて20 mLと
97 し、システム適合性試験用溶液とする。システム適合
98 性試験用溶液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正
99 確に20 mLとする。この液10 μ Lから得たセフチブテ

100	ンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフ	152	容器 気密容器.
101	チブテンのピーク面積の7 ~ 13%になることを確認		
102	する.		
103	システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μ Lにつ		
104	き、上記の条件で操作するとき、セフチブテンのピー		
105	クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ		
106	10000段以上、0.8 ~ 1.2である.		
107	システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lに		
108	つき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、セフチ		
109	ブテンのピーク面積の相対標準偏差は1.7%以下であ		
110	る.		
111	水分 (2.48) 8.0 ~ 13.0%(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定. た		
112	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		
113	ン／水分測定用エチレングリコール混液(5 : 1)を用いる).		
114	強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g).		
115	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		
116	内に使用する. 本品及びセフチブテン塩酸塩標準品約10		
117	mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれにpH 8.0の		
118	抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液約36 mLを加え、更に		
119	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、		
120	試料溶液及び標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液5 μ L		
121	につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により		
122	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		
123	のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める.		
124	セフチブテン($C_{15}H_{14}N_4O_6S_2$)の量[μ g(力価)]		
125	$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$		
126	M_S : セフチブテン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]		
127	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		
128	溶液(3→4000)		
129	試験条件		
130	検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263 nm)		
131	カラム：内径4 mm, 長さ20 cmのステンレス管に7 μ m		
132	の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ		
133	リカゲルを充填する.		
134	カラム温度：25℃付近の一定温度		
135	移動相：0.005 mol/L <i>n</i> -デシルトリメチルアンモニウ		
136	ム臭化物試液／アセトニトリル混液(4 : 1)		
137	流量：セフチブテンの保持時間が約10分になるように		
138	調整する.		
139	システム適合性		
140	システムの性能：本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mL		
141	に溶かし、40℃で1時間放置する. この液4 mLを量り、		
142	pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え		
143	て25 mLとする. この液5 μ Lにつき、上記の条件で操		
144	作するとき、トランス体、セフチブテンの順に溶出し、		
145	その分離度は1.5以上である.		
146	システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件		
147	で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積		
148	に対するセフチブテンのピーク面積の比の相対標準偏		
149	差は1.0%以下である.		
150	貯法		
151	保存条件 遮光して、5℃以下で保存する.		

1 セフテラム ピボキシル

2 Cefteram Pivoxil

4 $C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$: 593.64

5 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-
6 (2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetyl-amino]-3-
7 (5-methyl-2*H*-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-
8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
9 [82547-58-8, セフテラム]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり743 ~
11 824 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフテラム
12 ($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$: 479.49)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～微黄白色の粉末である。

14 本品はアセトニトリルに極めて溶けやすく、メタノール、
15 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
16 ど溶けない。

17 確認試験

18 (1) 本品の0.05 mol/L塩酸・メタノール試液溶液(1→
19 100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス
20 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
21 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
22 同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
24 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
25 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
26 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (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
28 溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラ
29 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
30 測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ 1.2 ppm付近、
31 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
32 ナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : C
33 はほぼ3 : 1 : 1である。

34 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +35 ~ +43°(脱水物に換算したもの
35 0.4 g, メタノール, 20 mL, 100 mm)。

36 純度試験 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試
37 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて
38 正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
39 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
40 (2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク
41 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
42 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
43 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

44 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
45 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
46 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
47 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、
48 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
49 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
50 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
51 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
52 に感度係数0.74を乗じた値とする。

53 試験条件

54 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
55 の試験条件を準用する。

56 面積測定範囲：セフテラムピボキシルの保持時間の約2
57 倍の範囲

58 システム適合性

59 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
60 えて正確に10 mLとする。この液10 μL から得たセフ
61 テラムピボキシルのピーク面積が、標準溶液のセフテ
62 ラムピボキシルのピーク面積の7 ~ 13%になることを
63 確認する。

64 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
65 操作するとき、セフテラムピボキシルのピークの理論
66 段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、
67 1.5以下である。

68 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
69 で試験を6回繰り返すとき、セフテラムピボキシルの
70 ピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

71 水分(2.48) 3.0%以下(0.3 g, 電量滴定法)。

72 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
73 塩標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞ
74 れを薄めたアセトニトリル(1→2) 20 mLに溶かし、次に内標
75 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
76 (1→2)を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。
77 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
78 トグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピー
79 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
80 及び Q_S を求める。

81 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量 $[\mu\text{g}(\text{力価})]$ 82 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

83 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
84 品の秤取量[mg(力価)]

85 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
86 トリル(1→2)溶液(1→1000)

87 試験条件

88 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

89 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
90 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
91 化シリカゲルを充填する。

92 カラム温度：25℃付近の一定温度

93 移動相：pH 5.0の酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液100 mL
94 及びアセトニトリル375 mLに水を加えて1000 mLと
95 する。

96 流量：セフテラムピボキシルの保持時間が約14分にな
97 るように調整する。

98 システム適合性

99 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
100 操作するとき、内標準物質、セフテラムピボキシルの
101 順に溶出し、その分離度は3以上である。

102 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
103 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
104 に対するセフテラムピボキシルのピーク面積の比の相
105 対標準偏差は1.0%以下である。

106 貯法

107 保存条件 冷所に保存する。

108 容器 気密容器。

1 セフテラム ピボキシル錠

2 Cefteram Pivoxil Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に
4 対応するセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$: 479.49)を含む。

5 **製法** 本品は「セフテラムピボキシル」をとり、錠剤の製法に
6 より製する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セフテラムピボキシル」0.1
8 g(力価)に対応する量を取り、メタノール20 mLを加えてよく
9 振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1 mLに0.05 mol/L塩酸・
10 メタノール試液を加えて500 mLとした液につき、紫外可視
11 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、
12 波長262～266 nmに吸収の極大を示す。

13 **純度試験** 類縁物質 本品を粉末にし、「セフテラムピボキシ
14 ル」0.1 g(力価)に対応する量を取り、薄めたアセトニトリル
15 (1→2)を加えて100 mLとする。超音波処理により分散させ
16 た後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。この液1 mLを正確
17 に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。
18 試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で
19 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞ
20 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、
21 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
22 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
23 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
24 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
25 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
26 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
27 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
28 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
29 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
30 度係数を乗じる。

31 試験条件

32 「セフテラムピボキシル」の純度試験の試験条件を準用
33 する。

34 システム適合性

35 「セフテラムピボキシル」の純度試験のシステム適合性
36 を準用する。

37 **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
38 応量、容量滴定法、直接滴定)。

39 **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
40 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

41 本品1個をとり、「セフテラムピボキシル」50 mg(力価)当
42 たり内標準溶液5 mLを正確に加え、1 mL中に「セフテラム
43 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
44 トニトリル(1→2)を加えて V mLとする。この液を超音波処
45 理により分散させた後、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィ
46 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
47 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
48 塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた
49 アセトニトリル(1→2)20 mLに溶かし、内標準溶液5 mLを
50 正確に加え、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLと

51 し、標準溶液とする。以下「セフテラムピボキシル」の定量
52 法を準用する。

53 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$$54 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$$

55 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
56 品の秤取量[mg(力価)]

57 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
58 トリル(1→2)溶液(1→1000)

59 **溶出性**(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
60 毎分75回転で試験を行うとき、本品の30分間の溶出率は
61 75%以上である。

62 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
63 20 mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルタ
64 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V
65 mLを正確に量り、1 mL中に「セフテラムピボキシル」約22
66 μ g(力価)を含む液となるように水を加えて正確に V' mLとし、
67 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
68 ホン酸塩標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
69 メタノール20 mLに溶かした後、水を加えて正確に50 mLと
70 する。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mL
71 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を
72 対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、
73 波長300 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

74 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

$$75 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

76 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
77 品の秤取量[mg(力価)]

78 C : 1錠中のセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量[mg(力
79 価)]

80 **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
81 する個数を取り、薄めたアセトニトリル(1→2)120 mLを加
82 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
83 (1→2)を加えて正確に200 mLとする。この液を遠心分離し
84 た後、上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確
85 に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLと
86 し、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、初
87 めのろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセ
88 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
89 mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めたアセトニトリ
90 ル(1→2)20 mLに溶かし、内標準溶液5 mLを正確に加え、
91 薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし、標準溶液
92 とする。以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する。

93 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$$94 = M_S \times Q_T / Q_S \times 20$$

95 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
96 品の秤取量[mg(力価)]

97 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
98 トリル(1→2)溶液(1→1000)

99 貯法

- 100 保存条件 遮光して保存する.
- 101 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)に対応する量を取り、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)に対応する量を取り、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 μ L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)に対応する量を取り、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 μ Lにつき、次の条件で液体クロマト

グラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する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。

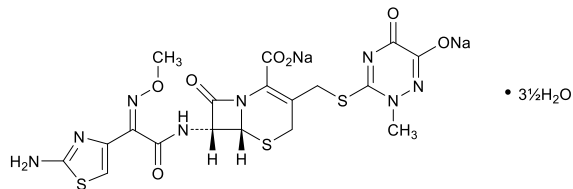
システム適合性

「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。

1 セフトリアキソンナトリウム水和物

2 Ceftriaxone Sodium Hydrate



4 $C_{18}H_{16}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$: 661.60

5 Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamin]-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
9 hemiheptahydrate
10 [104376-79-6]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり905 ~
12 935 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフトリアキ
13 ソン($C_{18}H_{16}N_8O_7S_3$: 554.58)としての量を質量(力価)で示す。

14 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

15 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
16 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
17 く、アセトニトリルにほとんど溶けない。

18 確認試験

19 (1) 本品の水溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
21 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
22 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
23 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
24 度の吸収を認める。

25 (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
26 スルホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測
27 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
28 ペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 3.5
29 ppm付近、 δ 3.8 ppm付近、 δ 6.7 ppm付近及び δ 7.2 ppm付
30 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
31 グナルの面積強度比A : B : C : Dはほぼ3 : 3 : 1 : 2である。
32 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
33 合は、プローブ温度を約50℃に保ち、測定を行う。

34 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

35 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -153 ~ -170°(脱水物に換算した
36 もの50 mg, 水, 2.5 mL, 20 mm)。

37 **pH** (2.54) 本品0.6 gを水5 mLに溶かした液のpHは6.0 ~
38 8.0である。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品0.6 gを水5 mLに溶かすとき、液は淡黄色
41 澄明である。

42 (2) 類縁物質1 本品20 mgを移動相10 mLに溶かし、試
43 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水/液体クロマ
44 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
セフトリアキシ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。

54 試験条件

55 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

56 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に10
57 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
58 化シリカゲルを充填する。

59 カラム温度：25℃付近の一定温度

60 移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン
61 酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かして正確に1000
62 mLとし、A液とする。クエン酸一水和物20.256 g及
63 び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かして正確に
64 1000 mLとし、B液とする。テトラ-*n*-ヘプチルア
65 ンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用
66 アセトニトリル450 mLに溶かす。この液に水490 mL、
67 A液55 mL及びB液5 mLを加える。

68 流量：セフトリアキシソンの保持時間が約7分になるよう
69 に調整する。

70 面積測定範囲：セフトリアキシソンの保持時間の約2倍の
71 範囲

72 システム適合性

73 検出の確認：試料溶液5 mLを正確に量り、水/液体ク
74 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11 : 9)を加
75 えて正確に200 mLとし、システム適合性試験用溶液
76 とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量
77 り、水/液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混
78 液(11 : 9)を加えて正確に100 mLとする。この液10
79 μLから得たセフトリアキシソンのピーク面積が、シス
80 テム適合性試験用溶液10 μLから得たセフトリアキシ
81 ソンのピーク面積の0.9 ~ 1.1%になることを確認する。
82 システムの性能：本品10 mgを水/液体クロマトグラ
83 フィー用アセトニトリル混液(11 : 9)に溶かして5 mL
84 とする。この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体ク
85 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11 : 9)溶液
86 (9→5000) 5 mLを加え、更に水/液体クロマトグラフ
87 ィー用アセトニトリル混液(11 : 9)を加えて200 mLと
88 する。この液10 μLにつき、上記の条件で操作すると
89 き、セフトリアキソン、テレフタル酸ジエチルの順に
90 溶出し、その分離度は6以上である。

91 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μLに
92 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフト
93 リアキシソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下
94 である。

95 (3) 類縁物質2 本品10 mgを移動相10 mLに溶かし、試
96 料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、液体クロマト
97 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
98 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10

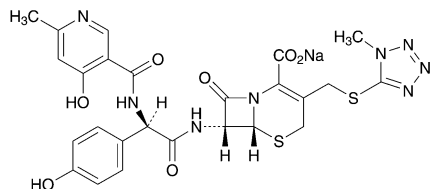
99 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 100 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面
 101 積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセフトリア
 102 キソンが溶出した後の不純物の各々のピーク面積は、標準溶
 103 液のピーク面積より大きくない。また、これらの不純物のピー
 104 ークの合計面積は標準溶液のピーク面積の2.5倍より大きく
 105 ない。
 106 試験条件
 107 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
 108 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に10
 109 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 110 化シリカゲルを充填する。
 111 カラム温度：25℃付近の一定温度
 112 移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン
 113 酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かして正確に1000
 114 mLとし、A液とする。クエン酸一水和物20.256 g及
 115 び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かして正確に
 116 1000 mLとし、B液とする。テトラ-*n*-ヘプチルア
 117 ンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用
 118 アセトニトリル450 mLに溶かす。この液に水490 mL、
 119 A液55 mL及びB液5 mLを加え、更に液体クロマトグ
 120 ラフィー用アセトニトリル700 mLを加える。
 121 流量：セフトリアキシソンの保持時間が約3分になるよう
 122 に調整する。
 123 面積測定範囲：セフトリアキシソンの保持時間の約10倍
 124 の範囲
 125 システム適合性
 126 検出の確認：試料溶液5 mLを正確に量り、液体クロマ
 127 トグラフィー用アセトニトリル/水混液(23：11)を加
 128 えて正確に100 mLとし、システム適合性試験用溶液
 129 とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量
 130 り、液体クロマトグラフィー用アセトニトリル/水混
 131 液(23：11)を加えて正確に100 mLとする。この液10
 132 μL から得たセフトリアキシソンのピーク面積が、シス
 133 テム適合性試験用溶液10 μL から得たセフトリアキシ
 134 ソンのピーク面積の0.9 ~ 1.1%になることを確認する。
 135 システムの性能：本品10 mgを液体クロマトグラフィー
 136 用アセトニトリル/水混液(23：11)に溶かして5 mL
 137 とする。この液にテレフタル酸ジエチルの水/液体ク
 138 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液
 139 (9→5000) 5 mLを加え、更に液体クロマトグラフィー
 140 用アセトニトリル/水混液(23：11)を加えて200 mL
 141 とする。この液10 μL につき、上記の条件で操作する
 142 とき、セフトリアキソン、テレフタル酸ジエチルの順
 143 に溶出し、その分離度は3以上である。
 144 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μL に
 145 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフト
 146 リアキシソンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下
 147 である。
 148 水分 (2.48) 8.0 ~ 11.0%(0.15 g、容量滴定法、直接滴定)。
 149 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
 150 g(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを水/液体ク
 151 ロマトグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)に溶かし、
 152 正確に50 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り、それ

153 ぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後、水/液体クロマ
 154 トグラフィー用アセトニトリル混液(11：9)を加えて200 mL
 155 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
 156 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉に
 157 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
 158 アキシソンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。
 159 セフトリアキソン($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_8\text{O}_7\text{S}_3$)の量[μg (力価)]
 160
$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

 161 M_S ：セフトリアキソンナトリウム標準品の称取量[mg(力
 162 価)]
 163 内標準溶液 テレフタル酸ジエチルの水/液体クロマトグ
 164 ラフィー用アセトニトリル混液(11：9)溶液(9→5000)
 165 試験条件
 166 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)
 167 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に10
 168 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 169 化シリカゲルを充填する。
 170 カラム温度：25℃付近の一定温度
 171 移動相：無水リン酸水素二ナトリウム5.796 g及びリン
 172 酸二水素カリウム3.522 gを水に溶かし、正確に1000
 173 mLとし、A液とする。クエン酸一水和物20.256 g及
 174 び水酸化ナトリウム7.840 gを水に溶かし、正確に
 175 1000 mLとし、B液とする。テトラ-*n*-ヘプチルア
 176 ンモニウム臭化物4.00 gを液体クロマトグラフィー用
 177 アセトニトリル450 mLに溶かし、この液に水490 mL、
 178 A液55 mL及びB液5 mLを加える。
 179 流量：セフトリアキシソンの保持時間が約7分になるよう
 180 に調整する。
 181 システム適合性
 182 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 183 操作するとき、セフトリアキソン、内標準物質の順に
 184 溶出し、その分離度は6以上である。
 185 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 186 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 187 に対するセフトリアキシソンのピーク面積の比の相対標
 188 準偏差は1.0%以下である。
 189 貯法
 190 保存条件 遮光して保存する。
 191 容器 気密容器。

1 セフピラミドナトリウム

2 Cefpiramide Sodium

3 $C_{25}H_{23}N_8NaO_7S_2$: 634.62

4 Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-[(4-hydroxy-6-
5 methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-
6 hydroxyphenyl)acetyl-amino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-
7 5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-
8 2-ene-2-carboxylate
9 [74849-93-7]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ~
12 990 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフピラミド
13 ($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$: 612.64)としての量を質量(力価)で示す。

14 **性状** 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

15 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
16 けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に
17 溶けにくい。

18 **確認試験**

19 (1) 本品のpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→
20 50000)につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収ス
21 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
22 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
23 同様の強度の吸収を認める。

24 (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
25 スルホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測
26 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
27 ペクトル測定法 (2.21) により 1H を測定するとき、 δ 2.3
28 ppm付近、 δ 3.9 ppm付近及び δ 8.2 ppm付近にそれぞれ単
29 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
30 比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

31 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09) を呈する。

32 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -33 ~ -40°(脱水物に換算したもの
33 0.2 g, pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液, 10 mL, 100
34 mm)。

35 **pH** (2.54) 本品2.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.5 ~
36 8.0である。

37 **純度試験**

38 (1) 溶状 本品1.0 gをpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液
39 10 mLに溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

40 (2) 類縁物質 本品約25 mgを精密に量り、pH 7.5の0.03
41 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶
42 液とする。別にデシケーター(減圧、シリカゲル)で2時間乾
43 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
44 ール-5-チオール約25 mg及びセフピラミド標準品約75

45 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリ
46 ン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mL
47 を正確に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え、
48 正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶
49 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
50 ィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液の各々のピー
51 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
52 量を求めるとき、1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオ
53 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
54 下であり、その他の類縁物質の合計は4.0%以下である。

55 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール($C_2H_4N_4S$)の
56 量(%)

$$57 = M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa}$$

58 その他の個々の類縁物質の量(%) = $M_{Sb} / M_T \times A_{Tc} / A_{Sb}$

59 M_{Sa} : 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤
60 取量(mg)

61 M_{Sb} : セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]

62 M_T : 本品の秤取量(mg)

63 A_{Sa} : 標準溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チ
64 オールのピーク面積

65 A_{Sb} : 標準溶液のセフピラミドのピーク面積

66 A_{Ta} : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チ
67 オールのピーク面積

68 A_{Tc} : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チ
69 オール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積

