

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
5 働省令第101号)に適合する。なお、本品を井水、工業用水
6 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
9 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
10 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 本品は無色透明の液で、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°C)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°C)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 本品は無色透明の液で、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 <2.51> 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°C)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、強くかき混ぜながら、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°C)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 本品は無色透明の液で、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°C)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
17 $\pm 1^\circ\text{C}$ に調節し、強くかき混ぜながら、一定時間ごとにこ
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
19 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25°C)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 本品は無色透明の液で、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°C)は2.1 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下である。

19 本品の適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、強くかき混ぜながら、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
22 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25°C)と
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、又はあらかじめ滅菌した「注射用水」を無菌的な手法により無菌の容器に入れた後、密封して製したものである。
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 本品は無色透明の液で、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°C)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、強くかき混ぜながら、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
22 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 以下となったときの導電率を本品の導電率(25°C)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±2°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 mg Al_2O_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 (I.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 mg Al_2O_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、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

9 本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する。

10 本品は湿気によって潮解する。

11 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(K₂CO₃ : 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°C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 : 74.094 本品は定量するとき、水酸化カルシウム[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、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

8 本品は希酢酸、希塩酸又は希硝酸に溶ける。

9 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、アンモニア試液を加えて中性とした液は、カルシウム塩の定性反応(1.09)の(2)及び(3)を呈する。

17 純度試験

18 (1) 酸不溶物 本品5 gに水100 mLを加え、かき混ぜながら液が酸性を呈するまで塩酸を滴加し、更に塩酸1 mLを加える。この液を5分間煮沸し、冷後、質量既知のガラスろ過器(G4)を用いてろ過し、残留物を洗液が硝酸銀試液を加えても混濁しなくなるまで熱湯で洗い、105°Cで恒量になるまで乾燥するとき、その量は25 mg以下である。

24 (2) マグネシウム又はアルカリ金属 本品1.0 gに水20 mL及び希塩酸10 mLを加えて溶かし、煮沸した後、アンモニア試液を加えて中性とし、これにシュウ酸アンモニウム試液を滴加してシュウ酸カルシウムの沈殿を完結させる。これを水浴上で1時間加熱し、冷後、水を加えて100 mLとし、よく振り混ぜてろ過する。ろ液50 mLに硫酸0.5 mLを加えて蒸発乾固し、残留物を恒量になるまで600°Cで強熱するとき、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、水を加えて正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、水90 mL及び8 mol/L水酸化カリウム試液1.5 mLを加えて振り混ぜ、3～5分間放置した後、NN指示薬0.1 gを加え、直ちに0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるときとする。

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%以上を含む。

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

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

8 本品は空気中で速やかに二酸化炭素を吸収する。

9 本品は湿気によって潮解する。

10 確認試験

11 (1) 本品の水溶液(1→500)はアルカリ性である。

12 (2) 本品の水溶液(1→25)はナトリウム塩の定性反応
(1.09) を呈する。

13 純度試験

14 (1) 溶状 本品1.0 gを水20 mLに溶かすとき、液は無色
15 澄明である。16 (2) 塩化物 (1.03) 本品2.0 gを水に溶かし100 mLとし、
17 この液25 mLに希硝酸10 mL及び水を加えて50 mLとする。
18 これを検液とし、試験を行う。比較液には0.01 mol/L 塩酸
19 0.7 mLを加える(0.050%以下)。20 (3) カリウム 本品0.10 gを水に溶かし40 mLとする。この液4.0 mLに希酢酸1.0 mLを加えて振り混ぜた後、テトラ
21 フェニルホウ酸ナトリウム溶液(1→30) 5.0 mLを加え、直ち
22 に振り混ぜ、10分間放置するとき、液の混濁は次の比較液
23 より濃くない。24 比較液：塩化カリウム9.5 mgを水に溶かし、1000 mLと
25 する。この液4.0 mLに希酢酸1.0 mLを加えて振り混ぜ
26 た後、以下同様に操作する。27 (4) 炭酸ナトリウム 定量法で得たB (mL)から次の式によ
28 りて計算するとき、炭酸ナトリウム(Na₂CO₃ : 105.99)の
29 量は2.0%以下である。

30 炭酸ナトリウムの量(mg)=105.99 × B

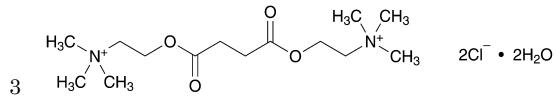
31 定量法 本品約1.5 gを精密に量り、新たに煮沸して冷却した
32 水40 mLを加えて溶かし、15°Cに冷却した後、フェノールフ
33 タレイン試液2滴を加え、0.5 mol/L硫酸で滴定(2.50)し、
34 液の赤色が消えたときの0.5 mol/L硫酸の量をA (mL)とする。
35 さらにこの液にメチルオレンジ試液2滴を加え、再び0.5
36 mol/L硫酸で滴定(2.50)し、液が持続する淡赤色を呈したと
37 きの0.5 mol/L硫酸の量をB (mL)とする。(A-B) mLから水
38 酸化ナトリウム(NaOH)の量を計算する。

39 0.5 mol/L硫酸1 mL=40.00 mg NaOH

40 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 $\text{C}_{14}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$: 397.345 2,2'-Succinylidioxybis(*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($\text{C}_{14}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4$: 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°C(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°C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 $\text{C}_{14}\text{H}_{30}\text{Cl}_2\text{N}_2\text{O}_4$

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

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。

- 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
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 劑の製法により製する。
10 性状 本品は無色透明の液である。
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
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¹
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 $C_{14}H_{30}Cl_2N_2O_4$

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 対応する量をとり、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°C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に対応する量をとり、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

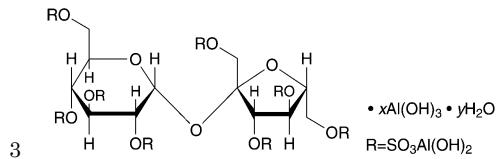
37 水和物」の定量法を準用する。

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



4 $\text{C}_{12}\text{H}_{30}\text{Al}_8\text{O}_{51}\text{S}_8 \bullet x\text{Al}(\text{OH})_3 \bullet y\text{H}_2\text{O}$

5 [54182-58-0]