70 **試験条件**

71 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 254 nm)

72 カラム : 内径4 mm, 長さ30 cmのステンレス管に10
73 μmの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ
74 リカゲルを充填する。

75 カラム温度 : 25°C付近の一定温度

76 移動相 : pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液/メタノ
77 ール混液(3 : 1)

78 流量 : セフピラミドの保持時間が約11分になるように
79 調整する。

80 面積測定範囲 : セフピラミドの保持時間の約2倍の範囲
81 システム適合性

82 検出の確認 : 標準溶液5 mLを正確に量り、pH 7.5の
83 0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとす
84 る。この液5 μLから得た1-メチル-1*H*-テトラゾ
85 ール-5-チオールのピーク面積が、標準溶液の1-メ
86 チル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積
87 の8 ~ 12%になることを確認する。

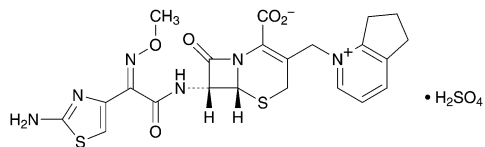
88 システムの性能 : セフピラミド標準品25 mg及びケイ皮
89 酸7 mgをとり、移動相に溶かし、50 mLとする。こ
90 の液5 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ケイ
91 皮酸、セフピラミドの順に溶出し、その分離度は3以
92 上である。

93 システムの再現性 : 標準溶液5 μLにつき、上記の条件
94 で試験を6回繰り返すとき、1-メチル-1*H*-テトラ
95 ザール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は
96 2.0%以下である。

- 97 水分 (2.48) 7.0%以下(0.35 g, 容量滴定法, 直接滴定).
- 98 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
99 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
100 えて溶かし, 移動相を加えて100 mLとし, 試料溶液及び標
101 準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液5 μ Lにつき, 次の条
102 件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 内
103 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
104 比 Q_T 及び Q_S を求める.
- 105 セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$)の量[μ g(力価)]
106 $=M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 107 M_S : セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]
- 108 内標準溶液 4-ジメチルアミノアンチピリン溶液(1→
109 100)
- 110 試験条件
- 111 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)
- 112 カラム: 内径4 mm, 長さ30 cmのステンレス管に10
113 μ mの液体クロマトグラフィー用オクチルシリル化シ
114 リカゲルを充填する.
- 115 カラム温度: 25℃付近の一定温度
- 116 移動相: pH 6.8の0.01 mol/Lリン酸塩緩衝液/アセトニ
117 トリル/メタノール/テトラヒドロフラン混液(22:
118 1:1:1)
- 119 流量: セフピラミドの保持時間が約7分になるように調
120 整する.
- 121 システム適合性
- 122 システムの性能: 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件で
123 操作するとき, セフピラミド, 内標準物質の順に溶出
124 し, その分離度は7以上である.
- 125 システムの再現性: 標準溶液5 μ Lにつき, 上記の条件
126 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
127 に対するセフピラミドのピーク面積の比の相対標準偏
128 差は2.0%以下である.
- 129 貯法
- 130 保存条件 遮光して, 5℃以下で保存する.
- 131 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)acetyl-amino]-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(2.27)により 1H 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) $E_{1cm}^{1\%}$ (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) $[\alpha]_D^{20}$: -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) 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。

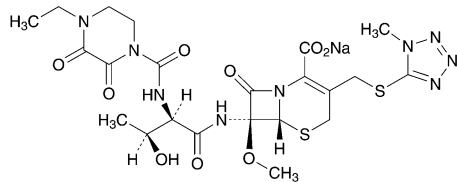
貯法

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(2.27)により 1H 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) 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から得たセフペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフ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ペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セフペラゾン($C_{22}H_{29}N_9O_9S_2$)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*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。

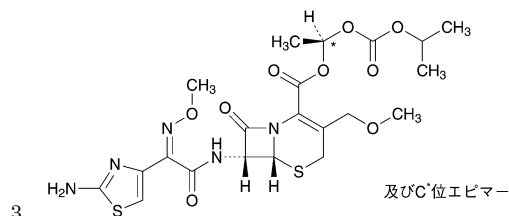
システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で

- 97 操作するとき、内標準物質、セフペラゾンの順に溶
98 出し、その分離度は3以上である。
99 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
100 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
101 に対するセフペラゾンのピーク面積の比の相対標準
102 偏差は1.0%以下である。
103 **貯法**
104 保存条件 冷所に保存する。
105 容器 密封容器。

1 セフポドキシム プロキセチル

2 Cefpodoxime Proxetil

4 $C_{21}H_{27}N_5O_6S_2$: 557.605 (1*RS*)-1-[(1-Methylethoxy)carbonyloxy]ethyl6 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-

7 (methoxyimino)acetylamino]-3-methoxymethyl-8-oxo-5-

8 thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

9 [87239-81-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり706 ~
11 774 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフポドキシ
12 ム($C_{21}H_{27}N_5O_6S_2$: 427.46)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色～淡褐色の粉末である。

14 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
15 めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすく、水に極め
16 て溶けにくい。

17 **確認試験**

18 (1) 本品のアセトニトリル溶液(3→200000)につき、紫外
19 可視吸光度測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、
20 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
21 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
22 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
23 ろに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
25 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
26 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
27 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
28 のところに同様の強度の吸収を認める。

29 (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
30 溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラ
31 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
32 測定法〈2.21〉により 1H を測定するとき、 δ 1.3 ppm付近及
33 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、
34 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
35 ナルC及びDを示し、各シグナルの面積強度比A : B : C : D
36 はほぼ2 : 1 : 1 : 1である。

37 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +24.0 ~ +31.4° (脱水物に換算した
38 もの0.1 g, アセトニトリル, 20 mL, 100 mm)。

39 **純度試験** 類縁物質 本品50 mgを水／アセトニトリル／酢酸
40 (100)混液(99 : 99 : 2) 50 mLに溶かし、試料溶液とする。試
41 料溶液20 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
42 〈2.01〉により試験を行い、各々のピーク面積を自動積分法
43 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

44 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
45 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
46 キセチル以外のピークの量は1.0%以下である。また、セフ
47 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
48 である。

49 **試験条件**

50 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

51 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
52 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
53 化シリカゲルを充填する。

54 カラム温度：22℃付近の一定温度

55 移動相A：水／メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(11 :
56 8 : 1)

57 移動相B：メタノール／ギ酸溶液(1→50)混液(19 : 1)

58 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
59 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

60 流量：毎分0.7 mL (セフポドキシムプロキセチルの異性
61 体Bの保持時間約60分)

62 面積測定範囲：溶媒のピークの後から注入後155分まで
63 システム適合性

64 検出の確認：試料溶液5 mLに水／アセトニトリル／酢
65 酸(100)混液(99 : 99 : 2)を加えて200 mLとし、シス
66 テム適合性試験用溶液とする。システム適合性試
67 験用溶液2 mLを正確に量り、水／アセトニトリル／
68 酢酸(100)混液(99 : 99 : 2)を加えて正確に100 mLと
69 する。この液20 μ Lから得たセフポドキシムプロキセ
70 チルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピーク面積
71 が、システム適合性試験用溶液のセフポドキシムプロ
72 キセチルの異性体A及び異性体Bのそれぞれのピー
73 ク面積の1.4 ~ 2.6%になることを確認する。

74 システムの性能：システム適合性試験用溶液20 μ Lに
75 つき、上記の条件で操作するとき、セフポドキシムプロ
76 キセチルの異性体A、セフポドキシムプロキセチル
77 の異性体Bの順に溶出し、その分離度は6以上である。
78 システムの再現性：システム適合性試験用溶液20 μ L
79 につき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、セフ
80 ポドキシムプロキセチルの異性体A及びセフポドキシ
81 ムプロキセチルの異性体Bのピーク面積の相対標準偏
82 差はそれぞれ2.0%以下である。

83 **水分** (2.48) 2.5%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。84 **熱熱残分** (2.44) 0.2%以下(1 g)。

85 **異性体比** 定量法で得た試料溶液5 μ Lにつき、次の条件で液
86 体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、セフポド
87 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
88 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
89 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
90 0.50 ~ 0.60である。

91 **試験条件**

92 定量法の試験条件を準用する。

93 システム適合性

94 システムの性能：定量法で得た標準溶液5 μL につき、
 95 上記の条件で操作するとき、内標準物質、セフボドキシム
 96 プロキシセチルの異性体A、セフボドキシムプロキシ
 97 セチルの異性体Bの順に溶出し、2種の異性体の分離
 98 度は4以上である。

99 システムの再現性：定量法で得た標準溶液5 μL につき、
 100 上記の条件で試験を5回繰り返すとき、内標準物質の
 101 ピーク面積に対するセフボドキシムプロキシセチルの異
 102 性体Bのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下
 103 である。

104 **定量法** 本品及びセフボドキシムプロキシセチル標準品約60
 105 mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれをアセトニ
 106 トリル80 mLに溶かし、内標準溶液4 mLずつを正確に加え
 107 た後、アセトニトリルを加えて100 mLとし、試料溶液及び
 108 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μL につき、次の
 109 条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、
 110 それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフボドキシム
 111 プロキシセチルの二つに分離したピーク面積の比 Q_{T1} 及び
 112 Q_{S1} 、並びに Q_{T2} 及び Q_{S2} を求める。

113 セフボドキシム($\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$)の量[μg (力価)]

$$114 = M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 1000$$

115 M_S ：セフボドキシムプロキシセチル標準品の秤取量[mg(力
 116 価)]

117 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
 118 一水和物のアセトニトリル溶液(1→2000)に溶かし、
 119 100 mLとする。

120 試験条件

121 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)

122 カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
 123 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
 124 化シリカゲルを充填する。

125 カラム温度：40℃付近の一定温度

126 移動相：水／メタノール混液(11：9)

127 流量：内標準物質の保持時間が約11分になるように調
 128 整する。

129 システム適合性

130 システムの性能：標準溶液5 μL につき、上記の条件で
 131 操作するとき、内標準物質、セフボドキシムプロキシ
 132 セチルの異性体A、セフボドキシムプロキシセチルの異性
 133 体Bの順に溶出し、2種の異性体の分離度は4以上であ
 134 る。

135 システムの再現性：標準溶液5 μL につき、上記の条件
 136 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 137 に対するセフボドキシムプロキシセチルの異性体Bのピー
 138 ーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

139 **貯法** 容器 気密容器。

1 セフポドキシム プロキセチル錠

2 Cefpodoxime Proxetil Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の93.0 ~ 107.0%
4 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。

5 **製法** 本品は「セフポドキシムプロキセチル」をとり、錠剤の
6 製法により製する。

7 **確認試験** 本品を粉末とし、「セフポドキシムプロキセチル」
8 65 mg(力価)に対応する量を取り、アセトニトリル25 mLを
9 加えてよく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液2 mLにア
10 セトニトリルを加えて50 mLとする。この液5 mLにアセト
11 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
12 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長232
13 ~ 236 nmに吸収の極大を認める。

14 **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
15 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

16 本品1個をとり、水/アセトニトリル/酢酸(100)混液
17 (99:99:2) 20 mLを正確に加え、10分間超音波処理した後、
18 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
19 る。初めのろ液10 mLを除き、「セフポドキシムプロキセチ
20 ル」30 mg(力価)に対応するろ液 V mLを正確に量り、内標
21 準溶液6 mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル/酢酸
22 (100)混液(99:99:2)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。
23 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
24 応する量を精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸(100)混
25 液(99:99:2) 60 mLに溶かし、内標準溶液12 mLを正確に
26 加えた後、水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)
27 を加えて100 mLとし、標準溶液とする。以下「セフポドキ
28 シムプロキセチル」の定量法を準用する。

29 セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$30 = M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 10 / V$$

31 M_S : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力
32 価)]

33 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水/アセ
34 トニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)に溶かし、100
35 mLとする。

36 **溶出性**(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、毎
37 分50回転で試験を行うとき、本品の45分間の溶出率は70%
38 以上である。

39 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
40 20 mL以上をとり、孔径0.5 μm以下のメンブランフィルタ
41 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V
42 mLを正確に量り、1 mL中に「セフポドキシムプロキセチ
43 ル」約11 μg(力価)を含む液となるようにクエン酸一水和物
44 の移動相溶液(1→2000)を加えて正確に V' mLとし、試料溶
45 液とする。別にセフポドキシムプロキセチル標準品約22
46 mg(力価)に対応する量を精密に量り、クエン酸一水和物の
47 移動相溶液(1→2000)に溶かし、正確に100 mLとする。この
48 液5 mLを正確に量り、クエン酸一水和物の移動相溶液(1→
49 2000)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料

50 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
51 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの
52 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
53 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
54 30分のピーク面積 A_{Tb} 及び A_{Sb} を測定する。

55 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
56 る溶出率(%)

$$57 = M_S \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times V' / V \times 1 / C$$

$$58 \times 45$$

59 M_S : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力
60 価)]

61 C : 1錠中のセフポドキシムプロキセチル($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)
62 の表示量[mg(力価)]

試験条件

63 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 240 nm)

64 カラム: 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
65 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
66 化シリカゲルを充填する。

67 カラム温度: 40℃付近の一定温度

68 移動相: 水/メタノール混液(11:9)

69 流量: セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピ
70 ークのうち、先に溶出するピークの保持時間が約24
71 分になるように調整する。

システム適合性

72 システムの性能: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
73 操作するとき、セフポドキシムプロキセチルの二つに
74 分離したピークの分離度は4以上である。

75 システムの再現性: 標準溶液10 μLにつき、上記の条件
76 で試験を6回繰り返すとき、セフポドキシムプロキセ
77 チルの二つに分離したピークの合計面積の相対標準偏
78 差は2.0%以下である。

79 **定量法** 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
80 とする。「セフポドキシムプロキセチル」約0.3 g(力価)に対

81 応する量を精密に量り、水/アセトニトリル/酢酸(100)混
82 液(99:99:2) 80 mLを加え、10分間超音波処理した後、水
83 /アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて正確
84 に100 mLとする。この液を孔径0.45 μm以下のメンブラン
85 フィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液
86 10 mLを正確に量り、内標準溶液6 mLを正確に加えた後、
87 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて50
88 mLとし、試料溶液とする。別にセフポドキシムプロキセチ
89 ル標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り、水/ア
90 セトニトリル/酢酸(100)混液(99:99:2) 60 mLに溶かし、
91 内標準溶液12 mLを正確に加えた後、水/アセトニトリル/
92 酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて100 mLとし、標準溶液
93 とする。以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準
94 用する。

95 セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$96 = M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 5$$

97 M_S : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力
98 価)]

- 101 内標準溶液 パラオキシ安息香酸エチル0.1 gを水／アセ
102 トニトリル／酢酸(100)混液(99 : 99 : 2)に溶かし，100
103 mLとする．
104 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)に対応する量を取り、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)]

$$=M_S \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 2$$

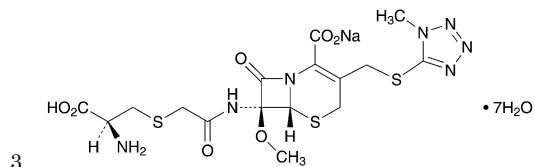
M_S : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

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。

1 セフミノクスナトリウム水和物

2 Cefminox Sodium Hydrate

4 $C_{16}H_{20}N_7NaO_7S_3 \cdot 7H_2O$: 667.66

5 Monosodium (6*R*,7*S*)-7-[2-[(2*S*)-2-amino-2-
6 carboxyethylsulfanyl]acetylamino]-7-methoxy-3-(1-methyl-
7 1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-
8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate heptahydrate
9 [75498-96-3]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900 ~
11 970 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフミノクス
12 ($C_{16}H_{21}N_7O_7S_3$: 519.58)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エ
15 タノール(95)にほとんど溶けない。

16 **確認試験**

17 (1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測
18 定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
19 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
20 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
21 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
22 吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
24 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
25 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
26 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
27 ころに同様の強度の吸収を認める。

28 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→30)
29 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
30 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
31 共鳴スペクトル測定法〈2.21〉により 1H を測定するとき、 δ
32 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
33 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、
34 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
35 面積強度比A : B : C : Dはほぼ2 : 3 : 3 : 1である。

36 (4) 本品の水溶液(1→100)は、ナトリウム塩の定性反応
37 (1)〈1.09〉を呈する。

38 **旋光度**〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20}$: +62 ~ +72° (50 mg, 水, 10 mL,
39 100 mm)。

40 **pH**〈2.54〉 本品0.70 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.5 ~
41 6.0である。

42 **水分**〈2.48〉 18.0 ~ 20.0%(0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

43 **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
44 〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う。

45 (i) 試験菌 *Escherichia coli* NIHJを用いる。

46 (ii) 培地 培地(1)の3)のiiiを用いる。ただし、滅菌後の
47 pHは6.5 ~ 6.6とする。

48 (iii) 標準溶液 セフミノクスナトリウム標準品約40 mg(力
49 価)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸
50 塩緩衝液に溶かして正確に50 mLとし、標準原液とする。標
51 準原液は5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、標
52 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
53 液で1 mL中に40 μg(力価)及び20 μg(力価)を含む溶液を調製
54 し、高濃度標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

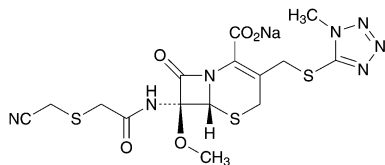
55 (iv) 試料溶液 本品約40 mg(力価)に対応する量を精密に
56 量り、pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に
57 50 mLとする。この液適量を正確に量り、pH 7.0の0.05
58 mol/Lリン酸塩緩衝液で1 mL中に40 μg(力価)及び20 μg(力
59 価)を含む溶液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶
60 液とする。

61 (v) 操作法 培養は32 ~ 35℃で行う。

62 **貯法** 容器 密封容器。

1 セフメタゾールナトリウム

2 Cefmetazole Sodium

3 $C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$: 493.524 Monosodium (6*R*,7*R*)-7-

5 {[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino}-7-methoxy-3-

6 (1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-

7 1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

8 [56796-20-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり860 ～
11 965 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフメタゾー
12 ル($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$: 471.53)としての量を質量(力価)で示す。

13 **性状** 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である。

14 本品は水に極めて溶けやすく、メタノールに溶けやすく、
15 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
16 溶けにくい。

17 本品は吸湿性である。

18 **確認試験**

19 (1) 本品の水溶液(1→40000)につき、紫外可視吸光度測
20 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
21 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
22 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
24 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
25 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
26 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

27 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)
28 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
29 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
30 共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ
31 3.6 ppm付近、 δ 4.1 ppm付近及び δ 5.2 ppm付近にそれぞれ
32 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
33 度比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

34 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1) (1.09)を呈する。

35 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +73 ～ +85° (0.25 g, 水, 25 mL,
36 100 mm)。

37 **pH** (2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは4.2 ～
38 6.2である。

39 **純度試験**

40 (1) **溶状** 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明
41 で、液の色は次の比較液より濃くない。

42 比較液 : 塩化コバルト(II)の色と比較原液0.5 mL及び塩化
43 鉄(III)の色と比較原液5 mLを正確にとり、水を加えて正
44 確に50 mLとする。この液15 mLを正確にとり、水を加
45 えて正確に20 mLとする。