6 本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、アルミニウム(Al : 26.98) 17.0 ~ 21.0%及びショ糖オクタ硫酸エステル($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{35}\text{S}_8$: 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。

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片0.05 gを加え、注意しながら加熱融解し、直ちに水100 mLの中に入れ、小試験管を割り、よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5 mLにペンタシアノニトロシル鉄(III)酸ナトリウム試液1滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

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

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

純度試験

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

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

32 (3) 遊離アルミニウム 本品3.0 gに水50 mLを加え、水浴中で5分間加熱し、冷後、ろ過し、残留物を水5 mLずつで4回洗い、ろ液及び洗液を合わせ、希塩酸2 mLを加え、水浴中で30分間加熱する。冷後、水酸化ナトリウム試液を加えて中和し、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。試料溶液50 mLを正確に量り、0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mLを正確に加え、pH 4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後、5分間煮沸し、冷後、エタノール(95) 50 mLを加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬:ジチゾン試液3 mL)。ただし、滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるとする。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られた試料溶液50 μL につき、定量法(2)ショ糖オクタ硫酸エステルを準用し、液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積及びショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の類縁物質のピーク面積を自動積分法により測定し、ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積に対する類縁物質のピーク面積の比を求めるとき、0.1以下である。

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た標準溶液50 μL から得たショ糖オクタ硫酸エステルのピーク高さがフルスケールの60 ~ 100%になるように調整する。

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の共栓三角フラスコに入れ、0.1 mol/L塩酸100 mLを正確に加え、密栓して37 ± 2°Cで正確に1時間振り混ぜ(振とう速度毎分150回、振幅20 mm)た後、5分間水冷する。上澄液10 mLを正確に量り、過量の酸を0.1 mol/L水酸化ナトリウム液でpH 3.5になるまで滴定(2.50)する。同様の方法で空試験を行う。本品1 gにつき、0.1 mol/L塩酸の消費量は130 mL以上である。

定量法

70 (1) アルミニウム 本品約1 gを精密に量り、希塩酸10 mLを加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、水を加えて正確に250 mLとする。この液25 mLを正確に量り、0.05 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液25 mLを正確に加え、pH 4.5の酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液20 mLを加えた後、5分間煮沸し、冷後、エタノール(95) 50 mLを加え、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液を0.05 mol/L酢酸亜鉛液で滴定(2.50)する(指示薬:ジチゾン試液3 mL)。ただし、滴定の終点は液の緑紫色が紫色を経て赤色に変わるとする。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を精密に量り、硫酸・水酸化ナトリウム試液10 mLを正確に加え、激しく振り混ぜた後、30°C以下に保ちながら5分間超音波を照射して溶かす。次に0.1 mol/L水酸化ナトリウム液を加えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品約0.25 gを精密に量り、移動相を加えて正確に25 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液は速やかに調製し、直ちに試験を行う。試料溶液及び標準溶液50 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液のショ糖オクタ硫酸エステルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

94 ショ糖オクタ硫酸エステル($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{35}\text{S}_8$)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 μm 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。硫酸
106 アンモニウムの量は, ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60°Cで10分間
107 放置し, 冷後, 直ちに試験を行うとき, ショ糖オクタ硫酸エステルのピークに対する相対保持時間約0.7の
108 類縁物質のピークが, ほぼベースラインに戻り, かつ,
109 ショ糖オクタ硫酸エステルのピークが最も速く溶出す
110 量とする。

111 流量 : ショ糖オクタ硫酸エステルの保持時間が6 ~ 11
112 分になるように調整する。

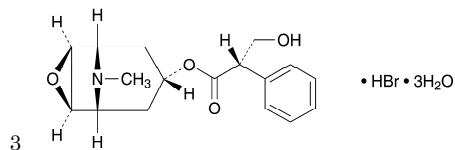
113 カラムの選定 : ショ糖オクタ硫酸エステルカリウム標準品の希塩酸溶液(1→100)を60°Cで10分間放置し, 冷
114 後, 直ちにこの液50 μL につき, 上記の条件で操作す
115 るとき, ショ糖オクタ硫酸エステルに対する相対保持時間約0.7の類縁物質の分離度が1.5以上のものを用い
116 る。

117 試験の再現性 : 上記の条件で標準溶液につき, 試験を6
118 回繰り返すとき, ショ糖オクタ硫酸エステルのピーク
119 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

120 121 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) $[\alpha]_D^{20} : -24 \sim -26^\circ$ (乾燥後、0.5 g、水、
23 10 mL、100 mm)。24 融点(2.60) 195～199°C (乾燥後、あらかじめ浴液を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、僅かに特異なにおいがあり、味はない。

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

9 融点 <2.60> 56 ~ 62°C(第2法)。ただし、試料を調製した後、毛細管を温度計の下部にゴム輪又は適当な方法で密着させ、毛細管の下部と温度計の下端をそろえる。この温度計を内径約17 mm、高さ約170 mmの試験管に挿入し、温度計の下端と試験管の底との間が約25 mmになるようにコルク栓を用いて温度計を固定する。この試験管を水を入れたビーカー中につるし、水を絶えずかき混ぜながら加熱する。予想した融点より5°C低い温度に達したとき、1分間に1°C上昇するよう加熱を続ける。試料が透明になり、濁りを認めなくなったときの温度を融点とする。

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に加温して溶かすとき、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、三葉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、三葉局方で調和されていない部分は「◆」で囲むことによ
6 り示す。

7 三葉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 用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($C_{18}H_{36}O_2$: 284.48)及び
11 パルミチン酸($C_{16}H_{32}O_2$: 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50	ステアリン酸の含量 40.0 ~ 60.0%
ステアリン酸70	90.0%以上
ステアリン酸95	90.0%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 造を持つものとなる。内側試験管は栓をし、その栓には最
24 小目盛りが0.2°C、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
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°C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も
36 5°C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°C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°C低い温度の水又は
47 鮑和食塩水を満たし、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°C、ステアリン酸70
52 は57 ~ 64°C及びステアリン酸95は64 ~ 69°Cである。

53 **酸価** (I.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 ワ素を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、ステアリン
65 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◆コニカル
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 かじめヘプタンで洗った◆約0.2 gの無水硫酸ナトリウムを通
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、試料溶液とする。
86 試料溶液1 μ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフ
87 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
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のフェーズドシリカ
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°Cを2分間保持した後, 每分5°Cで240°C
100 まで昇温し, 240°Cを5分間保持する.
101 注入口温度：220°C付近の一定温度
102 検出器温度：260°C付近の一定温度
103 キャリヤガス：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°C
20 以上(第2法)である。

21 乾燥減量 (2.41) 4.0%以下(1 g, 105°C, 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, $H(OCH_2CH_2)_nOCOC_{17}H_{35}$ 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°C

10 脂肪酸の凝固点 〈I.13〉 53°C以上.