46 (2) **類縁物質** 本品0.50 gを量り、水10 mLに溶かし、試
47 料溶液とする。この液4 mL, 2 mL, 1 mL, 0.5 mL及び
48 0.25 mLを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に100
49 mLとし、標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)、標準溶
50 液(4)及び標準溶液(5)とする。別に1-メチル-1*H*-テトラ
51 ゴール-5-チオール0.10 gを量り、水に溶かし、正確に100
52 mLとし、標準溶液(6)とする。これらの液につき、薄層クロ
53 マトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液、標準
54 溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)、標準溶液(4)、標準溶液
55 (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
56 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-
57 ブタノール/水/酢酸(100)混液(4 : 1 : 1)を展開溶媒として
58 約12 cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気
59 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
60 る位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(6)のス
61 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
62 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
63 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
64 スポットの量を標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)、標
65 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
66 量は8.0%以下である。

67 **水分** (2.48) 1.0%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

68 **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
69 する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に
70 25 mLとする。この液1 mLずつを正確に量り、それぞれに
71 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
72 とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の条件で液
73 体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物
74 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
75 Q_T 及び Q_S を求める。

76 セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[μg(力価)]

77 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$

78 M_S : セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

79 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→
80 10000)

81 **試験条件**

82 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 214 nm)

83 カラム : 内径4.6 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5
84 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
85 化シリカゲルを充填する。

86 カラム温度 : 25℃付近の一定温度

87 移動相 : リン酸二水素アンモニウム5.75 gを水700 mL
88 に溶かす。この液にメタノール280 mL, テトラヒド
89 ロフラン20 mL, 40%テトラブチルアンモニウムヒド
90 ロキシド試液3.2 mLを加え、リン酸を加えてpH 4.5
91 に調整する。

92 流量 : セフメタゾールの保持時間が約8分になるように
93 調整する。

94 **システム適合性**

95 システムの性能 : 標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
96 操作するとき、セフメタゾール、内標準物質の順に溶
97 出し、その分離度は10以上である。

- 98 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
99 で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
100 に対するセフメタゾールのピーク面積の比の相対標準
101 偏差は1.0%以下である。
102 貯法 容器 密封容器。

1 注射用セフメタゾールナトリウム

2 Cefmetazole Sodium for Injection

3 本品は用時溶解して用いる注射剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に
5 対応するセフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$: 471.53)を含む。

6 製法 本品は「セフメタゾールナトリウム」をとり、注射剤の
7 製法により製する。

8 性状 本品は白色～淡黄色の粉末又は塊である。

9 本品は吸湿性である。

10 確認試験

11 (1) 本品の水溶液(1→40000)につき、紫外可視吸光度測
12 定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定し、本品のスペク
13 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
14 トルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

15 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法〈2.25〉の臭
16 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
17 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
18 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

19 pH〈2.54〉 本品の「セフメタゾールナトリウム」1.0 g(力
20 価)に対応する量を取り、水10 mLに溶かした液のpHは4.2
21 ～6.2である。

22 純度試験

23 (1) 溶状 本品の「セフメタゾールナトリウム」1.0 g(力
24 価)に対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄明で、液
25 の色は次の比較液より濃くない。

26 比較液：塩化コバルト(Ⅱ)の色の比較原液0.5 mL及び塩化
27 鉄(Ⅲ)の色の比較原液5 mLを正確にとり、水を加えて正
28 確に50 mLとする。この液15 mLを正確にとり、水を加
29 えて正確に20 mLとする。

30 (2) 類縁物質 「セフメタゾールナトリウム」の純度試験
31 (2)を準用する。

32 エンドトキシン〈4.01〉 0.06 EU/mg(力価)未満。

33 製剤均一性〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。

34 不溶性異物〈6.06〉 第2法により試験を行うとき、適合する。

35 不溶性微粒子〈6.07〉 試験を行うとき、適合する。

36 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、
37 適合する。

38 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
39 した後、各々の液を合わせ、更に移動相を加えて正確に500
40 mLとする。「セフメタゾールナトリウム」約0.2 g(力価)に
41 対応する容量を正確に量り、移動相を加えて正確に100 mL
42 とする。この液1 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正
43 確に加え、試料溶液とする。別にセフメタゾール標準品約
44 50 mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、
45 正確に25 mLとする。この液1 mLを正確に量り、内標準溶
46 液10 mLを正確に加えて混和し、標準溶液とする。以下「セ
47 フメタゾールナトリウム」の定量法を準用する。

48 セフメタゾール($C_{15}H_{17}N_7O_5S_3$)の量[mg(力価)]

49 $=M_s \times Q_T / Q_s \times 4$

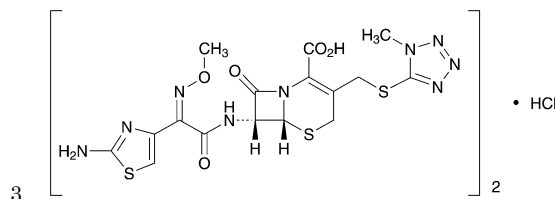
50 M_s : セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力価)]

51 内標準溶液 パラオキシ安息香酸メチルの移動相溶液(1→
52 10000)

53 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
54 を使用することができる。

1 セフメノキシム塩酸塩

2 Cefmenoxime Hydrochloride

4 (C₁₆H₁₇N₉O₅S₃)₂ · HCl : 1059.585 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-6 (methoxyimino)acetylamin]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-

7 ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-

8 ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride

9 [75738-58-8]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり890 ~
 11 975 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフメノキシ
 12 ム(C₁₆H₁₇N₉O₅S₃ : 511.56)としての量を質量(力価)で示す。

13 **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。

14 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
 15 く、メタノールに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エタ
 16 ノール(95)にほとんど溶けない。

17 **確認試験**

18 (1) 本品のpH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(3→
 19 200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収ス
 20 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
 21 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
 22 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
 23 一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
 25 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
 26 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
 27 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
 28 ろに同様の強度の吸収を認める。

29 (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
 30 スルホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測
 31 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
 32 ペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 3.9
 33 ppm付近に二つの単一線のシグナルA及びBを、δ 6.8 ppm
 34 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
 35 A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

36 (4) 本品10 mgをとり、薄めた炭酸ナトリウム試液(1→
 37 20)1 mLを加えて溶かした後、酢酸(100)5 mL及び硝酸銀試
 38 液2滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

39 **旋光度**(2.49) [<α]_D²⁰ : -27 ~ -35° (1 g, pH 6.8の0.1
 40 mol/Lリン酸塩緩衝液, 100 mL, 100 mm)。

41 **pH**(2.54) 本品0.10 gを水150 mLに溶かした液のpHは2.8
 42 ~ 3.3である。

43 **純度試験**

44 (1) **溶状** 本品1.0 gを薄めた炭酸ナトリウム試液(1→4)

45 10 mLに溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

46 (2) **類縁物質** 本品約0.1 gを精密に量り、pH 6.8の0.1
 47 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後、移動相を加えて
 48 正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、移動相を
 49 加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に1-メチル
 50 -1*H*-テトラゾール-5-チオール約10 mgを精密に量り、
 51 移動相に溶かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確
 52 に量り、移動相を加えて正確に250 mLとし、標準溶液(1)と
 53 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
 54 り、pH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後、
 55 移動相を加えて正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に
 56 量り、移動相を加えて正確に250 mLとし、標準溶液(2)とす
 57 る。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2) 10 μLずつを正
 58 確にとり、調製後直ちに、次の条件で液体クロマトグラフ
 59 ー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク
 60 面積を自動積分法により測定する。次式により1-メチル
 61 -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
 62 るとき、それぞれ1.0%以下及び3.0%以下である。

63 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの量(%)

$$64 = M_{Sa}/M_T \times A_{Ta}/A_{Sa} \times 20$$

65 総類縁物質の量(%)

$$66 = M_{Sa}/M_T \times A_{Ta}/A_{Sa} \times 20 + M_{Sb}/M_T \times S_T/A_{Sb} \times 5$$

67 M_{Sa} : 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤
 68 取量(g)

69 M_{Sb} : セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量(g)

70 M_T : 本品の秤取量(g)

71 A_{Sa} : 標準溶液(1)の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-
 72 チオールのピーク面積

73 A_{Sb} : 標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積

74 A_{Ta} : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオ
 75 ールのピーク面積

76 S_T : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオ
 77 ール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

78 **試験条件**

79 検出器, カラム, カラム温度, 移動相及び流量は定量法
 80 の試験条件を準用する。

81 面積測定範囲 : セフメノキシムの保持時間の2.5倍の範
 82 囲

83 **システム適合性**

84 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

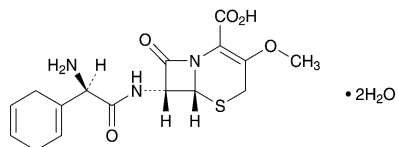
85 検出の確認 : 標準溶液(1) 5 mLを正確に量り、移動相を
 86 加えて正確に100 mLとする。この液10 μLから得た1
 87 -メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク
 88 面積が、標準溶液(1)の1-メチル-1*H*-テトラゾ
 89 ール-5-チオールのピーク面積の4.5 ~ 5.5%になるこ
 90 とを確認する。次いで標準溶液(2) 2 mLを正確に量り、
 91 移動相を加えて正確に100 mLとする。この液10 μL
 92 から得たセフメノキシムのピーク面積が、標準溶液
 93 (2)のセフメノキシムのピーク面積の1.5 ~ 2.5%にな
 94 ることを確認する。

95 システムの再現性 : 標準溶液(1) 10 μLにつき、上記の
 96 条件で試験を6回繰り返すとき、1-メチル-1*H*-テ

- 97 トラゾール-5-チオールピーク面積の相対標準偏
98 差は1.0%以下である。
- 99 水分 (2.48) 1.5%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし,
100 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)
101 を用いる)。
- 102 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)
103 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
104 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
105 50 mLとする。この液4 mLずつを正確に量り, それぞれに
106 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
107 mLとし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準
108 溶液10 µLにつき, 次の条件で液体クロマトグラフィー
109 〈2.01〉により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対す
110 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。
- 111 セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_5O_5S_3$)の量[µg(力価)]
112 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$
- 113 M_S : セフメノキシム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
- 114 内標準溶液 フタルイミドのメタノール溶液(3→2000)
- 115 試験条件
- 116 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)
- 117 カラム: 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 µm
118 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
119 リカゲルを充填する。
- 120 カラム温度: 25°C付近の一定温度
- 121 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(50 : 10 : 1)
- 122 流量: セフメノキシムの保持時間が約8分になるように
123 調整する。
- 124 システム適合性
- 125 システムの性能: 標準溶液10 µLにつき, 上記の条件で
126 操作するとき, セフメノキシム, 内標準物質の順に溶
127 出し, その分離度は2.3以上である。
- 128 システムの再現性: 標準溶液10 µLにつき, 上記の条件
129 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
130 に対するセフメノキシムのピーク面積の比の相対標準
131 偏差は1.0%以下である。
- 132 貯法 容器 密封容器。

1 セフロキサジン水和物

2 Cefroxadine Hydrate

4 $C_{16}H_{19}N_3O_5S \cdot 2H_2O$: 401.43

5 (6*R*,7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-
6 dienyldiacetyl-amino]-3-methoxy-8-oxo-5-thia-1-
7 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate
8 [51762-05-1, 無水物]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり930 ~
10 1020 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフロキサ
11 ジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$: 365.40)としての量を質量(力価)で示す。

12 **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。
13 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
14 にくく、エタノール(95)に極めて溶けにくい。

15 本品は0.001 mol/L塩酸試液又は希酢酸に溶ける。

16 確認試験

17 (1) 本品の0.001 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、
18 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
19 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
20 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
21 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
22 の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
24 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
25 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
26 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
27 様の強度の吸収を認める。

28 (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
29 (1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチル
30 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
31 (2.27) により 1H を測定するとき、 δ 2.8 ppm付近、 δ 4.1
32 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
33 ルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cは
34 ほぼ4 : 3 : 1である。

35 **旋光度** (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +95 ~ +108° (脱水物に換算したも
36 の0.1 g, 薄めた酢酸(100) (3→25), 100 mL, 100 mm)。

37 **純度試験** 類縁物質 本品10 mgを移動相100 mLに溶かし、
38 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
39 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
40 溶液40 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
41 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
42 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
43 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
44 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
45 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

46 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
47 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
48 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
49 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
50 ク面積の6倍より大きくない。

51 試験条件

52 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

53 カラム：内径4.6 mm, 長さ10 cmのステンレス管に5
54 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
55 化シリカゲルを充填する。

56 カラム温度：25℃付近の一定温度

57 移動相：過塩素酸ナトリウム1.4 gを水/アセトニトリ
58 ル混液(489 : 11) 1000 mLに溶かす。

59 流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるよう
60 に調整する。

61 面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約2倍の範
62 囲

63 システム適合性

64 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
65 えて正確に20 mLとする。この液40 μ Lから得たセフ
66 ロキサジンのピーク面積が、標準溶液のセフロキサジ
67 ンのピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。

68 システムの性能：本品3 mg及びオルシン15 mgを移動相
69 100 mLに溶かす。この液40 μ Lにつき、上記の条件
70 で操作するとき、オルシン、セフロキサジンの順に溶
71 出し、その分離度は3以上である。

72 システムの再現性：標準溶液40 μ Lにつき、上記の条件
73 で試験を6回繰り返すとき、セフロキサジンのピーク
74 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

75 **水分** (2.48) 8.5 ~ 12.0%(0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

76 **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
77 する量を精密に量り、それぞれを希酢酸/リン酸混液
78 (500 : 1)に溶かし、内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後、
79 希酢酸/リン酸混液(500 : 1)を加えて200 mLとし、試料溶
80 液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、
81 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
82 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
83 ク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

84 セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量 $[\mu$ g(力価)]

$$85 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

86 M_S : セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

87 内標準溶液 パニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし、
88 希酢酸/リン酸混液(500 : 1)を加えて100 mLとする。

89 試験条件

90 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

91 カラム：内径4.6 mm, 長さ10 cmのステンレス管に5
92 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
93 化シリカゲルを充填する。

94 カラム温度：25℃付近の一定温度

95 移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→50)/アセトニトリ
96 ル混液(97 : 3)

97 流量：セフロキサジンの保持時間が約10分になるよう

- 98 に調整する.
- 99 システム適合性
- 100 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき，上記の条件で
- 101 操作するとき，セフロキサジン，内標準物質の順に溶
- 102 出し，その分離度は1.5以上である.
- 103 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき，上記の条件
- 104 で試験を6回繰り返すとき，内標準物質のピーク面積
- 105 に対するセフロキサジンのピーク面積の比の相対標準
- 106 偏差は1.0%以下である.
- 107 貯法 容器 気密容器.

1 シロップ用セフロキサジン

2 Cefroxadine for Syrup

3 本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である。

4 本品は定量するとき、表示された力価の93.0 ~ 107.0%
5 に対応するセフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$: 365.40)を含む。

6 **製法** 本品は「セフロキサジン水和物」をとり、シロップ用剤
7 の製法により製する。

8 **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
9 物」2 mg(力価)に対応する量を取り、0.001 mol/L塩酸試液
10 100 mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、
11 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
12 するとき、波長267 ~ 271 nmに吸収の極大を示す。

13 **水分** (2.48) 4.5%以下(0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

14 **製剤均一性** (6.02) 分包品は、次の方法により含量均一性試
15 験を行うとき、適合する。

16 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、希酢酸／リン
17 酸混液(500 : 1) 4 V / 5 mLを加えて15分間よく振り混ぜた
18 後、「セフロキサジン水和物」50 mg(力価)当たり内標準溶
19 液5 mLを正確に加え、1 mL中に「セフロキサジン水和物」
20 約0.25 mg(力価)を含む液になるように希酢酸／リン酸混液
21 (500 : 1)を加えてV mLとする。この液を孔径0.45 μm以下
22 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。
23 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
24 密に量り、希酢酸／リン酸混液(500 : 1)に溶かし、内標準溶
25 液5 mLを正確に加えた後、希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を
26 加えて200 mLとし、標準溶液とする。以下「セフロキサジ
27 ン水和物」の定量法を準用する。

28 セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$$29 = M_S \times Q_T / Q_S \times V / 200$$

30 M_S : セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

31 内標準溶液 バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし、
32 希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を加えて100 mLとする。

33 **溶出性** (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
34 毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
35 85%以上である。

36 本品の「セフロキサジン水和物」約0.1 g(力価)に対応する
37 量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液
38 10 mL以上をとり、孔径0.8 μm以下のメンブランフィルタ
39 ーでろ過する。初めのろ液5 mL以上を除き、次のろ液4 mL
40 を正確に量り、0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に20 mLと
41 し、試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約22
42 mg(力価)に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L塩酸試液に
43 溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、
44 水10 mLを加えた後、0.1 mol/L塩酸試液を加えて正確に50
45 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、
46 紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長267
47 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

48 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(%)

$$49 = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 450$$

50 M_S : セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

51 M_T : 本品の秤取量(g)

52 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
53 価)]

54 **定量法** 本品を必要ならば粉末とし、「セフロキサジン水和
55 物」約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り、希酢酸／リ
56 ン酸混液(500 : 1) 160 mLを加えて15分間よく振り混ぜた後、
57 内標準溶液5 mLを正確に加え、希酢酸／リン酸混液(500 :
58 1)を加えて200 mLとする。この液を孔径0.45 μm以下のメ
59 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
60 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
61 量り、希酢酸／リン酸混液(500 : 1)に溶かし、内標準溶液5
62 mLを正確に加えた後、希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を加え
63 て200 mLとし、標準溶液とする。以下「セフロキサジン水
64 和物」の定量法を準用する。

65 セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[mg(力価)]

$$66 = M_S \times Q_T / Q_S$$

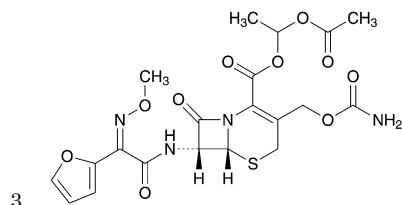
67 M_S : セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

68 内標準溶液 バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし、
69 希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を加えて100 mLとする。

70 **貯法** 容器 気密容器。

1 セフロキシム アキシセチル

2 Cefuroxime Axetil

3 $C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$: 510.474 (1*RS*)-1-Acetoxyethyl (6*R*,7*R*)-3-carbamoyloxymethyl-7-5 [(*Z*)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetylamin]-8-oxo-5-

6 thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

7 [64544-07-6]

8 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱アセトン物1
9 mg当たり800～850 μg(力価)を含む。ただし、本品の力価
10 は、セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$: 424.39)としての量を質量
11 (力価)で示す。

12 **性状** 本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である。

13 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
14 やや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水に極
15 めて溶けにくい。

16 **確認試験**

17 (1) 本品のメタノール溶液(3→200000)につき、紫外可視
18 吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品
19 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
20 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
21 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
22 の強度の吸収を認める。

23 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
24 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
25 品の参照スペクトル又はセフロキシムアキシセチル標準品のス
26 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
27 ころに同様の強度の吸収を認める。

28 (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
29 スルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測
30 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
31 ペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 1.5
32 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
33 ppm付近に一対の単一線のシグナルBを、 δ 3.9 ppm付近に
34 単一線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A :
35 B : Cはほぼ1 : 1 : 1である。

36 **旋光度**(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +41～+47° (0.5 g, メタノール,
37 50 mL, 100 mm)。

38 **純度試験**

39 (1) 類縁物質 本品25 mgをメタノール4 mLに溶かし、
40 リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10 mLと
41 し、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノ
42 ル40 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→
43 1000)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶

44 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
45 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液
46 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
47 溶液のセフロキシムアキシセチル以外のピークの面積は、標準
48 溶液のセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積の
49 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
50 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
51 アキシ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。

52 **試験条件**

53 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
54 の試験条件を準用する。

55 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフロキシムアキ
56 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
57 クの約3倍までの範囲

58 **システム適合性**

59 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノール4
60 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23
61 →1000)を加えて正確に10 mLとする。この液2 μLか
62 ら得たセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計
63 面積が、標準溶液のセフロキシムアキシセチルの二つの
64 ピークの合計面積の7～13%になることを確認する。
65 システムの性能：標準溶液2 μLにつき、上記の条件で
66 操作するとき、セフロキシムアキシセチルの二つのピー
67 クの分離度は1.5以上である。

68 システムの再現性：標準溶液2 μLにつき、上記の条件
69 で試験を6回繰り返すとき、セフロキシムアキシセチル
70 の二つのピークの合計面積の相対標準偏差は2.0%以下
71 である。

72 (2) アセトン 本品約1 gを精密に量り、内標準溶液0.2
73 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
74 し、10 mLとし、試料溶液とする。別にアセトン約0.5 gを
75 精密に量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に100 mL
76 とする。この液0.2 mLを正確に量り、内標準溶液0.2 mLを
77 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、
78 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 μLにつき、次の
79 条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、
80 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
81 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。

$$82 \text{ アセトンの量(\%)} = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1/5$$

83 M_S : アセトンの秤取量(g)84 M_T : 本品の秤取量(g)

85 内標準溶液 1-プロパノールのジメチルスルホキシド溶
86 液(1→200)

87 **試験条件**

88 検出器：水素炎イオン化検出器

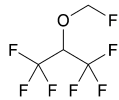
89 カラム：内径3 mm、長さ2 mのガラス管にガスクロマ
90 トグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガス
91 クロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500
92 を1 : 1の割合で混合したものを125～150 μmのガス
93 クロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被
94 覆したものを用いる。

95 カラム温度：90℃付近の一定温度

97	注入口温度：115℃付近の一定温度	149	システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
98	キャリアーガス：窒素	150	操作するとき、内標準物質、セフロキシムアキシセチル
99	流量：内標準物質の保持時間が約4分になるように調整	151	の順に溶出し、セフロキシムアキシセチルの二つのピーク
100	する。	152	の分離度は1.5以上である。
101	システム適合性	153	システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
102	システムの性能：標準溶液1 μLにつき、上記の条件で	154	で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
103	操作するとき、アセトン、内標準物質の順に流出し、	155	に対するセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積
104	その分離度は5以上である。	156	の比の相対標準偏差は1.0%以下である。
105	システムの再現性：標準溶液1 μLにつき、上記の条件	157	貯法
106	で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積	158	保存条件 遮光して保存する。
107	に対するアセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は	159	容器 気密容器。
108	5.0%以下である。		
109	水分 (2.48) 2.0%以下(0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定)。		
110	強熱残分 (2.44) 0.2%以下(0.5 g)。		
111	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		
112	ロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、セフロキシム		
113	アキシ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		
114	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		
115	るとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は0.48 ~ 0.55である。		
116	試験条件		
117	検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法		
118	の試験条件を準用する。		
119	システム適合性		
120	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		
121	ム適合性を準用する。		
122	定量法 本品及びセフロキシムアキシセチル標準品約50 mg(力		
123	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		
124	かし、正確に50 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、		
125	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		
126	mLを加えた後、リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)		
127	を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶		
128	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		
129	フィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積		
130	に対するセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積		
131	の比 Q_T 及び Q_S を求める。		
132	セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$)の量[μg(力価)]		
133	$=M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$		
134	M_S ：セフロキシムアキシセチル標準品の秤取量[mg(力価)]		
135	内標準溶液 アセトアニリドのメタノール溶液(27→		
136	5000)		
137	試験条件		
138	検出器：紫外吸光度計(測定波長：278 nm)		
139	カラム：内径4.6 mm、長さ20 cmのステンレス管に5		
140	μmの液体クロマトグラフィー用トリメチルシリル化		
141	シリカゲルを充填する。		
142	カラム温度：25℃付近の一定温度		
143	移動相：リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)／		
144	メタノール混液(5：3)		
145	流量：セフロキシムアキシセチルの二つのピークのうち、		
146	先に溶出するピークの保持時間が約8分になるように		
147	調整する。		
148	システム適合性		

1 セボフルラン

2 Sevoflurane

4 $C_4H_3F_7O$: 200.05

5 1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-(fluoromethoxy)propane

6 [28523-86-6]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セボフル
8 ン($C_4H_3F_7O$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

9 性状 本品は無色澄明の流動しやすい液である。

10 本品はエタノール(99.5)と混和する。

11 本品は水に極めて溶けにくい。

12 本品は揮発性で、引火性はない。

13 屈折率 n_D^{20} : 1.2745 ~ 1.2760

14 沸点 : 約58.6℃

15 確認試験 本品約1 μ Lを10 cmの長さの光路を持つ気体セルに
16 とり、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の気体試料測定法
17 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
18 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
19 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
20 める。

21 比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.510 ~ 1.530

22 純度試験

23 (1) 酸又はアルカリ 本品50 mLに新たに煮沸し冷却した
24 水50 mLを加え、3分間激しく振り混ぜた後、水層を分取し、
25 試料溶液とする。試料溶液20 mLにプロモクレゾールパープ
26 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
27 えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液20 mLに
28 プ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
29 mLを加えるとき、液の色は黄色である。

30 (2) 可溶性フッ化物 本品6 gをとり、薄めた0.01 mol/L
31 水酸化ナトリウム試液(1→20) 12 mLを加え、10分間振り混
32 ぜた後、薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層
33 4.0 mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキ
34 ソン試液/pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリ
35 ウム(III)試液混液(1 : 1 : 1) 30 mLを加え、水を加えて50
36 mLとした後60分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標
37 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
38 →20) 4.0 mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプ
39 レキソン試液/pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸
40 セリウム(III)試液混液(1 : 1 : 1) 30 mLを加え、以下試料溶
41 液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄
42 めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20) 4.0 mLを用い
43 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
44 (2.24) により試験を行うとき、波長600 nmにおける試料溶
45 液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(1 ppm以
46 下)。

47 フッ素標準溶液 : フッ化ナトリウム2.21 gを正確に量り、

48 水に溶かして正確に1000 mLとする。この液10 mLを
49 正確に量り、水を加えて正確に1000 mLとする。この
50 液1 mLはフッ素(F) 0.01 mgを含む。

51 (3) 類縁物質 本品2 μ Lにつき、次の条件でガスクロマ
52 トグラフィー (2.02) により試験を行う。各々のピーク面積
53 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
54 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
55 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%
56 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
57 メチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ0.0025%以下
58 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
59 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
60 る。

61 試験条件

62 検出器、カラム、注入口温度、検出器温度、キャリアー
63 ガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する。
64 カラム温度 : 40℃付近の一定温度で注入し、10分間保
65 った後、200℃になるまで1分間に10℃の割合で昇温
66 し、200℃付近の一定温度に保つ。

67 流量 : セボフルランの保持時間が約7分になるように調
68 整する。69 面積測定範囲 : セボフルランの保持時間の約6倍の範囲
70 システム適合性

71 検出の確認 : 本品20 μ Lを量り、*o*-キシレンを加えて
72 20 mLとする。この液1 mLに*o*-キシレンを加えて20
73 mLとしシステム適合性試験用溶液とする。システム
74 適合性試験用溶液1 mLを正確に量り、*o*-キシレンを
75 加えて正確に10 mLとする。この液2 μ Lから得たセ
76 ボフルランのピーク面積が、システム適合性試験用溶
77 液のセボフルランのピーク面積の7 ~ 13%になること
78 を確認する。

79 システムの性能 : システム適合性試験用溶液2 μ Lにつ
80 き、上記の条件で操作するとき、セボフルランのピー
81 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
82 6000段以上、1.5以下である。

83 システムの再現性 : システム適合性試験用溶液2 μ Lに
84 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セボフ
85 ルランのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下であ
86 る。

87 (4) 蒸発残留物 本品10 mLを正確に量り、水浴上で蒸発
88 した後、残留物を105℃で2時間乾燥するとき、その量は1.0
89 mg以下である。

90 水分 (2.48) 0.2 w/v%以下(5 mL, 容量滴定法, 直接滴定)。

91 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
92 で水分 (2.48) を測定しておく) 5 mLずつを正確に量り、そ
93 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
94 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
95 溶液1 μ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー
96 (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対す
97 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。

98 セボフルラン($C_4H_3F_7O$)の量(mg)99 $= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.521$ 100 V_S : 脱水物に換算した標準品の秤取量(mL)

- 101 1.521 : セボフルランの比重(d_{20}^{20})
- 102 試験条件
- 103 検出器 : 水素炎イオン化検出器
- 104 カラム : 内径0.32 mm, 長さ30 mのフューズドシリカ
- 105 管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピル
- 106 メチルフェニルシリコンを厚さ1.8 μm で被覆する.
- 107 カラム温度 : 40℃
- 108 注入口温度 : 200℃付近の一定温度
- 109 検出器温度 : 225℃付近の一定温度
- 110 キャリヤーガス : ヘリウム
- 111 流量 : セボフルランの保持時間が約3分になるように調
- 112 整する.
- 113 スプリット比 : 1 : 20
- 114 システム適合性
- 115 システムの性能 : 標準溶液1 μL につき, 上記の条件で
- 116 操作するとき, セボフルラン, 内標準物質の順に流出
- 117 し, その分離度は3以上である.
- 118 システムの再現性 : 標準溶液1 μL につき, 上記の条件
- 119 で試験を6回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
- 120 に対するセボフルランのピーク面積の比の相対標準偏
- 121 差は1.0%以下である.
- 122 貯法 容器 気密容器.

1 セラセフェート

2 Cellacefate

3 酢酸フタル酸セルロース

4 [9004-38-0]

5 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
6 各条である。

7 なお、三薬局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことに
8 より示す。

9 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
10 品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している。

11 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
12 生成物である。

13 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
14 対し、アセチル基($-\text{COCH}_3$: 43.04) 21.5 ~ 26.0%及びカ
15 ルボキシベンゾイル基($-\text{COC}_6\text{H}_4\text{COOH}$: 149.12) 30.0 ~
16 36.0%を含む。

17 ◆性状 本品は白色の粉末又は粒である。

18 本品はアセトンに溶けやすく、水又はエタノール(99.5)に
19 ほとんど溶けない。◆

20 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
21 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
22 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
23 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
24 のところに同様の強度の吸収を認める。

25 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
26 に量り、アセトンと水の質量比で249:1の混液85 gに溶か
27 し、試料溶液とする。試料溶液につき、 $25 \pm 0.2^\circ\text{C}$ で第1法
28 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
29 度測定法 (2.56) により試料溶液の密度 ρ を求め、式 $\eta = \nu \rho$
30 により試料溶液の粘度 η を計算するとき、45 ~ 90 mPa·sで
31 ある。

32 純度試験 遊離酸 本品約3 gを精密に量り、共栓三角フラス
33 コに入れ、薄めたメタノール(1→2) 100 mLを加え、密栓し
34 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
35 留物を薄めたメタノール(1→2) 10 mLずつで2回洗い、洗液
36 及びろ液を合わせ、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定
37 (2.50) する(指示薬: フェノールフタレイン試液2 ~ 3滴)。
38 薄めたメタノール(1→2) 120 mLを用いて空試験を行い、補
39 正する。

40 遊離酸の量(%) $= 0.8306A/M$

41 A : 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

42 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

43 遊離酸の量はフタル酸($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$: 166.13)として3.0%以
44 下である。

45 水分 (2.48) 5.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただ
46 し、水分測定用メタノールの代わりにエタノール(99.5)/ジ
47 クロロメタン混液(3:2)を用いる)。

48 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

49 定量法

50 (1) カルボキシベンゾイル基 本品約1 gを精密に量り、
51 エタノール(95)/アセトン混液(3:2) 50 mLを加えて溶かし、
52 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
53 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、
54 補正する。

55 カルボキシベンゾイル基($\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_3$)の含量(%)

$$56 = \frac{\frac{1.491 \times A}{M} - (1.795 \times B)}{100 - B} \times 100$$

57 A : 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

58 B : 遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

59 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

60 (2) アセチル基 本品約0.1 gを精密に量り、共栓三角フ
61 ラスコに入れ、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液25 mLを正確
62 に加え、これに還流冷却器を付け、30分間煮沸する。冷後、
63 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
64 過量の水酸化ナトリウムを滴定 (2.50) する。同様の方法で
65 空試験を行う。

66 遊離酸及び結合酸のアセチル基($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}$)としての含量(%)

$$67 = 0.4305A/M$$

68 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
69 ム液の量(mL)

70 M : 脱水物に換算した本品の秤取量(g)

71 アセチル基($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}$)の含量(%)

$$72 = 100 \times (P - 0.5182B) / (100 - B) - 0.5772C$$

73 B : 遊離酸の試験で得られた遊離酸の含量(%)

74 C : カルボキシベンゾイル基の含量(%)

75 P : 遊離酸及び結合酸のアセチル基($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}$)としての含量
76 (%)

77 ◆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合物1.4 gをリン酸水素二ナトリウム十二水合物5.53 g及びクエン酸一水合物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をゆつくりと加える。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押し下げするのに必要な荷重(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に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) 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

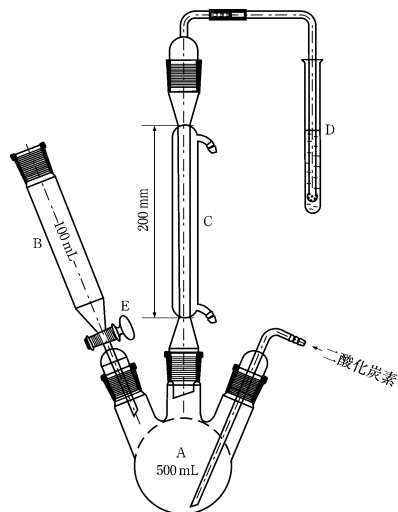
波長：248.3 nm

(2) クロム (1)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。

105 使用ガス：
 106 可燃性ガス アセチレン
 107 支燃性ガス 空気
 108 ランプ：クロム中空陰極ランプ
 109 波長：357.9 nm
 110 (3) 亜鉛 (1)の試料溶液を試料溶液とする。別に本品
 111 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
 112 操作し、原子吸光度用亜鉛標準液7.5 mL、15 mL及び22.5
 113 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
 114 それぞれ100.0 gとし、標準溶液とする。なお、添加する標
 115 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
 116 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
 117 光度法(2.23)の標準添加法により試験を行い、亜鉛の含量
 118 を求めるとき、30 ppm以下である。

119 使用ガス：
 120 可燃性ガス アセチレン
 121 支燃性ガス 空気
 122 ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
 123 波長：213.9 nm
 124 (4) 過酸化水素
 125 (i) 酵素反応 ペルオキシダーゼは過酸化水素に作用し、そ
 126 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
 127 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
 128 水素の量に比例する。この反応を利用した過酸化水素濃度試験
 129 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
 130 ることにより、試料溶液の過酸化水素の濃度が求められる。
 131 (ii) 操作法 本品20.0±0.1 gをビーカーにとり、水80.0±
 132 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
 133 ～3時間放置する。次にビーカーを時計皿で蓋をし、65±
 134 2℃の水浴中で20±5分間加熱して試料を溶かした後、ガラ
 135 ス棒でかき混ぜ、均一な溶液とし、試料溶液とする。過酸化
 136 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
 137 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
 138 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
 139 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
 140 色に対応する過酸化水素の濃度を読み取り、それを5倍する
 141 (10 ppm以下)。
 142 (iii) 鋭敏度 過酸化水素標準液10 mLを正確に量り、水を加
 143 えて正確に300 mLとする。この液2 mLを正確に量り、水
 144 を加えて正確に1000 mLとする(2 ppm)。この液に過酸化水
 145 素濃度試験紙を1秒間浸し、試験紙の反応ゾーンの適切に湿
 146 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
 147 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
 148 色と比較するとき、過酸化水素の濃度が2 ppmの標準比色表の
 149 色と等しい。

150 (5) 二酸化硫黄
 151 (i) 装置 図に示すものを用いる。



152

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

153 (ii) 操作法 水150 mLを三口丸底フラスコにとり、二酸
 154 化炭素を毎分100 mLの流速で装置に流す。過酸化水素・水
 155 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
 156 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
 157 を三口丸底フラスコから取り外し、本品25.0 gを水100 mL
 158 を用いて三口丸底フラスコに移す。2 mol/L塩酸試液80 mL
 159 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
 160 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
 161 ように最後の数mLが流れ出る前にコックを閉め、◇混合液
 162 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
 163 を200 mLの広口三角フラスコに移す。受け側の試験管を少
 164 量の水で洗い、洗液は三角フラスコに加える。水浴中で15
 165 分間加熱した後、冷却する。プロモフェノールブルー試液
 166 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
 167 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
 168 (2.50) する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式
 169 により二酸化硫黄の量を求めるとき、50 ppm以下である。

170 二酸化硫黄の量(ppm) = $V/M \times 1000 \times 3.203$

171 M : 本品の秤取量(g)

172 V : 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

173 導電率 (2.51) 確認試験(1)の試料溶液につき、30±1.0℃で
 174 試験を行うとき、1 mS・cm⁻¹以下である。ただし、温度補正
 175 は行わない。

176 乾燥減量 (2.41) 15.0%以下(5 g, 105℃, 16時間)。

177 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
 178 基準は10³ CFU、総真菌数の許容基準は10² CFUである。ま
 179 た、大腸菌及びサルモネラを認めない。

180 貯法

181 保存条件 熱及び湿気を避けて保存する。

182 ◇容器 気密容器。◇

1 精製ゼラチン

2 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。

3 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。

4 純度試験

(1) 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

(2) クロム (1)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

(3) 亜鉛 (1)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

(4) 過酸化物

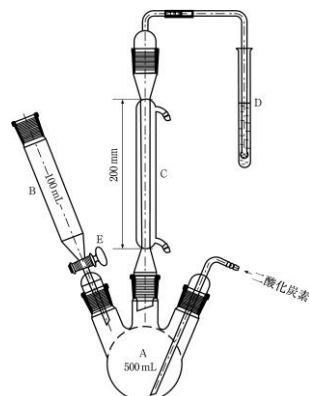
(i) 酵素反応 ペルオキシダーゼは過酸化物に作用し，その酸素原子を還元型の有機酸化還元指示薬へ移動させ，指示薬を青色の酸化型に変化させる。生成した色の濃さは過酸化物の量に比例する。この反応を利用した過酸化水素濃度試験紙では，得られる呈色を用意された標準比色表の色と比較することにより，試料溶液の過酸化物の濃度が求められる。

(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。

(5) 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。プ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。

$$\text{二酸化硫黄の量(ppm)} = V/M \times 1000 \times 3.203$$

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) 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·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10³ CFU、総真菌数の許容基準は10² 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。