11 酸価 〈I.13〉 1以下.

12 けん化価 〈I.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 色透明である.

15 強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1 g).

16 貯法 容器 気密容器.

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。

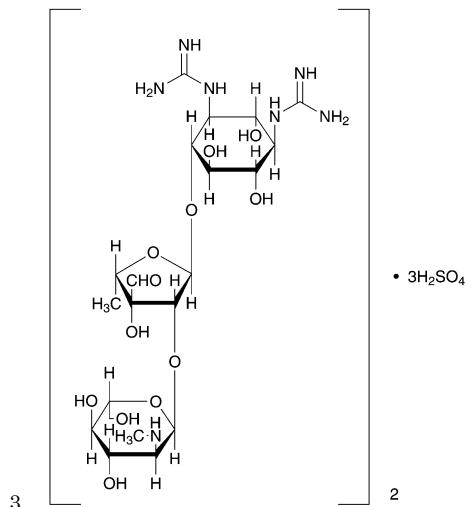
111 **定量法** 本品約0.5 gを精密に量り、250 mLのフラスコにとり、
112 これにエタノール(99.5)／1-ブタノール混液(1:1) 50 mL、
113 アンモニア水(28) 5 mL、pH 10の塩化アンモニウム緩衝液3
114 mL、0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム
115 液30.0 mL及びエリオクロムブラックT試液1～2滴を加え、
116 振り混ぜる。この液が澄明になるまで45～50°Cで加熱し、
117 冷後、過量のエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウムを
118 0.1 mol/L硫酸亜鉛液で液の青色が紫色に変わるまで滴定
119 〈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(力値)を含む。ただし、本品の力値は、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(力値)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)／薄めた硫酸
 29 (1 \rightarrow 5)混液(1:1)を均等に噴霧した後、約150°C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～-88°(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／硫酸
 45 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)／薄めた硫酸
 61 (1 \rightarrow 5)混液(1:1)を均等に噴霧した後、110°C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°C, 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値試験法
 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(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(力値)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°C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(力値)及び2
 79 μ g(力値)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(力値)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(力値)及び2 μ g(力値)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、表示された力値の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 値)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(力値)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°C、3時間)。

23 エンドトキシン 〈4.01〉 0.10 EU/mg(力値)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値試験法
30 〈4.02〉の円筒平板法により試験を行う。

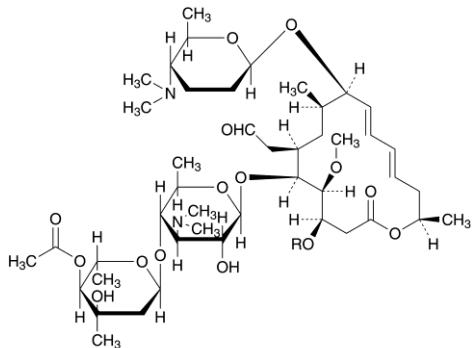
31 (i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫
32 酸塩」の定量法を準用する。

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(力値)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(力値)及び2 µg(力値)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



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) : R =

3 スピラマイシン III 酢酸エステル : R =

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))

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

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

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

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

10 tetra-deoxy-4-dimethylamino- β -D-erythro-

11 hexopyranosyloxy)-6-formylmethyl-4-methoxy-

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

13 [87111-42-0]

14 (スピラマイシン III 酢酸エステル)

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

16 [4-O-Acetyl-2,6-dideoxy-3-C-methyl- α -L-ribo-

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

18 D-glucopyranosyloxy]-9-(2,3,4,6-tetra-deoxy-4-

19 dimethylamino- β -D-erythro-hexopyranosyloxy)-6-

20 formylmethyl-4-methoxy-8-methyl-3-

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

22 [112501-15-2]

23 本品は、*Streptomyces ambofaciens*の培養によって得られる抗細菌活性を有するマクロライド系化合物の混合物の誘導体である。

24 本品は定量するとき、換算した乾燥物1 mg当たり900～1450 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、スピラマイシン II 酢酸エステル($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$: 927.13)としての量をスピラマイシン酢酸エ斯特ル質量(力価)で示し、スピラマイシン酢酸エ斯特ル1 mg(力価)はスピラマイシン II 酢酸エ斯特爾($C_{47}H_{78}N_2O_{16}$)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、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→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、両者の
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。

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 酢酸エ斯特ル、スピラマイシン IV
49 酢酸エ斯特爾、スピラマイシン V 酢酸エ斯特爾、スピラマイ
50 シン VI 酢酸エ斯特爾及びスピラマイシン VII 酢酸エ斯特爾のピ
51 ーク面積 A_{II} 、 A_{III} 、 A_{IV} 、 A_V 、 A_{VI} 及び A_{VII} を自動積分法によ
52 り測定し、これらのピーク面積の和に対する A_{II} 、 A_{IV} 及び A_{III}
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 酢酸エ斯特爾、スピラマイシン IV 酢酸エ斯特爾、
56 スピラマイシン V 酢酸エ斯特爾、スピラマイシン VI 酢酸エ
57 斯特爾及びスピラマイシン VII 酢酸エ斯特爾のスピラマイシン II
58 酢酸エ斯特爾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
64 リカゲルを充填する。

65 カラム温度：35°C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→25000)混
68 液(26:7:7)

69 流量：スピラマイシン II 酢酸エ斯特爾の保持時間が約
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 酢酸エ斯特爾標準品
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 酢酸エ斯特爾のピークの理論段数及びシムト
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 斯特爾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°C、
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。

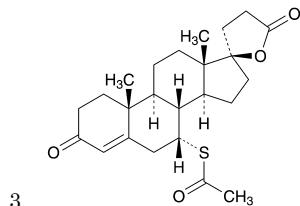
88 (iii) 標準溶液 スピラマイシン II 酢酸エ斯特爾標準品約50
89 mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール20 mLに溶