1 精製セラック

2 Purified Shellac

3 本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)
4 の分泌物を精製して得た樹脂状の物質である。

5 **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、
6 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。

7 本品はエタノール(95)又はエタノール(99.5)に溶けやすく、
8 水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

9 本品は水酸化ナトリウム試液に溶ける。

10 **酸価** (1.13) 60 ～ 80 本品約1 gを精密に量り、中和エタノ
11 ール40 mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L水酸
12 化カリウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。

13 純度試験

14 (1) ヒ素 (1.11) 本品0.40 gをとり、第3法により検液を
15 調製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物の
16 エタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加えた後、過酸化水素
17 (30) 1.5 mLを加え、点火して燃焼させる(5 ppm以下)。

18 (2) エタノール不溶物 本品約5 gを精密に量り、エタノ
19 ール(95) 50 mLを加え、水浴上で振り混ぜながら溶かす。あ
20 らかじめ105℃で2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソ
21 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
22 込み、エタノール(95)で3時間抽出し、円筒ろ紙を105℃で3
23 時間乾燥するとき、残留物の量は2.0%以下である。ただし、
24 円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる。

25 (3) ロジン 本品2.0 gにエタノール(99.5) 10 mLを加え、
26 よく振り混ぜて溶かし、振り混ぜながらヘキサン 50 mLを
27 徐々に加える。この液を分液漏斗に入れ、水 50 mLずつで2
28 回洗い、上層液をとり、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固す
29 る。残留物に無水酢酸5 mLを加え、必要ならば水浴上で加
30 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
31 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
32 呈しない。

33 (4) ワックス 本品10.0 gに炭酸ナトリウム十水和物溶液
34 (9→200) 150 mLを加え、水浴上で振り混ぜて溶かし、更に
35 2時間加熱する。冷後、浮遊するワックスをろ取し、ワック
36 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
37 がなくなるまで65℃で乾燥し、ワックスをろ紙と共にソッ
38 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
39 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
40 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
41 を蒸発乾固し、残留物を105℃で3時間乾燥するとき、その
42 量は20 mg以下である。

43 **乾燥減量** 2.0%以下。 本品の中末約1 gを精密に量り、初め
44 40℃で4時間、次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で
45 15時間乾燥する。

46 **灰分** (5.01) 1.0%以下(1 g)。

47 **貯法** 容器 密閉容器。

1 白色セラック

2 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。

3 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) 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)。

(4) 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。

(5) 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。

(6) 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)。

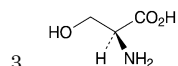
貯法

保存条件 冷所に保存する。

容器 密閉容器。

1 L-セリン

2 L-Serine

4 $C_3H_7NO_3$: 105.09

5 (2S)-2-Amino-3-hydroxypropanoic acid

6 [56-45-1]

7 本品を乾燥したものは定量するとき，L-セリン
8 ($C_3H_7NO_3$) 98.5 ~ 101.0%を含む。

9 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。

10 本品は水又はギ酸に溶けやすく，エタノール(99.5)にほと
11 んど溶けない。

12 本品は2 mol/L塩酸試液に溶ける。

13 確認試験 本品につき，赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
14 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
15 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
16 同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

17 旋光度 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +14.0 ~ +16.0° (乾燥後，2.5 g，2
18 mol/L塩酸試液，25 mL，100 mm)。

19 pH (2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは5.2 ~
20 6.2である。

21 純度試験

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

24 (2) 塩化物 (1.03) 本品0.5 gをとり，試験を行う。比較
25 液には0.01 mol/L塩酸0.30 mLを加える(0.021%以下)。

26 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品0.6 gをとり，試験を行う。比較
27 液には0.005 mol/L硫酸0.35 mLを加える(0.028%以下)。

28 (4) アンモニウム (1.02) 本品0.25 gをとり，試験を行う。
29 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)。

30 (5) 鉄 (1.10) 本品1.0 gをとり，第1法により検液を調製
31 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
32 える(10 ppm以下)。

33 (6) 類縁物質 本品0.10 gを水10 mLに溶かし，試料溶液
34 とする。この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に10
35 mLとする。この液1 mLを正確に量り，水を加えて正確に50
36 mLとし，標準溶液とする。これらの液につき，薄層クロマ
37 トグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液及び標準
38 溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用
39 いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール/
40 水/酢酸(100)混液(3 : 1 : 1)を展開溶媒として約10 cm展開
41 した後，薄層板を80℃で30分間乾燥する。これにニンヒド
42 リンのメタノール/酢酸(100)混液(97 : 3)溶液(1→100)を均
43 等に噴霧した後，80℃で10分間加熱するとき，試料溶液か
44 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
45 ットより濃くない。

46 乾燥減量 (2.41) 0.3%以下(1 g，105℃，3時間)。

47 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

48 定量法 本品を乾燥し，その約0.11 gを精密に量り，ギ酸3

49 mLに溶かし，酢酸(100) 50 mLを加え，0.1 mol/L過塩素酸
50 で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行
51 い，補正する。

52 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=10.51 mg $C_3H_7NO_3$

53 貯法 容器 気密容器。

1 セルモロイキン(遺伝子組換え)

2 Celmoleukin (Genetical Recombination)

APTSSSTKKT QLQLEHLLLD LQMILNGINN YKNPKLTRML TFKFYMPKKA
TELKHLQCLE EELKPLEEVL NLAQSKNFHL RPRDLISNIN VIVLELKGSE
3 TTFMCEYADE TATIVEFLNR WITFCQSIIS TLT

4 C₆₉₃H₁₁₁₈N₁₇₈O₂₀₃S₇ : 15415.82

5 [94218-72-I]

6 本品の本質は、遺伝子組換えヒトインターロイキン-2で
7 あり、133個のアミノ酸残基からなるタンパク質である。本
8 品は、水溶液である。

9 本品は定量するとき、1 mL当たり0.5 ～ 1.5 mgのタンパ
10 ク質を含み、タンパク質1 mg当たり8.0×10⁶単位以上を含
11 む。

12 性状 本品は無色澄明の液である。

13 確認試験

14 (1) 本品100 μLにタンパク質消化酵素試液100 μLを加え
15 て振り混ぜ、37℃で18 ～ 24時間放置した後、2-メルカプ
16 トエタノール2 μLを加える。さらに、37℃で30分間放置し
17 た後、トリフルオロ酢酸溶液(1→10) 5 μLを加え、試料溶液
18 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
19 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
20 溶液50 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー
21 (2.0I) により試験を行い、両者のクロマトグラムを比較する
22 とき、同一の保持時間のところに同様のピークを認める。

23 試験条件

24 検出器：紫外吸光度計(測定波長：215 nm)

25 カラム：内径4 mm、長さ30 cmのステンレス管に5 μm
26 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
27 リカゲルを充填する。

28 カラム温度：25℃付近の一定温度

29 移動相A：トリフルオロ酢酸溶液(1→1000)

30 移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液
31 (17：3)溶液(1→1000)

32 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
33 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

34 流量：セルモロイキンの保持時間が約70分になるよう
35 に調整する。

36 システム適合性

37 システムの性能：液体クロマトグラフィー用セルモロイ
38 キン100 μLに2-メルカプトエタノール2 μLを加え、
39 37℃に2時間放置した液につき、上記の条件で操作す
40 るとき、セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し、

41 その分離度は1.5以上である。

42 (2) 本品適量を精密に量り、1 mL中に800単位を含むよう
43 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
44 養用平底マイクロテストプレートの2個のウェル(A及びB)に
45 試料溶液25 μLずつを入れ、ウェル(A)にはセルモロイキン用
46 参照抗インターロイキン-2抗血清試液25 μLを、ウェル(B)
47 にはセルモロイキン用培養液25 μLを加える。さらに、別の
48 ウェル(C)にセルモロイキン用培養液50 μLを入れる。平底マ
49 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
50 む空气中37℃で30分～ 2時間保温する。次に、各ウェルにイ
51 ンターロイキン-2依存性マウスナチュラルキラー細胞
52 NKC3を含むセルモロイキン用培養液50 μLずつを加え、
53 37℃で16 ～ 24時間培養する。3-(4,5-ジメチルチアゾール
54 -2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム臭化物
55 試液を加えて37℃で4 ～ 6時間培養し、更に、ラウリル硫酸
56 ナトリウム試液を加えて24 ～ 48時間放置した後、各ウェル
57 の液につき、分光光度計により590 nmにおける吸光度を測
58 定するとき、ウェル(A)の液から得られた吸光度とウェル(C)
59 の液から得られた吸光度の差はウェル(B)の液から得られた
60 吸光度とウェル(C)の液から得られた吸光度の差の3%以下で
61 ある。

62 構成アミノ酸 タンパク質のアミノ酸分析法(2.04)「1.タン
63 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
64 水分解し、「2.アミノ酸分析方法」の方法1により試験を行
65 うとき、グルタミン酸(又はグルタミン)は17又は18、トレオ
66 ニンは11 ～ 13、アスパラギン酸(又はアスパラギン)は11又
67 は12、リシンは11、イソロイシンは7又は8、セリンは6 ～ 9、
68 フェニルアラニン6、アラニン5、プロリンは5又は6、
69 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
70 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
71 3、グリシンは2及びトリプトファンは1である。

72 操作法

73 (i) 加水分解 定量法(1)で得た結果に従い、総タンパク質
74 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
75 とり、減圧で蒸発乾固する。一方に薄めた塩酸(59→125)/
76 メルカプト酢酸／フェノール混液(100：10：1) 100 μLを加
77 えて振り混ぜる。この加水分解管をバイアルに入れ、バイ
78 アル内を薄めた塩酸(59→125)/メルカプト酢酸／フェノール
79 混液(100：10：1) 200 μLを加えて湿らせる。バイアル内部
80 を不活性ガスで置換又は減圧し、約115℃で24時間加熱する。
81 減圧乾燥した後、0.02 mol/L塩酸試液0.5 mLに溶かし、試料
82 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
83 μLを加え、1.5時間氷冷下で酸化した後、臭化水素酸50 μL
84 を加え、減圧乾固する。水200 μLを加えて減圧乾固する操
85 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、
86 バイアル内を薄めた塩酸(59→125) 200 μLを加えて湿らせる。
87 バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧し、約115℃で24
88 時間加熱する。減圧乾燥した後、0.02 mol/L塩酸試液0.5 mL
89 に溶かし、試料溶液(2)とする。別にL-アスパラギン酸60
90 mg、L-グルタミン酸100 mg、L-アラニン17 mg、L-メ
91 チオニン23 mg、L-チロシン21 mg、L-ヒスチジン塩酸塩
92 一水和物24 mg、L-トレオニン58 mg、L-プロリン22 mg、
93 L-シスチン14 mg、L-イソロイシン45 mg、L-フェニル
94 アラニン37 mg、L-アルギニン塩酸塩32 mg、L-セリン32

95 mg, グリシン6 mg, L-バリン18 mg, L-ロイシン109 mg, 131
96 L-リシン塩酸塩76 mg及びL-トリプトファン8 mgを正確 132
97 に量り, 0.1 mol/L塩酸試液に溶かし, 正確に500 mLとし, 133
98 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 134
99 にとり, 減圧で蒸発乾固した後, 試料溶液(1)及び試料溶液 135
100 (2)と同様に操作し標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする. 136
101 (ii) アミノ酸分析 試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液 137
102 (1)及び標準溶液(2) 250 µLずつを正確にとり, 次の条件で液 138
103 体クロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い, 試料溶液 139
104 (1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得た各ア 140
105 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 141
106 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1 142
107 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 143
108 個数を求める. 144
109 試験条件 145
110 検出器: 可視吸光度計[測定波長: 440 nm(プロリン) 146
111 及び570 nm(プロリン以外のアミノ酸)] 147
112 カラム: 内径4 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5 µm 148
113 のジビニルベンゼンで架橋したポリスチレンにスルホ 149
114 ン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イ 150
115 オン交換樹脂(Na型)を充填する. 151
116 カラム温度: 試料注入後, 48℃付近の一定温度で28分 152
117 間保持した後, 62℃付近の一定温度で121分まで保持 153
118 する. 154
119 反応槽温度: 135℃付近の一定温度 155
120 発色時間: 約1分 156
121 移動相: 移動相A, 移動相B, 移動相C及び移動相Dを次 157
122 の表に従って調製する. 158

	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

123 移動相の送液: 移動相A, 移動相B, 移動相C及び移動 171
124 相Dの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する. 172

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

125 反応試薬: 酢酸リチウム二水和物407 g, 酢酸(100) 245 175
126 mL及び1-メトキシ-2-プロパノール801 mLを混 176
127 和した後, 水を加えて2000 mLとし, 窒素を10分間 177
128 通じながらかき混ぜ, A液とする. 別に1-メトキシ 178
129 -2-プロパノール1957 mLに, ニンヒドリン77 g及 179
130 び水素化ホウ素ナトリウム0.134 gを加え, 窒素を30 180

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-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トンパク質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倍までの範囲

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

181 mol/L酢酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする。こ
 182 の液10 µLから得たセルモロイキンのピーク面積が本
 183 品10 µLから得たセルモロイキンのピーク面積の0.9
 184 ～1.1%になることを確認する。
 185 システムの性能：本品100 µLに2-メルカプトエタノール
 186 2 µLを加え、37℃で2時間放置した液につき、上記
 187 の条件で操作するとき、セルモロイキン及びその還元
 188 体の順に溶出し、その分離度は3以上である。
 189 (2) 多量体 分子量の項の試料溶液をセルモロイキン用緩
 190 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
 191 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
 192 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
 193 連続緩衝液系SDS-ポリアクリルアミドゲル電気泳動を行
 194 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
 195 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
 196 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
 197 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
 198 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
 199 めるとき、総タンパク質に対して2%以下である。
 200 (3) 宿主細胞由来タンパク質 別に規定する。
 201 (4) 宿主細胞由来DNA 別に規定する。
 202 エンドトキシン 〈4.01〉 100 EU/mL未満。
 203 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
 204 確に10 mLとし試料溶液とする。別に、塩化アンモニウム約
 205 0.1 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。こ
 206 の液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標
 207 準原液とする。標準原液3 mLを正確に量り、水を加えて正
 208 確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25
 209 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
 210 〈2.01〉により試験を行い、アンモニウムイオンのピーク面
 211 積 A_r 及び A_s を測定するとき、本品1 mL当たり酢酸アンモニ
 212 ウムを0.28～0.49 mg含む。
 213 本品1 mL当たりの酢酸アンモニウム($\text{CH}_3\text{COONH}_4$)の量(mg)
 214
$$= A_r / A_s \times M_s \times 0.003 \times 1.441$$

 215 M_s ：塩化アンモニウムの秤取量(mg)
 216 0.003：希釈補正係数
 217 1.441：塩化アンモニウムの酢酸アンモニウムへの分子量
 218 換算係数
 219 試験条件
 220 検出器：電気伝導度検出器
 221 カラム：内径5 mm、長さ25 cmの樹脂管に5.5 µmの液
 222 体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充填
 223 する。
 224 カラム温度：40℃付近の一定温度
 225 移動相：薄めた0.1 mol/Lメタンスルホン酸試液(3→10)
 226 流量：アンモニウムの保持時間が約8分になるように調
 227 整する。
 228 システム適合性
 229 システムの性能：ナトリウム標準原液1 mL及びカリウ
 230 ム標準原液0.2 mLを正確に量り水を加えて正確に100
 231 mLとする。この液5 mL及び標準原液3 mLを正確に
 232 量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液25 µL

233 につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、アン
 234 モニウム、カリウムの順に溶出し、ナトリウムとアン
 235 モニウムの分離度は3以上である。

236 システムの再現性：標準溶液25 µLにつき、上記の条件
 237 で試験を5回繰り返すとき、アンモニウムのピーク面
 238 積の相対標準偏差は10%以下である。

239 定量法

240 (1) タンパク質含量 本品1 mLを正確に量り、水を加え
 241 て正確に10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用ウシ血清
 242 アルブミン約50 mgを精密に量り、1 mL中に正確にアルブ
 243 ミン50 µg、100 µg、150 µgを含む液となるように水を加え
 244 て標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料溶
 245 液及び標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 1 mLずつ
 246 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
 247 銅試液2.5 mLを正確に加えて振り混ぜ、15分間放置する。
 248 次に水2.5 mL及び希フオリン試液0.5 mLを正確に加え、
 249 37℃で30分間放置する。これらの液につき、水1 mLを用い
 250 て同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法
 251 (2.24)により試験を行い、波長750 nmにおける吸光度を測
 252 定する。標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)の吸光度
 253 から作成した検量線を用いて、タンパク質量を求める。

254 (2) 比活性 本品0.1 mLを正確に量り、セルモロイキン
 255 用培養液0.9 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にイン
 256 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
 257 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
 258 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
 259 当たり $3 \times 10^5 \sim 5 \times 10^5$ 個のインターロイキン-2依存性マ
 260 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
 261 対し等容量加える。インターロイキン-2依存性マウスナ
 262 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
 263 混合したものを対照液とする。これらの液を37℃で16～24
 264 時間培養する。その後、3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-
 265 イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム臭化物試液
 266 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
 267 4～6時間培養し、更に、ラウリル硫酸ナトリウム試液をセ
 268 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
 269 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、
 270 紫外可視吸光度測定法 (2.24)により試験を行い、波長590
 271 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
 272 当たり1000～2000単位を加えた場合の吸光度を100%とし、
 273 対照液の吸光度を0%として、50%の吸光度を示すインター
 274 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
 275 求め、 B/A 値にインターロイキン-2標準品の単位数を乗
 276 じ、本品1 mL中の生物学的活性を求める。タンパク質含量
 277 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
 278 出する。

279 貯法

280 保存条件 -20℃以下で保存する。

281 容器 気密容器。

1 結晶セルロース

2 Microcrystalline Cellulose

3 [9004-34-6, セルロース]

4 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
5 各条である。

6 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
7 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
8 「[◆]」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
9 することとした項は「[◇]」で囲むことにより示す。

10 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
11 品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している。

12 本品は繊維性植物からパルプとして得た α -セルロース
13 を酸で部分的に解重合し、精製したものである。

14 本品には[◇]平均重合度、乾燥減量値及び[◇]かさ密度を範囲
15 で表示する。

16 [◆]性状 本品は白色の結晶性の粉末で、流動性がある。

17 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん
18 ど溶けない。

19 本品は水酸化ナトリウム試液を加えて加熱するとき、膨潤
20 する。[◆]

21 確認試験

22 (1) 塩化亜鉛20 g及びヨウ化カリウム6.5 gを水10.5 mLに
23 溶かし、ヨウ素0.5 gを加えて15分間振り混ぜる。この液2
24 mL中に本品約10 mgを時計皿上で分散するとき、分散物は
25 青紫色を呈する。

26 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の
27 ATR法により試験を行い、本品のスペクトルと確認試験用
28 結晶セルロース標準品のスペクトルを比較するとき、両者の
29 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。
30 ただし、本品のスペクトルにおいて、波数800 ~ 825 cm^{-1} 及
31 び950 ~ 1000 cm^{-1} に吸収を認めた場合は、その吸収を比較
32 に用いない。

33 (3) 本品約1.3 gを精密に量り、125 mLの三角フラスコに
34 入れ、水25 mL及び1 mol/L銅エチレンジアミン試液25 mL
35 をそれぞれ正確に加える。直ちに窒素を通じ、密栓した後、
36 振とう機を用いて振り混ぜながら溶かす。この液適量を正確
37 に量り、25±0.1℃で粘度測定法第1法(2.53)により、粘度
38 計の概略の定数(K)が0.03の毛細管粘度計を用いて試験を行
39 い、動粘度 ν を求める。別に水25 mL及び1 mol/L銅エチレ
40 ンジアミン試液25 mLをそれぞれ正確に量り、その混液につ
41 いて同様の方法で、粘度計の概略の定数(K)が0.01の毛細管
42 粘度計を用いて試験を行い、動粘度 ν_0 を求める。

43 次式により、本品の相対粘度 η_{rel} を求める。

$$44 \quad \eta_{\text{rel}} = \nu / \nu_0$$

45 次の表により、この相対粘度 η_{rel} から極限粘度 $[\eta]$
46 (mL/g)と濃度 C (g/100 mL)の積 $[\eta]C$ を求め、次式により
47 平均重合度 P を計算するとき、 P は350以下であり、[◇]かつ
48 表示範囲内[◇]である。

$$49 \quad P = 95 [\eta] C / M_t$$

50 M_t : 乾燥物に換算した本品の秤取量(g)

51 pH(2.54) 本品5.0 gに水40 mLを加え、20分間振り混ぜた
52 後、遠心分離して得た上澄液のpHは5.0 ~ 7.5である。

53 純度試験

54 (1) 水可溶物 本品5.0 gに水80 mLを加え、10分間振り
55 混ぜた後、定量分析用ろ紙(5種C)を用いて吸引ろ過する。ろ
56 液を質量既知のビーカー中で焦がさないように蒸発乾固した
57 後、105℃で1時間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、
58 質量を量るとき、残留物は12.5 mg以下である。同様の方法
59 で空試験を行い、補正する。

60 (2) ジエチルエーテル可溶物 本品10.0 gを内径約20 mm
61 のクロマトグラフィー管に入れ、過酸化水素を含まないジエチ
62 ルエーテル50 mLをこのカラムに流す。溶出液をあらかじめ
63 乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する。残留物を
64 105℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量
65 を量るとき、残留物は5.0 mg以下である。同様の方法で空
66 試験を行い、補正する。

67 導電率(2.51) pHの項で得た上澄液を試料溶液とし、25±
68 0.1℃で試験を行い、試料溶液の導電率を求める。同様に操
69 作し、試料溶液の調製に用いた水の導電率を求める。両者の
70 導電率を比較するとき、その差は75 $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下である。

71 乾燥減量(2.41) 7.0%以下であり、[◇]かつ表示範囲内[◇](1 g,
72 105℃, 3時間)。

73 強熱残分(2.44) 0.1%以下(2 g)。

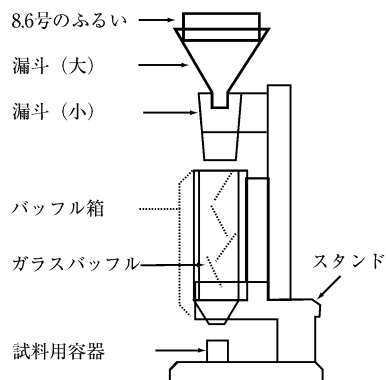
74 かさ密度

75 (i) 装置 図に示すボリュームメーターを用いる。ボリュ
76 ームメーターの最上部には、8.6号(2000 μm)のふるいを取り
77 付ける。漏斗は、四つのガラス製バップル板が付いたバツ
78 フル箱の上に取り付けられている。試料を四つのガラス製
79 バップル板の上を滑り落としながら落下させる。落下した試
80 料は、バップル箱の底に取り付けられたシュートにより試料
81 用容器に集められる。

82 (ii) 操作法 あらかじめ、内径30.0±2.0 mm、内容積25.0
83 ±0.05 mLの真鍮製又はステンレス製の試料用容器の質量を
84 精密に量り、ボリュームメーターのシュートの下に置く。ボ
85 リュームメーターの漏斗の上縁より5.1 cmの高さから、ふる
86 いに本品をその網目を詰まらせないようにゆっくりと加え、
87 ふるわれた試料が試料用容器からあふれ出るまで流し込む。
88 ふるいの網目が詰まったら、ふるいをはずす。試料があふれ
89 たら、直ちにスライドガラスを用いて過量分をすり落とした
90 後、その質量を精密に量る。この値から内容物の質量を求め、
91 次式によりかさ密度を求めるとき、その値は表示範囲内であ
92 る。

$$93 \quad \text{かさ密度}(\text{g}/\text{cm}^3) = A / 25$$

94 A : 測定された試料の質量(g)



96 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
 97 基準は 10^3 CFU, 総真菌数の許容基準は 10^2 CFUである。ま
 98 た, 大腸菌, サルモネラ, 緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を認め
 99 ない。

100 ◆貯法 容器 気密容器. ◆

101

102

103

104

相対粘度 η_{rel} から極限粘度との濃度の積 $[\eta] C$ を求める表

η_{rel}	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
1.1	0.098	0.106	0.115	0.125	0.134	0.143	0.152	0.161	0.170	0.180
1.2	0.189	0.198	0.207	0.216	0.225	0.233	0.242	0.250	0.259	0.268
1.3	0.276	0.285	0.293	0.302	0.310	0.318	0.326	0.334	0.342	0.350
1.4	0.358	0.367	0.375	0.383	0.391	0.399	0.407	0.414	0.422	0.430
1.5	0.437	0.445	0.453	0.460	0.468	0.476	0.484	0.491	0.499	0.507
1.6	0.515	0.522	0.529	0.536	0.544	0.551	0.558	0.566	0.573	0.580
1.7	0.587	0.595	0.602	0.608	0.615	0.622	0.629	0.636	0.642	0.649
1.8	0.656	0.663	0.670	0.677	0.683	0.690	0.697	0.704	0.710	0.717
1.9	0.723	0.730	0.736	0.743	0.749	0.756	0.762	0.769	0.775	0.782
2.0	0.788	0.795	0.802	0.809	0.815	0.821	0.827	0.833	0.840	0.846
2.1	0.852	0.858	0.864	0.870	0.876	0.882	0.888	0.894	0.900	0.906
2.2	0.912	0.918	0.924	0.929	0.935	0.941	0.948	0.953	0.959	0.965
2.3	0.971	0.976	0.983	0.988	0.994	1.000	1.006	1.011	1.017	1.022
2.4	1.028	1.033	1.039	1.044	1.050	1.056	1.061	1.067	1.072	1.078
2.5	1.083	1.089	1.094	1.100	1.105	1.111	1.116	1.121	1.126	1.131
2.6	1.137	1.142	1.147	1.153	1.158	1.163	1.169	1.174	1.179	1.184
2.7	1.190	1.195	1.200	1.205	1.210	1.215	1.220	1.225	1.230	1.235
2.8	1.240	1.245	1.250	1.255	1.260	1.265	1.270	1.275	1.280	1.285
2.9	1.290	1.295	1.300	1.305	1.310	1.314	1.319	1.324	1.329	1.333
3.0	1.338	1.343	1.348	1.352	1.357	1.362	1.367	1.371	1.376	1.381
3.1	1.386	1.390	1.395	1.400	1.405	1.409	1.414	1.418	1.423	1.427
3.2	1.432	1.436	1.441	1.446	1.450	1.455	1.459	1.464	1.468	1.473
3.3	1.477	1.482	1.486	1.491	1.496	1.500	1.504	1.508	1.513	1.517
3.4	1.521	1.525	1.529	1.533	1.537	1.542	1.546	1.550	1.554	1.558
3.5	1.562	1.566	1.570	1.575	1.579	1.583	1.587	1.591	1.595	1.600
3.6	1.604	1.608	1.612	1.617	1.621	1.625	1.629	1.633	1.637	1.642
3.7	1.646	1.650	1.654	1.658	1.662	1.666	1.671	1.675	1.679	1.683
3.8	1.687	1.691	1.695	1.700	1.704	1.708	1.712	1.715	1.719	1.723
3.9	1.727	1.731	1.735	1.739	1.742	1.746	1.750	1.754	1.758	1.762
4.0	1.765	1.769	1.773	1.777	1.781	1.785	1.789	1.792	1.796	1.800
4.1	1.804	1.808	1.811	1.815	1.819	1.822	1.826	1.830	1.833	1.837
4.2	1.841	1.845	1.848	1.852	1.856	1.859	1.863	1.867	1.870	1.874
4.3	1.878	1.882	1.885	1.889	1.893	1.896	1.900	1.904	1.907	1.911
4.4	1.914	1.918	1.921	1.925	1.929	1.932	1.936	1.939	1.943	1.946
4.5	1.950	1.954	1.957	1.961	1.964	1.968	1.971	1.975	1.979	1.982
4.6	1.986	1.989	1.993	1.996	2.000	2.003	2.007	2.010	2.013	2.017
4.7	2.020	2.023	2.027	2.030	2.033	2.037	2.040	2.043	2.047	2.050
4.8	2.053	2.057	2.060	2.063	2.067	2.070	2.073	2.077	2.080	2.083
4.9	2.087	2.090	2.093	2.097	2.100	2.103	2.107	2.110	2.113	2.116
5.0	2.119	2.122	2.125	2.129	2.132	2.135	2.139	2.142	2.145	2.148
5.1	2.151	2.154	2.158	2.160	2.164	2.167	2.170	2.173	2.176	2.180
5.2	2.183	2.186	2.190	2.192	2.195	2.197	2.200	2.203	2.206	2.209
5.3	2.212	2.215	2.218	2.221	2.224	2.227	2.230	2.233	2.236	2.240
5.4	2.243	2.246	2.249	2.252	2.255	2.258	2.261	2.264	2.267	2.270
5.5	2.273	2.276	2.279	2.282	2.285	2.288	2.291	2.294	2.297	2.300
5.6	2.303	2.306	2.309	2.312	2.315	2.318	2.320	2.324	2.326	2.329
5.7	2.332	2.335	2.338	2.341	2.344	2.347	2.350	2.353	2.355	2.358
5.8	2.361	2.364	2.367	2.370	2.373	2.376	2.379	2.382	2.384	2.387
5.9	2.390	2.393	2.396	2.400	2.403	2.405	2.408	2.411	2.414	2.417
6.0	2.419	2.422	2.425	2.428	2.431	2.433	2.436	2.439	2.442	2.444
6.1	2.447	2.450	2.453	2.456	2.458	2.461	2.464	2.467	2.470	2.472
6.2	2.475	2.478	2.481	2.483	2.486	2.489	2.492	2.494	2.497	2.500
6.3	2.503	2.505	2.508	2.511	2.513	2.516	2.518	2.521	2.524	2.526
6.4	2.529	2.532	2.534	2.537	2.540	2.542	2.545	2.547	2.550	2.553
6.5	2.555	2.558	2.561	2.563	2.566	2.568	2.571	2.574	2.576	2.579
6.6	2.581	2.584	2.587	2.590	2.592	2.595	2.597	2.600	2.603	2.605
6.7	2.608	2.610	2.613	2.615	2.618	2.620	2.623	2.625	2.627	2.630
6.8	2.633	2.635	2.637	2.640	2.643	2.645	2.648	2.650	2.653	2.655
6.9	2.658	2.660	2.663	2.665	2.668	2.670	2.673	2.675	2.678	2.680

相対粘度 η_{rel} から極限粘度との濃度の積 $[\eta] C$ を求める表(続き)

η_{rel}	$[\eta] C$									
	0.00	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
7.0	2.683	2.685	2.687	2.690	2.693	2.695	2.698	2.700	2.702	2.705
7.1	2.707	2.710	2.712	2.714	2.717	2.719	2.721	2.724	2.726	2.729
7.2	2.731	2.733	2.736	2.738	2.740	2.743	2.745	2.748	2.750	2.752
7.3	2.755	2.757	2.760	2.762	2.764	2.767	2.769	2.771	2.774	2.776
7.4	2.779	2.781	2.783	2.786	2.788	2.790	2.793	2.795	2.798	2.800
7.5	2.802	2.805	2.807	2.809	2.812	2.814	2.816	2.819	2.821	2.823
7.6	2.826	2.828	2.830	2.833	2.835	2.837	2.840	2.842	2.844	2.847
7.7	2.849	2.851	2.854	2.856	2.858	2.860	2.863	2.865	2.868	2.870
7.8	2.873	2.875	2.877	2.879	2.881	2.884	2.887	2.889	2.891	2.893
7.9	2.895	2.898	2.900	2.902	2.905	2.907	2.909	2.911	2.913	2.915
8.0	2.918	2.920	2.922	2.924	2.926	2.928	2.931	2.933	2.935	2.937
8.1	2.939	2.942	2.944	2.946	2.948	2.950	2.952	2.955	2.957	2.959
8.2	2.961	2.963	2.966	2.968	2.970	2.972	2.974	2.976	2.979	2.981
8.3	2.983	2.985	2.987	2.990	2.992	2.994	2.996	2.998	3.000	3.002
8.4	3.004	3.006	3.008	3.010	3.012	3.015	3.017	3.019	3.021	3.023
8.5	3.025	3.027	3.029	3.031	3.033	3.035	3.037	3.040	3.042	3.044
8.6	3.046	3.048	3.050	3.052	3.054	3.056	3.058	3.060	3.062	3.064
8.7	3.067	3.069	3.071	3.073	3.075	3.077	3.079	3.081	3.083	3.085
8.8	3.087	3.089	3.092	3.094	3.096	3.098	3.100	3.102	3.104	3.106
8.9	3.108	3.110	3.112	3.114	3.116	3.118	3.120	3.122	3.124	3.126
9.0	3.128	3.130	3.132	3.134	3.136	3.138	3.140	3.142	3.144	3.146
9.1	3.148	3.150	3.152	3.154	3.156	3.158	3.160	3.162	3.164	3.166
9.2	3.168	3.170	3.172	3.174	3.176	3.178	3.180	3.182	3.184	3.186
9.3	3.188	3.190	3.192	3.194	3.196	3.198	3.200	3.202	3.204	3.206
9.4	3.208	3.210	3.212	3.214	3.215	3.217	3.219	3.221	3.223	3.225
9.5	3.227	3.229	3.231	3.233	3.235	3.237	3.239	3.241	3.242	3.244
9.6	3.246	3.248	3.250	3.252	3.254	3.256	3.258	3.260	3.262	3.264
9.7	3.266	3.268	3.269	3.271	3.273	3.275	3.277	3.279	3.281	3.283
9.8	3.285	3.287	3.289	3.291	3.293	3.295	3.297	3.298	3.300	3.302
9.9	3.304	3.305	3.307	3.309	3.311	3.313	3.316	3.318	3.320	3.321
	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9
10	3.32	3.34	3.36	3.37	3.39	3.41	3.43	3.45	3.46	3.48
11	3.50	3.52	3.53	3.55	3.56	3.58	3.60	3.61	3.63	3.64
12	3.66	3.68	3.69	3.71	3.72	3.74	3.76	3.77	3.79	3.80
13	3.80	3.83	3.85	3.86	3.88	3.89	3.90	3.92	3.93	3.95
14	3.96	3.97	3.99	4.00	4.02	4.03	4.04	4.06	4.07	4.09
15	4.10	4.11	4.13	4.14	4.15	4.17	4.18	4.19	4.20	4.22
16	4.23	4.24	4.25	4.27	4.28	4.29	4.30	4.31	4.33	4.34
17	4.35	4.36	4.37	4.38	4.39	4.41	4.42	4.43	4.44	4.45
18	4.46	4.47	4.48	4.49	4.50	4.52	4.53	4.54	4.55	4.56
19	4.57	4.58	4.59	4.60	4.61	4.62	4.63	4.64	4.65	4.66

1 粉末セルロース

2 Powdered Cellulose

3 [9004-34-6, セルロース]

4 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
5 各条である。

6 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
7 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
8 「◆、◇」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
9 することとした項は「◇、◇」で囲むことにより示す。

10 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
11 品医療機器総合機構のウェブサイトに掲載している。

12 本品は繊維性植物からパルプとして得た α -セルロース
13 を、◇必要に応じて、部分的加水分解などの◇処理を行った
14 後、精製し、機械的に粉碎したものである。

15 ◆本品には平均重合度を範囲で表示する。◆

16 ◆性状 本品は白色の粉末である。

17 本品は水、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとん
18 ど溶けない。◆

19 確認試験

20 (1) 塩化亜鉛20 g及びヨウ化カリウム6.5 gを水10.5 mLに
21 溶かし、ヨウ素0.5 gを加えて15分間振り混ぜる。この液2
22 mL中に本品約10 mgを時計皿上で分散するとき、分散物は
23 青紫色を呈する。

24 ◇(2) 本品30 gに水270 mLを加え、かき混ぜ機を用いて高
25 速度(毎分18000回転以上)で5分間かき混ぜた後、その100
26 mLを100 mLのメスシリンダーに入れ、1時間放置するとき、
27 液は分離し、上澄液と沈殿を生じる。◇

28 (3) 本品約0.25 gを精密に量り、125 mLの三角フラスコ
29 に入れ、水25 mL及び1 mol/L銅エチレンジアミン試液25
30 mLをそれぞれ正確に加える。以下「結晶セルロース」の確
31 認試験(3)を準用して試験を行うとき、平均重合度 P は440よ
32 り大きく、◆かつ表示範囲内である。◆

33 pH (2.54) 本品10 gに水90 mLを加え、時々振り混ぜなが
34 ら、1時間放置するとき、上澄液のpHは5.0～7.5である。

35 純度試験

36 (1) 水可溶物 本品6.0 gに新たに煮沸して冷却した水90
37 mLを加え、10分間時々振り混ぜた後、ろ紙を用いて吸引ろ
38 過し、初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を必要ならば再び
39 同じろ紙を用いて吸引ろ過し、澄明なろ液15.0 mLを質量既
40 知の蒸発皿にとる。内容物を焦がさないように蒸発乾固し、
41 残留物を105℃で1時間乾燥し、デシケーター中で放冷した
42 後、質量を量るとき、その量は15.0 mg以下である(1.5%)。
43 同様の方法で空試験を行い、補正する。

44 (2) ジエチルエーテル可溶物 本品10.0 gを内径約20 mm
45 のクロマトグラフィー管に入れ、過酸化物を含まないジエチ
46 ルエーテル50 mLをこのカラムに流す。溶出液をあらかじめ
47 乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する。残留物を
48 105℃で30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量
49 を量るとき、残留物は15.0 mg以下である(0.15%)。同様の

50 方法で空試験を行い、補正する。

51 乾燥減量 (2.41) 6.5%以下(1 g, 105℃, 3時間)。

52 強熱残分 (2.44) 0.3%以下(1 g, 乾燥物換算)。

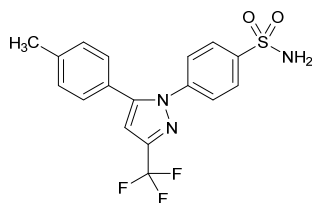
53 ◆微生物限度 (4.05) 本品1 g当たり、総好気性微生物数の許
54 容基準は 10^3 CFU、総真菌数の許容基準は 10^2 CFUである。

55 また、大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を認
56 めない。◆

57 ◆貯法 容器 気密容器。◆

1 セレコキシブ

2 Celecoxib

4 $C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$: 381.37

5 4-[5-(4-Methylphenyl)-3-(trifluoromethyl)-1H-

6 pyrazol-1-yl]benzenesulfonamide

7 [169590-42-5]