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°C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 衡液を加えて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 C₂₄H₃₂O₄S : 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(C₂₄H₃₂O₄S) 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)にやや溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水にほとんど溶けない。

13 融点：198～207°C 125°Cの浴液中に挿入し、140～185°Cの間は1分間に約10°C、その前後は1分間に約3°C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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はスピロノラクトン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又は乾燥したスピロノラクトン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。もし、これらのスペクトルに差を認めるときは、本品及びスピロノラクトン標準品をそれぞれメタノールに溶かした後、メタノールを蒸発し、残留物につき、同様の試験を行う。

32 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : -33 \sim -37^\circ$ (乾燥後、0.25 g、クロロホルム、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を加えて振り混ぜた後、ろ過し、ろ液10 mLにデンプン試液1 mL及び0.01 mol/Lヨウ素液0.05 mLを加えて振り混ぜるとき、液は青色を呈する。

39 (2) 類縁物質 本品0.20 gをエタノール(95) 10 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、エタノール(95)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 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る。次に酢酸n-ブチルを展開溶媒として約15 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに硫酸のメタノール溶液(1→10)を均等に噴霧した後、105°Cで10分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

50 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 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°Cで2時間乾燥し、その約50 mgずつを精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に250 mLとする。これらの液5 mLずつを正確に量り、それぞれにメタノールを加えて正確に100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長238 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

59 スピロノラクトン(C₂₄H₃₂O₄S)の量(mg) = M_S × 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

3 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。

5 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。

7 確認試験 本品を粉末とし、「スピロノラクトン」10 mgに対応する量をとり、メタノール100 mLを加えて激しくかき混ぜた後、遠心分離する。上澄液5 mLをとり、メタノールを加えて50 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長236～240 nmに吸収の極大を示す。

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、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。

19 スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg)

$$20 = M_s \times A_t / A_s \times V / 50$$

21 M_s : スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

22 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。

26 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°C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。

39 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(%)

$$40 = M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

41 M_s : スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

42 C : 1錠中のスピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の表示量(mg)

43 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

48 105°C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。

54 スピロノラクトン($C_{24}H_{32}O_4S$)の量(mg) = $M_s \times A_t / A_s \times 2$

55 M_s : スピロノラクトン標準品の秤取量(mg)

56 試験条件

57 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)
 58 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。
 59 カラム温度：25°C付近の一定温度
 60 移動相：メタノール／水混液(3:2)
 61 流量：スピロノラクトンの保持時間が約11分になるよう調整する。

62 システム適合性

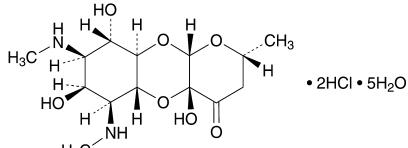
63 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、スピロノラクトンのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、1.5以下である。

64 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。

73 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

4 $C_{14}H_{24}N_2O_7 \cdot 2HCl \cdot 5H_2O$: 495.35

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

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

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

8 4H-pyran[2,3-b][1,4]benzodioxin-4-one

9 dihydrochloride pentahydrate

10 [22189-32-8]

11 本品は、*Streptomyces spectabilis*の培養によって得られる抗細菌活性を有する化合物の塩酸塩である。12 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり763～831 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$: 332.35)としての量を質量(力値)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 本品は水に溶けやすく、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→100) 5 mLにアントロン試液を穩やかに加えるとき、接界面は、青色～青緑色を呈する。

17 (2) 本品及びスペクチノマイシン塩酸塩標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペースト法により試験を行い、両者のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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

19 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : +15 \sim +21^\circ$ (脱水物に換算したも

20 の2.1 g, 水, 25 mL, 200 mm).

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

22 純度試験 類縁物質 本品0.20 gを水5 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブロパノール/水/ピリジン/酢酸(100)混液(10:8:1:1)を展開溶媒として約12 cm展開した後、薄層板を風乾する。これにアルカリ性1.6%過ヨウ素酸カリウム・0.2%過マンガン酸カリウム試液を均等に噴霧するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くな

23 い。

24 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(力値)に対応する量を精密に量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし、1,1,1,3,3,3-ヘキサメチルジシラザン1 mLをそれぞれに加え、室温に1時間放置し、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液1 μ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー(2.02)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するスペクチノマイシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。55 スペクチノマイシン($C_{14}H_{24}N_2O_7$)の量[μ g(力値)]

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秤取量[mg(力値)]59 内標準溶液 トリフェニルアンチモンの N,N -ジメチルホルムアミド溶液(1→500)

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マトグラフィー用5%フェニル-メチルシリコーンボリマーをシラン処理した150～180 μ mのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に5%の割合で被覆したものを充填する。

64 カラム温度：190℃付近の一定温度

65 注入口温度：215℃付近の一定温度

66 検出器温度：220℃付近の一定温度

67 キャリヤガス：ヘリウム

68 流量：スペクチノマイシンの保持時間が約10分になるように調整する。

69 システム適合性

70 システムの性能：標準溶液1 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、スペクチノマイシンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。71 システムの再現性：標準溶液1 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スペクチノマイシンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.5以下である。

72 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、表示された力値の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(力値)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(力値)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(力値)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 溫に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(力値)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(力値)]

$$35 = M_s \times Q_t / Q_s$$

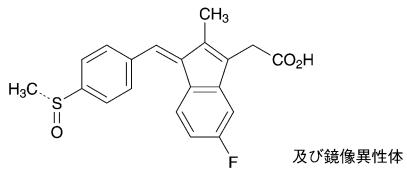
36 M_s : スペクチノマイシン塩酸塩標準品の秤取量[mg(力
37 値)]

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

4 C₂₀H₁₇FO₃S : 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 (C₂₀H₁₇FO₃S) 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°C(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 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 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°C,
43 2時間)。