8 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セレコキシ
9 ブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$) 98.0 ~ 102.0%を含む。

10 性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

11 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや
12 溶けやすく、水にほとんど溶けない。

13 融点：161 ~ 164℃

14 本品は結晶多形が認められる。

15 確認試験

16 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視
17 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
18 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセレコキシブ標準
19 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
20 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
21 収を認める。

22 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
23 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
24 品の参照スペクトル又はセレコキシブ標準品のスペクトルを
25 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
26 の強度の吸収を認める。

27 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
28 にセレコキシブ標準品約50 mgを精密に量り、メタノール/
29 水混液(3 : 1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mL
30 を正確に量り、メタノール/水混液(3 : 1)を加えて正確に
31 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25
32 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
33 (2.01) により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積 A_T 及
34 び標準溶液のセレコキシブのピーク面積 A_S を自動積分法に
35 より測定し、次式により類縁物質の量を求めるとき、セレコ
36 キシブに対する相対保持時間約0.94の類縁物質Aの量は
37 0.4%以下であり、類縁物質A以外の類縁物質の量はそれぞ
38 れ0.10%以下である。また、類縁物質の合計量は0.5%以下
39 である。

40 類縁物質の量(%)= $M_S/M_T \times A_T/A_S$ 41 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)42 M_T : 本品の秤取量(mg)

43 試験条件

44 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
45 の試験条件を準用する。

46 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセレコキシブの保
47 持時間の約1.5倍までの範囲

48 システム適合性

49 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
50 ム適合性を準用する。

51 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、メタノール
52 /水混液(3 : 1)を加えて正確に100 mLとする。この
53 液25 μ Lから得たセレコキシブのピーク面積が、標準
54 溶液のセレコキシブのピーク面積の3.5 ~ 6.5%にな
55 ることを確認する。

56 水分 (2.48) 0.5%以下(0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

57 強熱残分 (2.44) 0.2%以下(1.0 g, 白金ろつぽ)。

58 定量法 本品及びセレコキシブ標準品約50 mgずつを精密に量
59 り、それぞれをメタノール/水混液(3 : 1)に溶かし、正確に
60 100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び
61 標準溶液25 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマト
62 グラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のセレ
63 コキシブのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

64 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg)= $M_S \times A_T/A_S$ 65 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

66 試験条件

67 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：215 nm)

68 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
69 μ mの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲ
70 ルを充填する。

71 カラム温度：60℃付近の一定温度

72 移動相：0.02 mol/Lのリン酸二水素カリウム試液にリン
73 酸を加えてpH 3.0に調整する。この液600 mLに液体
74 クロマトグラフィー用メタノール300 mL及び液体ク
75 ロマトグラフィー用アセトニトリル100 mLを加える。
76 流量：セレコキシブの保持時間が約22分になるように
77 調整する。

78 システム適合性

79 システムの性能：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で
80 操作するとき、セレコキシブのピークの理論段数及び
81 シンメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下
82 である。

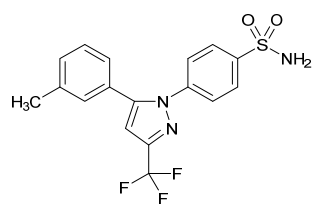
83 システムの再現性：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件
84 で試験を6回繰り返すとき、セレコキシブのピーク面
85 積の相対標準偏差は1.0%以下である。

86 貯法 容器 密閉容器。

87 その他

88 類縁物質A：4-[5-(3-Methylphenyl)-3-(trifluoromethyl)-

89 1*H*-pyrazol-1-yl]benzenesulfonamide



90

1 セレコキシブ錠

2 Celecoxib Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応する
4 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$: 381.37)を含む。

5 製法 本品は「セレコキシブ」をとり、錠剤の製法により製す
6 る。

7 確認試験 本品を粉末とし、「セレコキシブ」50 mgに対応す
8 る量をとり、メタノール70 mLを加え、振り混ぜた後、メ
9 ノールを加えて100 mLとし、遠心分離する。上澄液1 mLに
10 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
11 測定法〈2.24〉により吸収スペクトルを測定するとき、波長
12 250～254 nmに吸収の極大を示す。

13 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
14 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

15 本品1個をとり、アセトニトリル／水混液(3:1) 7V/10
16 mLを加え、錠剤が崩壊するまでよく振り混ぜた後、1 mL中
17 にセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)約0.4 mgを含む液となるよ
18 うにアセトニトリル／水混液(3:1)を加えて正確にV mLと
19 する。この液を遠心分離し、上澄液5 mLを正確に量り、内
20 標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／水混液(3:
21 1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用
22 する。

23 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg)

24 $=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 50$

25 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

26 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのアセトニトリ
27 ル／水混液(3:1)溶液(1→2000)

28 溶出性〈6.10〉 試験液にポリソルベート80 5 gに溶出試験第2液
29 を加えて1000 mLとした液900 mLを用い、パドル法により、
30 毎分50回転で試験を行うとき、本品の100 mg錠の45分間の
31 溶出率は80%以上であり、200 mg錠の45分間の溶出率は
32 75%以上である。

33 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
34 20 mL以上をとり、孔径0.45 μm以下のメンブランフィルタ
35 ーでろ過する。初めのろ液 10 mL 以上を除き、次のろ液V
36 mLを正確に量り、1 mL中にセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)
37 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
38 とし、試料溶液とする。別にセレコキシブ標準品約14 mgを
39 精密に量り、アセトニトリル2 mLを加えて溶かし、試験液
40 を加えて正確に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
41 試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶
42 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
43 測定法〈2.24〉により試験を行い、波長260 nmにおける吸光
44 度 A_T 及び A_S を測定する。

45
46 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の表示量に対する溶出率(%)

47 $=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 72$

48 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

49 C: 1錠中のセレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の表示量(mg)

50 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末

51 とする。セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)約0.1 gに対応する量
52 を精密に量り、アセトニトリル／水混液(3:1) 140 mLを加
53 えてよく振り混ぜた後、アセトニトリル／水混液(3:1)を加
54 えて正確に200 mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLを正確
55 に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／
56 水混液(3:1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。別にセ
57 レコキシブ標準品約25 mgを精密に量り、アセトニトリル／
58 水混液(3:1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを
59 正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリ
60 ル／水混液(3:1)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。試
61 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
62 グラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液の内標
63 準物質のピーク面積に対するセレコキシブのピーク面積の比
64 Q_T 及び Q_S を求める。

65 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg) $= M_S \times Q_T / Q_S \times 4$

66 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)

67 内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのアセトニトリ
68 ル／水混液(3:1)溶液(1→2000)

69 試験条件

70 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 215 nm)

71 カラム: 内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
72 μmの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲ
73 ルを充填する。

74 カラム温度: 60℃付近の一定温度

75 移動相: 0.02 mol/Lのリン酸二水素カリウム試液にリン
76 酸を加えてpH 3.0に調整する。この液600 mLに液体
77 クロマトグラフィー用メタノール300 mL及び液体ク
78 ロマトグラフィー用アセトニトリル100 mLを加える。
79 流量: セレコキシブの保持時間が約22分になるように
80 調整する。

81 システム適合性

82 システムの性能: 標準溶液25 μLにつき、上記の条件で
83 操作するとき、内標準物質、セレコキシブの順に溶出
84 し、その分離度は10以上である。

85 システムの再現性: 標準溶液25 μLにつき、上記の条件
86 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
87 に対するセレコキシブのピーク面積の比の相対標準偏
88 差は1.0%以下である。

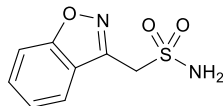
89 貯法 容器 気密容器。

90

91

1 ゾニサミド

2 Zonisamide

4 $C_8H_8N_2O_3S$: 212.23

5 1,2-Benzisoxazol-3-ylmethanesulfonamide

6 [68291-97-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、ゾニサミド
8 ($C_8H_8N_2O_3S$) 98.0 ~ 101.0%を含む。

9 性状 本品は白色～微黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

10 本品はアセトン又はテトラヒドロフランに溶けやすく、メ
11 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、
12 水に極めて溶けにくい。

13 確認試験

14 (1) 本品のメタノール溶液(3→200000)につき、紫外可視
15 吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定し、本品
16 のスペクトルと本品の参照スペクトル又はゾニサミド標準品
17 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、
18 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
19 認める。

20 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の
21 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
22 本品の参照スペクトル又は乾燥したゾニサミド標準品のスペ
23 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
24 に同様の強度の吸収を認める。

25 融点 (2.60) 164 ~ 168℃

26 純度試験

27 (1) 塩化物 (1.03) 本品1.0 gをアセトン30 mLに溶かし、
28 希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、
29 試験を行う。比較液は0.01 mol/L塩酸1.0 mLにアセトン30
30 mL、希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.036%以下)。

31 (2) 硫酸塩 (1.14) 本品1.0 gをアセトン30 mLに溶かし、
32 希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液とし、
33 試験を行う。比較液は0.005 mol/L硫酸1.0 mLにアセトン30
34 mL、希塩酸1 mL及び水を加えて50 mLとする(0.048%以下)。

35 (3) 類縁物質 本品25 mgをテトラヒドロフラン8 mLに
36 溶かし、水を加えて50 mLとし、試料溶液とする。この液1
37 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に200 mLとし、標準
38 溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、
39 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
40 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
41 定するとき、試料溶液のゾニサミド以外のピークの面積は、
42 標準溶液のゾニサミドのピーク面積の1/5より大きくない。

43 試験条件

44 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
45 の試験条件を準用する。

46 面積測定範囲：溶媒のピークの後からゾニサミドの保持

47 時間の約2倍までの範囲

48 システム適合性

49 検出の確認：標準溶液3 mLを正確に量り、移動相を加え
50 て正確に50 mLとする。この液10 μ Lから得たゾニサミ
51 ドのピーク面積が、標準溶液のピーク面積の4.2 ~ 7.8%
52 になることを確認する。

53 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
54 操作するとき、ゾニサミドの理論段数及びシンメトリ
55 ー係数は、それぞれ8000段以上、1.5以下である。

56 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
57 で試験を6回繰り返すとき、ゾニサミドのピーク面積
58 の相対標準偏差は2.0%以下である。

59 乾燥減量 (2.41) 0.5%以下(1 g, 105℃, 3時間)。

60 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

61 定量法 本品を乾燥し、その約0.1 gを精密に量り、メタノー
62 ルに溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量
63 り、内標準溶液5 mLを正確に加えた後、移動相を加えて100
64 mLとし、試料溶液とする。別にゾニサミド標準品を乾燥し、
65 その約50 mgを精密に量り、メタノールに溶かし、正確に50
66 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを
67 正確に加えた後、移動相を加えて100 mLとし、標準溶液と
68 する。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体
69 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質
70 のピーク面積に対するゾニサミドのピーク面積の比 Q_T 及び
71 Q_S を求める。

72 ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の量(mg) = $M_S \times Q_T / Q_S \times 2$ 73 M_S : ゾニサミド標準品の秤取量(mg)

74 内標準溶液 4-アミノアセトフェノンのメタノール溶液
75 (1→1000)

76 試験条件

77 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：239 nm)

78 カラム：内径5 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
79 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
80 カゲルを充填する。

81 カラム温度：40℃付近の一定温度

82 移動相：水/テトラヒドロフラン混液(5 : 1)

83 流量：ゾニサミドの保持時間が約11分になるように調
84 整する。

85 システム適合性

86 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
87 操作するとき、内標準物質、ゾニサミドの順に溶出し、
88 その分離度は5以上である。

89 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
90 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
91 に対するゾニサミドのピーク面積の比の相対標準偏差
92 は1.0%以下である。

93 貯法 容器 気密容器。

1 ゾニサミド錠

2 Zonisamide Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0 ~ 105.0%に対応する
4 ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$: 212.23)を含む。

5 **製法** 本品は「ゾニサミド」をとり、錠剤の製法により製する。

6 **確認試験** 定量法で得た試料溶液5 mLにメタノール5 mLを加
7 えた液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収ス
8 ペクトルを測定するとき、波長237 ~ 241 nm, 243 ~ 247
9 nm及び282 ~ 286 nmに吸収の極大を示す。

10 **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
11 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

12 本品1個をとり、水 $V/25$ mLを加え、超音波処理により
13 完全に崩壊させた後、メタノール $7V/10$ mLを加えて15分
14 間振り混ぜ、更に1 mL中にゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約0.5
15 mgを含む液となるようにメタノールを加えて正確に V mL
16 とする。この液を遠心分離し、上澄液3 mLを正確に量り、
17 メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。
18 以下定量法を準用する。

19 ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の量(mg)= $M_S \times A_T/A_S \times V/75$

20 M_S : ゾニサミド標準品の秤取量(mg)

21 **溶出性** (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
22 毎分50回転で試験を行うとき、25 mg錠の45分間の溶出率
23 は75%以上であり、100 mg錠の10分間及び45分間の溶出率
24 はそれぞれ65%以下及び70%以上である。

25 本品1個をとり、試験を開始し、25 mg錠では規定された
26 時間に溶出液20 mL以上をとる。100 mg錠では規定された
27 時間にそれぞれ溶出液20 mLを正確にとり、直ちに $37 \pm$
28 0.5°C に加温した水20 mLを正確に注意して補う。溶出液は
29 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
30 のろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V mLを正確に量り、1
31 mL中にゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約22 μg を含む液となるよう
32 に水を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とする。別にゾ
33 ニサミド標準品を 105°C で3時間乾燥し、その約22 mgを精
34 密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mL
35 を正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とす
36 る。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法
37 (2.24) により試験を行い、波長285 nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$
38 及び A_S を測定する。

39 n 回目の溶出液採取時におけるゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の表
40 示量に対する溶出率(%) ($n=1, 2$)

$$41 = M_S \times \left\{ \frac{A_{T(n)}}{A_S} + \sum_{i=1}^{n-1} \left(\frac{A_{T(i)}}{A_S} \times \frac{1}{45} \right) \right\} \times \frac{V'}{V} \times \frac{1}{C} \times 90$$

42 M_S : ゾニサミド標準品の秤取量(mg)

43 C : 1 錠中のゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の表示量(mg)

44 **定量法** 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
45 とする。ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約75 mgに対応する量を精
46 密に量り、水2 mLを加えて試料を潤した後、メタノール70

47 mLを加えて15分間振り混ぜ、更にメタノールを加えて正確
48 に100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液2 mLを正確
49 に量り、メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液と
50 する。別にゾニサミド標準品を 105°C で3時間乾燥し、その
51 約38 mgを精密に量り、水1 mL及びメタノールに溶かし、
52 正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メタノー
53 ルを加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
54 び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試
55 験を行い、波長284 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

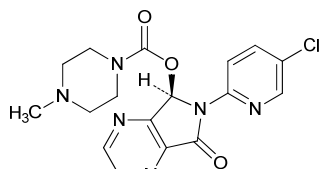
56 ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)の量(mg)= $M_S \times A_T/A_S \times 2$

57 M_S : ゾニサミド標準品の秤取量(mg)

58 **貯法** 容器 気密容器。

1 ゾピクロン

2 Zopiclone



3 及び鏡像異性体

4 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.815 (5*RS*)-6-(5-Chloropyridin-2-yl)-7-oxo-6,7-dihydro-5*H*-6 pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-yl 4-methylpiperazine-1-carboxylate

7 [43200-80-2]

8 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、ゾピクロン
9 ($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

10 **性状** 本品は白色～微黄色の結晶性の粉末である。

11 本品はエタノール(99.5)に溶けにくく、水にほとんど溶け
12 ない。

13 本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける。

14 本品は光によって徐々に微褐色となる。

15 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→40)は旋光性を示さない。

16 融点：175 ~ 178℃

17 本品は結晶多形が認められる。

18 **確認試験**

19 (1) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫
20 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、
21 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、
22 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
23 認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
25 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
26 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
27 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
28 のスペクトルに差を認めるときは、本品を本品の21倍量の2
29 -プロパノールに溶かし、還流冷却器を付けて15分間加熱
30 した後、徐々に冷却して5℃以下とする。2時間以上温度を
31 保った後、ろ過し、残留物を2-プロパノールで洗浄し、乾
32 燥したものにつき、同様の試験を行う。

33 **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
34 品40 mgを移動相100 mLに溶かし、試料溶液とする。この
35 液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、
36 標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lずつを正確に
37 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試
38 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
39 より測定するとき、試料溶液のゾピクロンに対する相対保持
40 時間約0.1の類縁物質A、約0.2の類縁物質B、約0.5の類縁物
41 質C、約0.9の類縁物質Dのピーク面積は、標準溶液のゾピクロ
42 ンピーク面積の1/10より大きくなく、試料溶液のゾピクロ
43 ン及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のゾピクロンの
44 ピーク面積の1/10より大きくない。ただし、類縁物質A及

45 び類縁物質Bのピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれ
46 ぞれ感度係数0.7及び0.6を乗じた値とする。

47 **試験条件**

48 検出器：紫外吸光度計(測定波長：303 nm)

49 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
50 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
51 化シリカゲルを充填する。

52 カラム温度：30℃付近の一定温度

53 移動相：リン酸二水素ナトリウム1.20 g及びラウリル硫
54 酸ナトリウム8.2 gを水1000 mLに溶かし、薄めたリン
55 酸(1→10)を加えてpH 3.5に調整する。この液620
56 mLにアセトニトリル380 mLを加えた後、8 mol/L水
57 酸化ナトリウム試液又は薄めたリン酸(1→10)を加え
58 てpH 4.0に調整する。

59 流量：毎分1.5 mL

60 面積測定範囲：溶媒のピークの後からゾピクロンの保持
61 時間の約1.5倍までの範囲

62 **システム適合性**

63 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、移動相を加
64 えて正確に20 mLとする。この液20 μ Lから得たゾピ
65 クロンのピーク面積が、標準溶液のゾピクロンのピー
66 ク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。

67 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
68 操作するとき、ゾピクロンのピークの理論段数及びシン
69 メトリー係数は、それぞれ7500段以上、1.5以下で
70 ある。

71 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
72 で試験を6回繰り返すとき、ゾピクロンのピーク面積
73 の相対標準偏差は3.0%以下である。

74 **乾燥減量** (2.41) 0.5%以下(2 g、減圧、100℃、24時間)。75 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(1 g)。

76 **定量法** 本品約0.3 gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液
77 (4 : 1) 50 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) す
78 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

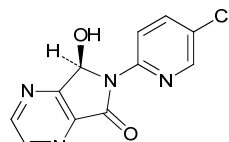
79 0.1 mol/L過塩素酸1 mL = 38.88 mg $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$ 80 **貯法**

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 密閉容器。

83 **その他**

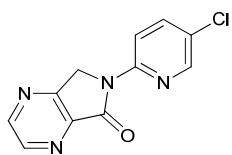
84 類縁物質A : (7*RS*)-6-(5-Chloropyridin-2-yl)-7-hydroxy-
85 6,7-dihydro-5*H*-pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-one



86 及び鏡像異性体

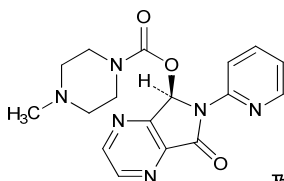
87 類縁物質B : 6-(5-Chloropyridin-2-yl)-6,7-dihydro-5*H*-

88 pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-one



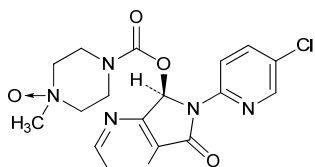
89

90 類縁物質C : (5*RS*)-7-Oxo-6-(pyridin-2-yl)-6,7-dihydro-5*H*-
91 pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-yl 4-methylpiperazine-1-carboxylate



92 及び鏡像異性体

93 類縁物質D : (5*RS*)-6-(5-Chloropyridin-2-yl)-7-oxo-6,7-
94 dihydro-5*H*-pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-yl 4-methylpiperazine-1-
95 carboxylate 4-oxide



96 及び鏡像異性体

1 ゾピクロン錠

2 Zopiclone Tablets

本品は定量するとき、表示量の95.0 ~ 105.0%に対応するゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.81)を含む。

製法 本品は「ゾピクロン」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、「ゾピクロン」30 mgに対応する量をとり、0.1 mol/L塩酸試液60 mLを加えてよく振り混ぜた後、0.1 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとし、ろ過する。ろ液2 mLをとり、0.1 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214 ~ 218 nm及び302 ~ 306 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、移動相を加え、時々振り混ぜながら超音波処理を行い、崩壊させた後、移動相を加えて正確に50 mLとし、孔径0.45 μ m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V mLを正確に量り、内標準溶液V'/10 mLを正確に加え、1 mL中にゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)約0.1 mgを含む液となるように移動相を加えてV' mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V' / V \times 1 / 10$$

M_S : 定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

内標準溶液 サリチル酸の移動相溶液(1→800)

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 μ m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中にゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)約8.3 μ g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。別に定量用ゾピクロン (別途「ゾピクロン」と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約21 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4 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304 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

M_S : 乾燥物に換算した定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

C: 1 錠中のゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量(mg)

定量法 本品20個をとり、移動相を加え、時々振り混ぜながら

超音波処理を行い、崩壊させた後、移動相を加えて正確に500 mLとし、孔径0.45 μ m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V mLを正確に量り、内標準溶液V'/10 mLを正確に加え、1 mL中にゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)約0.1 mgを含む液となるように移動相を加えてV' mLとし、試料溶液とする。別に定量用ゾピクロン (別途「ゾピクロン」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、移動相に溶かし、正確に20 mLとする。この液4 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100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するゾピクロンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

本品1個中のゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の量(mg)

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V' / V \times 1 / 20$$

M_S : 乾燥物に換算した定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

内標準溶液 サリチル酸の移動相溶液(1→800)

試験条件

検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 304 nm)

カラム: 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 30℃付近の一定温度

移動相: 薄めた酢酸(100)(57→5000) 378 mLに酢酸ナトリウム三水和物溶液(17→625) 222 mLを加えた液にアセトニトリル400 mLを加える。

流量: ゾピクロンの保持時間が約9.5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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、ゾピクロンの順に溶出し、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 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するゾピクロ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。

1 ソルビタンセスキオレイン酸エステル

2 Sorbitan Sesquioleate

3 本品は無水ソルビトールの水酸基の一部をオレイン酸でエ
4 ステル化したもので、モノエステル及びジエステルの混合物
5 である。

6 **性状** 本品は微黄色～淡黄褐色粘性の油状の液で、僅かに特異
7 なにおいがあり、味はやや苦い。

8 本品はジエチルエーテルに溶けやすく、エタノール(95)に
9 溶けにくく、メタノールに極めて溶けにくい。

10 本品は水に微細な油滴状となって分散する。

11 確認試験

12 (1) 本品0.5 gにエタノール(95) 5 mL及び希硫酸5 mLを加
13 え、水浴上で30分間加熱する。冷後、石油エーテル5 mLを
14 加えて振り混ぜ、静置した後、上層及び下層を分取する。下
15 層2 mLに新たに製したカテコール溶液(1→10) 2 mLを加え
16 て振り混ぜ、更に硫酸5 mLを加えて振り混ぜるとき、液は
17 赤色～赤褐色を呈する。

18 (2) (1)の上層を水浴上で加熱して石油エーテルを蒸発す
19 る。残留物に薄めた硝酸(1→2) 2 mLを加え、30～35℃でか
20 き混ぜながら亜硝酸カリウム0.5 gを加えるとき、液は白濁
21 し、これを冷却するとき、結晶が析出する。

22 **比重** (1.13) d_{25}^{25} : 0.960～1.020

23 **けん化価** (1.13) 150～168

24 **純度試験 酸** 本品2.0 gに中和エタノール50 mLを加え、水
25 浴上で1～2回振り混ぜながらほとんど沸騰するまで加熱す
26 る。冷後、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液4.3 mL及びフェノ
27 ールフタレイン試液5滴を加えるとき、液の色は赤色である。

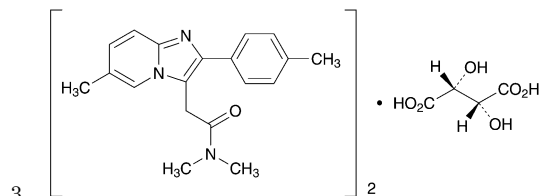
28 **水分** (2.48) 3.0%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定, 30分間
29 かき混ぜる)。

30 **強熱残分** (2.44) 1.0%以下(1 g)。

31 **貯法** 容器 気密容器。

1 ギルピデム酒石酸塩

2 Zolpidem Tartrate

4 (C₁₉H₂₁N₃O)₂ · C₄H₆O₆ : 764.875 *N,N*,6-Trimethyl-2-(4-6 methylphenyl)imidazo[1,2-*a*]pyridine-3-acetamide7 hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate

8 [99294-93-6]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ギルピデム
10 酒石酸塩[(C₁₉H₂₁N₃O)₂ · C₄H₆O₆] 98.5 ~ 101.0%を含む。

11 性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

12 本品は酢酸(100)に溶けやすく、*N,N*-ジメチルホルムア
13 ミド又はメタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、
14 エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい。

15 本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける。

16 本品は光によって徐々に黄色となる。

17 旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: 約+1.8° (1 g, *N,N*-ジメチルホルムア
18 ミド, 20 mL, 100 mm)。

19 確認試験

20 (1) 本品50 mgを酢酸(100) 5 mLに溶かし、ドラーゲンド
21 ルフ試液3滴を加えるとき、橙色の沈殿を生じる。

22 (2) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫
23 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、
24 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、
25 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
26 認める。

27 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の臭
28 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
29 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
30 一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

31 (4) 本品1 gをメタノール10 mLに加温して溶かした液は
32 酒石酸塩の定性反応(3) (1.09) を呈する。

33 純度試験 類縁物質 本品10 mgをメタノール20 mLに溶かし、
34 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
35 加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メ
36 タノールを加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料
37 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
38 クロマトグラフィー (2.01) により試験を行う。それぞれの
39 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
40 料溶液のギルピデム以外のピークの面積は、標準溶液のギル
41 ピデムのピーク面積より大きくない。

42 試験条件

43 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

44 カラム：内径4.6 mm、長さ7.5 cmのステンレス管に5

45 μmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
46 化シリカゲルを充填する。

47 カラム温度：25℃付近の一定温度

48 移動相：リン酸4.9 gに水1000 mLを加えた後、トリエ
49 チルアミンを加えてpH 5.5に調整した液11容量にメ
50 タノール5容量及びアセトニトリル4容量を加える。

51 流量：ギルピデムの保持時間が約5分になるように調整
52 する。

53 面積測定範囲：ギルピデムの保持時間の約5倍までの範
54 囲

55 システム適合性

56 システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル
57 10 mgずつをメタノール100 mLに溶かす。この液5
58 μLにつき、上記の条件で操作するとき、ギルピデム、
59 パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し、その分離
60 度は9以上である。

61 システムの再現性：標準溶液5 μLにつき、上記の条件
62 で試験を6回繰り返すとき、ギルピデムのピーク面積
63 の相対標準偏差は5.0%以下である。

64 水分 (2.48) 3.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

65 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

66 定量法 本品約0.4 gを精密に量り、無水酢酸/酢酸(100)混液
67 (7 : 3) 100 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定 (2.50) す
68 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

69 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=38.24 mg (C₁₉H₂₁N₃O)₂ · C₄H₆O₆

70 貯法

71 保存条件 遮光して保存する。

72 容器 気密容器。

1 ギルピデム酒石酸塩錠

2 Zolpidem Tartrate Tablets

本品は定量するとき、表示量の95.0 ~ 105.0%に対応するギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ を含む。

製法 本品は「ギルピデム酒石酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品1個をとり、0.1 mol/L塩酸試液100 mLを加えて30分間振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液20 mLを除き、「ギルピデム酒石酸塩」1 mgに対応する容量のろ液をとり、0.1 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235 ~ 239 nm及び292 ~ 296 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、0.1 mol/L塩酸試液 $V/10$ mLを加えて15分間振り混ぜ、錠剤を崩壊させる。次にメタノール $2V/5$ mLを加え、更に内標準溶液 $V/10$ mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、1 mL中にギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約0.1 mgを含む液となるようにメタノールを加えて 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。別に定量用ギルピデム酒石酸塩(別途「ギルピデム酒石酸塩」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、0.1 mol/L塩酸試液25 mLに溶かし、内標準溶液25 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて250 mLとし、標準溶液とする。以下定量法を準用する。

ギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)

$$=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 250$$

M_S : 脱水物に換算した定量用ギルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(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 μ m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中にギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約2.8 μ gを含む液となるように溶出試験第2液を加えて正確に V' mLとし、試料溶液とする。別に定量用ギルピデム酒石酸塩(別途「ギルピデム酒石酸塩」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、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200 mLとする。この液25 mLを正確に量り、溶出試験第2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、薄めた

溶出試験第2液(1→2)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242 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

ギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の表示量に対する溶出率(%)

$$=M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 4$$

M_S : 脱水物に換算した定量用ギルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

C : 1錠中のギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の表示量(mg)

定量法 本品20個をとり、0.1 mol/L塩酸試液 $V/10$ mLを加えて15分間振り混ぜ、錠剤を崩壊させる。次にメタノール $2V/5$ mLを加え、更に内標準溶液 $V/10$ mLを正確に加えて15分間振り混ぜた後、1 mL中にギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 約1 mgを含む液となるようにメタノールを加えて V mLとする。この液を遠心分離し、上澄液1 mLにメタノール/0.1 mol/L塩酸試液混液(9:1)を加えて10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用ギルピデム酒石酸塩(別途「ギルピデム酒石酸塩」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、0.1 mol/L塩酸試液25 mLに溶かし、内標準溶液2.5 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて250 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するギルピデムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

本品1個中のギルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)

$$=M_S \times Q_T / Q_S \times V / 500$$

M_S : 脱水物に換算した定量用ギルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

内標準溶液 パラオキシ安息香酸ベンジルのメタノール溶液(1→100)

試験条件

検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 254 nm)

カラム: 内径4.6 mm、長さ75 mmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シリカゲルを充填する。

カラム温度: 25℃付近の一定温度

移動相: リン酸4.9 gに水1000 mLを加えた後、トリエチルアミンを加えてpH 5.5に調整する。この液550 mLにメタノール250 mL及びアセトニトリル200 mLを加える。

流量: ギルピデムの保持時間が約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5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ギルピデム、内標準物質の順に溶出し、その分離度は9以上である。

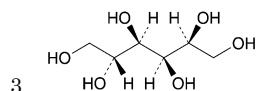
システムの再現性: 標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するギルピデムのピーク面積の比の相対標準偏差

101 は1.0%以下である.

102 貯法 容器 密閉容器.

1 D-ソルビトール

2 D-Sorbitol

4 $C_6H_{14}O_6$: 182.17

5 D-Glucitol

6 [50-70-4]

7 本品を乾燥したものは定量するとき、D-ソルビトール
8 ($C_6H_{14}O_6$) 97.0%以上を含む。

9 **性状** 本品は白色の粒，粉末又は結晶性の塊で，においはなく，
10 味は甘く，冷感がある。

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

13 本品は吸湿性である。

14 **確認試験**

15 (1) 本品の水溶液(7→10) 1 mLに硫酸鉄(II)試液2 mL及び
16 水酸化ナトリウム溶液(1→5) 1 mLを加えるとき，液は青緑
17 色を呈するが混濁を生じない。

18 (2) 本品の水溶液(1→20) 1 mLに，新たに製したカテコ
19 ール溶液(1→10) 1 mLを加え，よく振り混ぜた後，速やかに硫
20 酸2 mLを加えて振り混ぜるとき，液は直ちに帯赤紫色～赤
21 紫色を呈する。

22 (3) 本品0.5 gに無水酢酸10 mL及びピリジン1 mLを加え，
23 還流冷却器を付けて10分間煮沸した後，冷却し，水25 mLを
24 加えて振り混ぜ，冷所に放置する。この液を分液漏斗に移し，
25 クロロホルム30 mLを加えて抽出する。抽出液を水浴上で蒸
26 発し，油状の残留物に水80 mLを加え，水浴上で10分間加熱
27 し，熱時ろ過する。冷後，生じた沈殿をガラスろ過器(G3)を
28 用いてろ取し，水で洗い，エタノール(95)から1回再結晶し，
29 デシケーター(減圧，シリカゲル)で4時間乾燥するとき，そ
30 の融点(2.60)は97～101℃である。

31 **純度試験**

32 (1) 溶状及び液性 本品5 gを水20 mLに振り混ぜながら
33 加温して溶かすとき，液は無色澄明で，中性である。

34 (2) 塩化物(1.03) 本品2.0 gをとり，試験を行う。比較
35 液には0.01 mol/L塩酸0.30 mLを加える(0.005%以下)。

36 (3) 硫酸塩(1.14) 本品4.0 gをとり，試験を行う。比較
37 液には0.005 mol/L硫酸0.50 mLを加える(0.006%以下)。

38 (4) ブドウ糖 本品20.0 gを水25 mLに溶かし，フェーリ
39 ング試液40 mLを加え，3分間穏やかに煮沸する。冷後，沈
40 殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液を
41 ガラスろ過器(G4)を用いてろ過し，更にフラスコ内の沈殿を
42 温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い，洗液は先
43 のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(III)
44 試液20 mLに溶かし，これを先のガラスろ過器を用いてろ過
45 した後，水洗し，ろ液及び洗液を合わせ，80℃に加熱し，
46 0.02 mol/L過マンガン酸カリウム液で滴定(2.50)するとき，
47 その消費量は6.3 mL以下である。

48 (5) 糖類 本品20.0 gを水25 mLに溶かし，希塩酸8 mLを
49 加え，還流冷却器を付けて水浴中で3時間加熱する。冷後，
50 メチルオレンジ試液2滴を加え，液が橙色を呈するまで水酸
51 化ナトリウム試液を加えた後，水を加えて100 mLとする。
52 この液10 mLをとり，水10 mL及びフェーリング試液40 mL
53 を加え，3分間穏やかに煮沸する。以下(4)を準用する。

54 **乾燥減量**(2.41) 2.0%以下(0.5 g，減圧，酸化リン(V)，80℃，
55 3時間)。

56 **強熱残分**(2.44) 0.02%以下(5 g)。

57 **定量法** 本品を乾燥し，その約0.2 gを精密に量り，水に溶か
58 し，正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り，ヨ
59 ウ素瓶に入れ，過ヨウ素酸カリウム試液50 mLを正確に加え，
60 水浴中で15分間加熱する。冷後，ヨウ化カリウム2.5 gを加
61 え，直ちに密栓してよく振り混ぜ，暗所に5分間放置した後，
62 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
63 (2.50)する(指示薬：デンプン試液3 mL)。同様の方法で空
64 試験を行う。

65 0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL=1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

66 **貯法** 容器 気密容器。

1 D-ソルビトール液

2 D-Sorbitol Solution

3 本品は定量するとき、表示量の97.0～103.0%に対応する
4 D-ソルビトール($C_6H_{14}O_6$: 182.17)を含む。

5 性状 本品は無色澄明の液で、においはなく、味は甘い。

6 本品は水、エタノール(95)、グリセリン又はプロピレング
7 リコールと混和する。

8 本品は結晶性の塊を析出することがある。

9 確認試験

10 (1) 本品の「D-ソルビトール」0.7 gに対応する容量をと
11 り、硫酸鉄(II)試液2 mL及び水酸化ナトリウム溶液(1→5) 1
12 mLを加えるとき、液は青緑色を呈するが混濁を生じない。

13 (2) 本品の「D-ソルビトール」1 gに対応する容量をとり、
14 水を加えて20 mLとした液1 mLに、新たに製したカテコ
15 ル溶液(1→10) 1 mLを加え、よく振り混ぜた後、速やかに硫
16 酸2 mLを加えて振り混ぜるとき、液は直ちに帯赤紫色～赤
17 紫色を呈する。

18 純度試験

19 (1) 液性 本品は中性である。

20 (2) 塩化物 (1.03) 本品の「D-ソルビトール」2.0 gに
21 対応する容量をとり、試験を行う。比較液には0.01 mol/L塩
22 酸0.30 mLを加える(0.005%以下)。

23 (3) 硫酸塩 (1.14) 本品の「D-ソルビトール」4.0 gに
24 対応する容量をとり、試験を行う。比較液には0.005 mol/L
25 硫酸0.50 mLを加える(0.006%以下)。

26 (4) ブドウ糖 本品の「D-ソルビトール」20.0 gに対応
27 する容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴
28 上で濃縮して40 mLとし、フェーリング試液40 mLを加え、
29 3分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内
30 に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器(G4)を用い
31 てろ過し、更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性
32 を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過す
33 る。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄(III)試液20 mLに溶かし、こ
34 れを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及
35 び洗液を合わせ、80℃に加熱し、0.02 mol/L過マンガン酸カ
36 リウム液で滴定 (2.50) するとき、その消費量は6.3 mL以下
37 である。

38 (5) 糖類 本品の「D-ソルビトール」20.0 gに対応する
39 容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴上で
40 濃縮して40 mLとし、希塩酸8 mLを加え、還流冷却器を付
41 けて水浴中で3時間加熱する。冷後、メチルオレンジ試液2
42 滴を加え、液が橙色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加
43 えた後、水を加えて100 mLとする。この液10 mLをとり、
44 水10 mL及びフェーリング試液40 mLを加え、3分間穏やか
45 に煮沸する。以下(4)を準用する。

46 強熱残分 (2.44) 本品の「D-ソルビトール」5 gに対応する
47 容量を正確に量り、硫酸3～4滴を加え、穏やかに加熱して
48 蒸発させた後、点火して燃焼させ、冷後、残留物につき試験
49 を行うとき、1 mg以下である。

50 定量法 本品のD-ソルビトール($C_6H_{14}O_6$)約5 gに対応する容

51 量を正確に量り、水を加えて正確に250 mLとする。この液
52 10 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとする。こ
53 の液10 mLを正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、過ヨウ素酸カリ
54 ウム試液50 mLを正確に加え、水浴中で15分間加熱する。冷
55 後、ヨウ化カリウム2.5 gを加え、直ちに密栓してよく振り
56 混ぜ、暗所に5分間放置した後、遊離したヨウ素を0.1 mol/L
57 チオ硫酸ナトリウム液で滴定 (2.50) する(指示薬：デンプン
58 試液3 mL)。同様の方法で空試験を行う。

59 0.1 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL=1.822 mg $C_6H_{14}O_6$

60 貯法 容器 気密容器。