44 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g、白金るつぼ)。

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

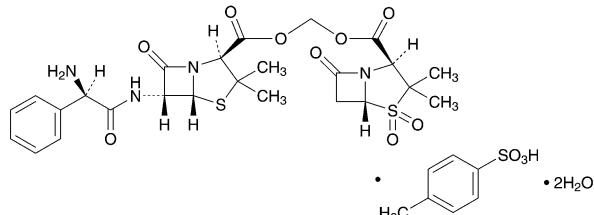
46 ル50 mLに溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定
47 〈2.50〉する(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補
48 正する。

49 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=35.64 mg C₂₀H₁₇FO₃S

50 貯法 容器 気密容器。

1 スルタミシリントシリ酸塩水和物

2 Sultamicillin Tosilate Hydrate

4 $C_{25}H_{30}N_4O_9S_2 \cdot C_7H_8O_3S \cdot 2H_2O$: 802.89

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

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

7 (2S,5R,6R)-6-[(2R)-2-amino-2-phenylacetyl]amino-

8 3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-

9 2-carboxylate mono-4-toluenesulfonate dihydrate

10 [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 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値
13 はスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$: 594.66)としての量を質量
14 (力値)で示す。

15 性状 本品は白色～帶黃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リ
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リ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。別にアンピシリリン標準品約20 mg(力値)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 μ L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り。

44 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に溶かす。この液25 μ L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 μ L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(力値)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 μ L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($C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$: 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 $C_{25}H_{34}N_4O_{11}S_2$

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 μ L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。
 98 酢酸エチルの量(%)= $M_s / M_T \times A_T / A_s \times 1 / 5$
 99 M_s : 酢酸エチルの秤取量(mg)
 100 M_T : 本品の秤取量(mg)
 101 試験条件
 102 検出器: 水素炎イオン化検出器
 103 カラム: 内径3 mm, 長さ1 mの管に150 ~ 180 μm のガ
 104 スクロマトグラフィー用多孔性スチレン-ジビニルベ
 105 ンゼン共重合体(平均孔径0.0085 μm , 300 ~ 400
 106 m^2/g)を充填する。
 107 カラム温度: 155°C付近の一定温度
 108 キャリヤーガス: 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 μL 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 μL 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リ酸塩標準品約50 mg(力価)に対応する量を精密に量り, それぞれを移動相に溶かし, 正確に50 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後, 移動相を加えて25 mLとし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL につき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 内標準物質のピーク面積に対するスルタミシリントシリ酸塩のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。
 130 スルタミシリントシリ酸塩(C₂₅H₃₀N₄O₉S₂)の量[μg (力価)]
 131 = $M_s \times Q_T / Q_S \times 1000$
 132 M_s : スルタミシリントシリ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 μm 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°C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: スルタミシリントシリ酸塩の保持時間が約4分になるように

148 調整する。
 149 システム適合性
 150 システムの性能: 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
 151 操作するとき, *p*-トルエンスルホン酸, スルタミシリントシリ酸塩の順に溶出し, それぞれの分離度は
 152 2.0以上である。
 153 システムの再現性: 標準溶液10 μL につき, 上記の条件で
 154 試験を6回繰り返すとき, スルタミシリントシリ酸塩のピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
 155 貯法 容器 気密容器。

1 スルタミシリントシリ酸塩錠

2 Sultamicillin Tosilate Tablets

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～105.0%
4 に対応するスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$: 594.66)を含む。

5 製法 本品は「スルタミシリントシリ酸塩水和物」をとり、錠
6 剤の製法により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、「スルタミシリントシリ酸塩水和
8 物」7 mg(力価)に対応する量をとり、メタノール2 mLを加
9 えて振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液1 mLに塩化ヒド
10 ロキシリルアンモニウム・エタノール試液1 mLを加え、3分間
11 放置した後、酸性硫酸アンモニウム鉄(III)試液1 mLを加え
12 て混和するとき、液は赤褐色を呈する。

13 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
14 に量り、粉末とする。「スルタミシリントシリ酸塩水和物」
15 約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 3.0の0.02
16 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
17 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
18 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
19 ターでろ過し、初めのろ液5 mLを除き、次のろ液10 mLを
20 正確に量り、共栓フラスコに入れ、0.005 mol/Lヨウ素液5
21 mLを正確に加え、密栓して5分間放置した後、0.005 mol/L
22 チオ硫酸ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: デンブン
23 試液1.0 mL)。同様の方法で空試験を行い、補正するとき、ペ
24 ニシロ酸($C_{25}H_{34}N_4O_1S_2$: 630.69)の量は5.5%以下である。

25 0.005 mol/Lチオ硫酸ナトリウム液1 mL
26 = 0.2585 mg $C_{25}H_{34}N_4O_1S_2$

27 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
28 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

29 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。
30 本品1個をとり、移動相を加え、超音波処理した後、移動相
31 を加えて正確に200 mLとし、必要ならばろ過又は遠心分離
32 する。この液の「スルタミシリントシリ酸塩水和物」約5.6
33 mg(力価)に対応する容量 V mLを正確に量り、内標準溶液5
34 mLを正確に加えた後、移動相を加えて25 mLとし、試料溶
35 液とする。別にスルタミシリントシリ酸塩標準品約47
36 mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正
37 確に25 mLとする。この液3 mLを正確に量り、内標準溶液5
38 mLを正確に加えた後、移動相を加えて25 mLとし、標準溶
39 液とする。以下「スルタミシリントシリ酸塩水和物」の定量
40 法を準用する。

41 スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[mg(力価)]
42 = $M_s \times Q_t / Q_s \times 24 / V$

43 M_s : スルタミシリントシリ酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]
44 内標準溶液 4-アミノ安息香酸イソプロピルの移動相溶
45 液(1→2500)

46 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
47 每分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
48 75%以上である。

49 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
50 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
51 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V
52 mLを正確に量り、1 mL中にスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)
53 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'
54 mLとし、試料溶液とする。別にp-トルエンスルホン酸一
55 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
56 精密に量り、水に溶かし、正確に200 mLとし、標準溶液と
57 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
58 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、
59 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
60 A_s を測定する。

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

63 M_s : p-トルエンスルホン酸一水和物の秤取量(mg)
64 C : 1錠中のスルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の表示量
65 [mg(力価)]

試験条件

66 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 222 nm)
67 カラム: 内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5
68 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
69 化シリカゲルを充填する。
70 カラム温度: 35°C付近の一定温度
71 移動相: リン酸二水素カリウム13.6 gを水に溶かし、
72 1000 mLとした後、水酸化カリウム試液を加えてpH
73 5.5に調整する。この液950 mLにアセトニトリル50
74 mLを加える。
75 流量: p-トルエンスルホン酸の保持時間が約8分とな
76 るよう調整する。

システム適合性

77 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
78 操作するとき、p-トルエンスルホン酸のピークの理
79 論段数及びシグメントリー係数は、それぞれ4000段以
80 上、2.0以下である。

81 システムの再現性: 標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
82 で試験を6回繰り返すとき、p-トルエンスルホン酸
83 のピーク面積の相対標準偏差は1.5%以下である。

84 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
85 行う。本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
86 とする。「スルタミシリントシリ酸塩水和物」約50 mg(力
87 値)に対応する量を精密に量り、移動相40 mLを加え、超音
88 波処理した後、移動相を加えて正確に50 mLとし、必要なら
89 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
90 溶液5 mLを正確に加えた後、移動相を加えて25 mLとし、
91 試料溶液とする。別にスルタミシリントシリ酸塩標準品約
92 50 mg(力価)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、
93 正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準溶
94 液5 mLを正確に加えた後、移動相を加えて25 mLとし、標
95 準溶液とする。以下「スルタミシリントシリ酸塩水和物」の
96 定量法を準用する。

97 スルタミシリン($C_{25}H_{30}N_4O_9S_2$)の量[mg(力価)]
98 = $M_s \times Q_t / Q_s$

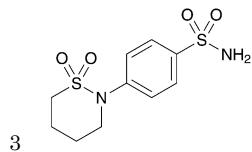
101 M_s : スルタミシリントシル酸塩標準品の秤取量[mg(力値)]

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 Sultiamide

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→10000)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°C

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
(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 μ L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)混合液(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°C, 3時間)。

64 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

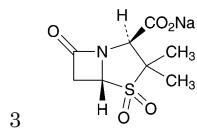
65 定量法 本品を乾燥し、その約0.8 gを精密に量り、 N,N -ジ
66 メチルホルムアミド70 mLに溶かし、0.2 mol/Lテトラメチ
67 ルアンモニウムヒドロキシド液で滴定(2.50)する(電位差滴
68 定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

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 C8H11NNaO5S : 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875～941 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、スルバクタム(C8H11NO5S : 233.24)としての量を質量(力価)で示す。

11 性状 本品は白色～帶黃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、エタノール(99.5)に極めて溶けにくく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

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 (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) $[\alpha]_D^{20} : +219 \sim +233^\circ$ (1 g, 水, 100 mL, 100 mm).

23 pH (2.54) 本品1.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.2～7.2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、液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長430 nmにおける吸光度は0.10以下である。

30 (2) スルバクタムペニシラミン 本品約0.2 gを精密に量り、移動相に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にスルバクタムペニシラミン用スルバクタムナトリウム約40 mgを精密に量り、水2 mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液0.5 mLを加え、室温で10分間放置した後、1 mol/L塩酸試液0.5 mLを加え、更に移動相を加えて正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液のスルバクタムペニシラミンのピーク面積 A_T 及び A_S を自動積分法で測定するとき、スルバクタムペニシラミンの量は1.0%以下である。

42 スルバクタムペニシラミンの量(%)

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

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、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、スルバクタムペニシラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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)に対応する量を精密に量り、それぞれ移動相に溶かし、内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後、移動相を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するスルバクタムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

64 スルバクタム(C8H11NO5S)の量[µg(力価)]

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

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→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 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。

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キシド試液750 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル250 mLを加える。

77 流量：スルバクタムの保持時間が約6分になるように調整する。

80 システム適合性

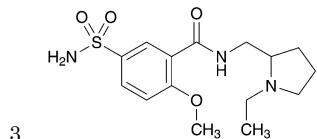
81 システムの性能：標準溶液10 µLにつき、上記の条件で操作するとき、スルバクタム、内標準物質の順に溶出し、その分離度は1.5以上である。

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

87 貯法 容器 気密容器。

1 スルピリド

2 Sulpiride

4 C₁₅H₂₃N₃O₄S : 341.43

5 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 (C₁₅H₂₃N₃O₄S) 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°C(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 μL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

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ボ
47 ットより濃くない。
48 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1 g, 105°C, 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 C₁₅H₂₃N₃O₄S

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
7 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
8 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
10 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
12 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
13 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
14 にV mLとし、ろ過する。初めのろ液20 mLを除き、次のろ
15 液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、試料
16 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)

$$= M_s \times A_t / A_s \times V / 50$$

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
21 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の50 mg錠
22 の30分間の溶出率は80%以上であり、100 mg錠及び200 mg
23 錠の45分間の溶出率はそれぞれ75%以上及び70%以上であ
24 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
26 20 mL以上をとり、孔径0.5 μ m以下のメンプランフィルタ
27 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液V
28 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
29 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、
30 試料溶液とする。別に定量用スルピリドを105°Cで3時間乾
31 燥し、その約28 mgを精密に量り、試験液に溶かし、正確に
32 100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、試験液を加えて
33 正確に25 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液
34 につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、
35 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(%)

$$= M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 180$$

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
41 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
42 密に量り、0.05 mol/L硫酸試液70 mLを加えて30分間振り混
43 ぜた後、0.05 mol/L硫酸試液を加えて正確に100 mLとし、
44 ろ過する。初めのろ液20 mLを除き、次のろ液5 mLを正確
45 に量り、水を加えて正確に100 mLとし、試料溶液とする。
46 別に定量用スルピリドを105°Cで3時間乾燥し、その約50
47 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
49 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につ
50 き、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試
51 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)

$$= M_s \times A_t / A_s \times V / 50$$

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°C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。

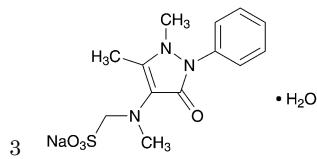
35 スルピリド($C_{15}H_{23}N_3O_4S$)の量(mg) = $M_s \times A_t / A_s \times 2$

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 $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S \cdot H_2O$: 351.35

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

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

7 4-yl)(methyl)amino]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 ($C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$: 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 液は透明で、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 ナトリウム三水和物溶液(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、液は透明である。

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°C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°C, 4時間)。

43 定量法 本品約0.25 gを精密に量り、10°C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°C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 プン試液1 mL)。

49 0.05 mol/Lヨウ素液1 mL = 16.67 mg $C_{13}H_{16}N_3NaO_4S$

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～微黄色透明の液である。

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、よく振り混せて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)

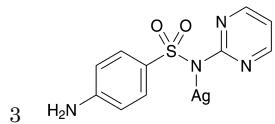
46 貯法

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 $C_{10}H_9AgN_4O_2S$: 357.14

5 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ど
12 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°C(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 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
20 ころに同様の強度の吸収を認める。

21 純度試験

(1) 硝酸塩 本品1.0 gを水250 mLに加え、50分間振り混
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、クロモトロープ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)。

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

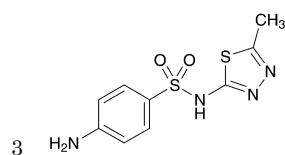
75 貯法

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 C₉H₁₀N₄O₂S₂ : 270.33

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

6 2-yl)benzenesulfonamide

7 [I44-82-1]

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 (C₉H₁₀N₄O₂S₂) 99.0%以上を含む。

10 性状 本品は白色～帯黃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°C

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、液は無色透明である。

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 μL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ト
35 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°C, 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°C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 C₉H₁₀N₄O₂S₂

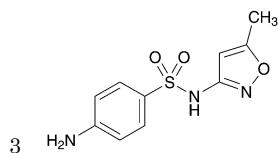
48 貯法

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 C₁₀H₁₁N₃O₃S : 253.28

5 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(C₁₀H₁₁N₃O₃S) 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、液は無色透明である。

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。

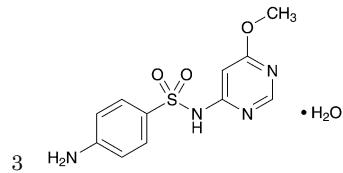
50 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液1 mL=25.33 mg C₁₀H₁₁N₃O₃S

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ン水和物
2 Sulfamonomethoxine Hydrate



- 4 C₁₁H₁₂N₄O₃S · H₂O : 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シン(C₁₁H₁₂N₄O₃S : 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。

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°C

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～微黄色透明である。
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、液は透明である。

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
30 ル(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 μL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大きくなく、かつ濃くない。

39 乾燥減量(2.41) 4.5～6.5%(1 g, 105°C, 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°C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 C₁₁H₁₂N₄O₃S

47 貯法

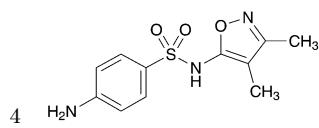
48 保存条件 遮光して保存する。

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($C_{11}H_{13}N_3O_3S$) 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、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、メタノールにやや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、酢酸(100)に溶けにくく、水又はジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

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を加えて溶かし、硫酸銅(II)試液2 ~ 3滴を加え、よく振り混ぜる。これにクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は青緑色を呈する。

27 (3) 本品0.01 gをピリジン1 mLに溶かし、硫酸銅(II)試液2滴を加えて振り混ぜる。さらに水3 mL及びクロロホルム5 mLを加えて振り混ぜ、放置するとき、クロロホルム層は淡黄褐色を呈する。

31 (4) 本品0.5 gに酢酸(100)2 mLを加え、還流冷却器を付けて加熱して溶かし、無水酢酸1 mLを加えて10分間煮沸する。これに水10 mLを加えて冷却した後、更に水酸化ナトリウム溶液(3→10)約7 mLを加えてアルカリ性とし、必要ならばろ過する。この液に直ちに酢酸(100)を滴加して酸性とし、生じた沈殿をろ取り、メタノールから再結晶し、105°Cで1時間乾燥するとき、その融点(2.60)は208 ~ 210°Cである。

38 融点(2.60) 192 ~ 196°C(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°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にメチルレット試液2滴及び0.1 mol/L水酸化ナトリウム液0.20 mLを加えるとき、液は黄色を呈する。

46 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(2 g, 105°C, 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50 mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.2 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(指示薬: フェノールフタレン試液3滴)。別にメタノール50 mLに水18 mLを加えた液につき、同様の方法で空試験を行い、補正する。

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

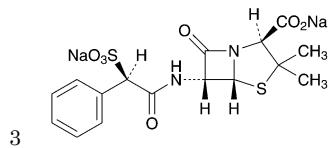
54 貯法

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 $C_{16}H_{18}N_2Na_2O_7S_2$: 458.42

5 Disodium (2S,5R,6R)-3,3-dimethyl-7-oxo-6-[(2R)-2-

6 phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-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 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、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(力値)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) (I.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 微黄色透明である。

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 μ L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 μ m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°C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 μ L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 μ L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 μ L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値試験法
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(i)を用いる。ただし、滅菌後の
73 pHは6.4～6.6とする。

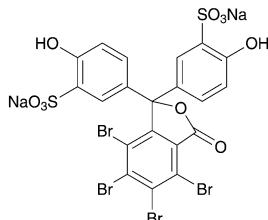
74 (iii) 標準溶液 スルベニシリンナトリウム標準品約50
75 mg(力値)に対応する量を精密に量り、pH 6.0のリン酸塩緩
76 衡液に溶かして正確に50 mLとし、標準原液とする。標準原液
77 は凍結して保存し、4日以内に使用する。用時、標準原液
78 適量を正確に量り、pH 6.0のリン酸塩緩衝液を加えて1 mL
79 中に40 μ g(力値)及び10 μ g(力値)を含む液を調製し、高濃度
80 標準溶液及び低濃度標準溶液とする。

81 (iv) 試料溶液 本品約50 mg(力値)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 μ g(力値)及び10 μ g(力値)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 スルホプ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、スルホプロモフタレインナトリウム($C_{20}H_8Br_4Na_2O_{10}S_2$) 96.0 ~ 104.0%を含む。

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1 mLを加えるとき、液は青紫色を呈し、これに希塩酸1 mLを加えるとき、液の色は消える。

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

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 ~ 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~微黄色透明である。

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滴を加え、沸騰するまで加熱し、これに熱塩化バリウム試液1 mLを加え、1分間後に観察するとき、液は透明である。

36 (4) カルシウム 本品約5 gを精密に量り、磁製皿に入れ、弱く加熱して炭化した後、700 ~ 750°Cに強熱して炭化する。冷後、希塩酸10 mLを加え、水浴上で5分間加熱した後、内容物を50 mLの水を用いてフラスコに移し、8 mol/L水酸化カリウム試液5 mL及びNN指示薬0.1 gを加えた後、0.01 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム液で滴定(2.50)する。ただし、滴定の終点は液の赤紫色が青色に変わるとときとする。

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°C, 3時間)。

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

50 定量法 本品を乾燥し、その約0.1 gを精密に量り、水に溶かし、正確に500 mLとする。この液5 mLを正確に量り、無水炭酸ナトリウム溶液(1→100)を加えて正確に200 mLとする。この液につき、水を対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長580 nm付近の吸収極大の波長における吸光度Aを測定する。

56 スルホプ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 スルホプロモフタレインナトリウム注射
2 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

6 るスルホプ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「スルホプ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～微黄色透明の液である。

11 pH : 5.0～6.0

12 確認試験

13 (1) 本品の「スルホプ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「スルホプ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「スルホプ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「スルホブ
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 本品のスルホプ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「スルホプロモフタ
27 レインナトリウム」の定量法を準用する。

28 スルホプ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

3 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
4 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、
5 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
6 ルモン)作用を有する。

7 本品は1 mg当たり40卵胞刺激ホルモン単位以上を含む。

8 性状 本品は白色～微黄色の粉末である。

9 本品は水にやや溶けやすい。

10 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
11 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
12 ルモン単位に対する比率は1以下である。

13 (i) 試験動物 体重約45～65 gの健康な雄シロネズミを
14 用いる。

15 (ii) 標準溶液 ヒト下垂体性性腺刺激ホルモン標準品を
16 pH 7.2のウシ血清アルブミン・塩化ナトリウム・リン酸塩
17 緩衝液に溶かし、1.0 mL中に10, 20及び40黄体形成ホルモ
18 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
19 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
20 る。試験の結果に基づき精のうの質量が20～35 mgになると
21 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
22 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
23 ュム・リン酸塩緩衝液を加えて1.5～2.0倍容量に希釈して
24 低用量標準溶液 S_L とする。

25 (iii) 試料溶液 本品の適量を精密に量り、高用量標準溶液
26 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
27 ン・塩化ナトリウム・リン酸塩緩衝液に溶かし、高用量試料
28 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
29 様に希釈して低用量試料溶液 T_L とする。

30 調製した標準溶液及び試料溶液は2～8°Cに保存する。

31 (iv) 操作法 試験動物を1群10匹以上で各群同数のA, B,
32 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
33 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
34 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
35 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。
36 (v) 計算法 定量法の(v)を準用する。ただし、卵巣質量
37 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
38 単位に読み替える。

39 水分 (2.48) 5.0%以下(0.2 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

40 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
41 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、
42 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
43 EU未満である。

44 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
45 ク質1 mg当たり50卵胞刺激ホルモン単位以上を含む。

46 (i) 試料溶液 本品約10 mgを精密に量り、水を加え、そ
47 の1 mL中に正確に200 µgを含むように溶かし、試料溶液と
48 する。

49 (ii) 標準溶液 ウシ血清アルブミン約10 mgを精密に量り、
50 水に溶かし、正確に20 mLとする。この液に水を加え、1

51 mL中にウシ血清アルブミンをそれぞれ正確に300, 200,
52 100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
54 管に各標準溶液及び試料溶液0.5 mLずつを、正確にとる。
55 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、
56 30°Cの水浴中で10分間加温した後、薄めたフォリン試液(1
57 →2) 0.5 mLを正確に加えて振り混ぜ、30°Cの水浴中で20分
58 間加温する。これらの液につき、水0.5 mLを用いて同様に
59 操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24)
60 により試験を行い、波長750 nmにおける吸光度を測定する。

61 各標準溶液から得た吸光度から、縦軸を吸光度、横軸を濃
62 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
63 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
64 計算する。

65 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
67 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
69 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,
70 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
71 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
72 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
73 量がほぼ120～160 mgになると推定される標準品の濃度を
74 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
75 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
76 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
78 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
79 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
80 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,
82 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
83 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
84 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
85 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
86 組織を分離し、ろ紙で付着する水を軽く吸いとり、直ちに
87 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
89 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
90 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。

91 本品1 mg中の卵胞刺激ホルモン単位数

$$92 = \text{antilog } M \times (S_H \text{ 1 mL中の単位数}) \times b/a$$

$$93 M = IY_a / Y_b$$

$$94 I = \log (S_H / S_L) = \log (T_H / T_L)$$

$$95 Y_a = -Y_1 - Y_2 + Y_3 + Y_4$$

$$96 Y_b = Y_1 - Y_2 + Y_3 - Y_4$$

97 a : 本品の秤取量(mg)

98 b : 本品をヒト絨毛性性腺刺激ホルモン試液に溶かし、高
99 用量試料溶液を製したときの全容量(mL)

100 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 ($P=$
101 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、
102

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

108 $\sum y^2$: 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 $C = Y_b^2 / (Y_b^2 - 4fs^2 t^2)$

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 本品は健康な妊娠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～淡黄色透明である。

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、一日二回ずつ腔分泌物をとり、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(5.0I)するとき、発情像を認めない。

27 乾燥減量(2.4I) 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(4.0I) 0.03 EU/単位未満。

30 異常毒性否定試験 本品の適量をとり、生理食塩液を加えて、
 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なうとき、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°C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°C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る、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)の操作法に従つ
 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 等容量中に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_1 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_1 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 $s^2 = \{\sum y^2 - (Y/f)\}/n$
 103 $\sum y^2$: 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 = 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 本品は無色透明の液で、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 本品は無色透明の揮発性の液で、蛍光がなく、特異なにおいがある。

5 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。

6 本品は水にほとんど溶けない。

7 本品は極めて引火しやすい。

8 比重 d_{20}^{20} : 0.65 ~ 0.71

9 純度試験

10 (1) 酸 本品10 mLに水5 mLを加え、2分間激しく振り混ぜて放置する。分離した水層は潤した青色リトマス紙を赤変しない。

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

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

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

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

15 (6) 硫酸呈色物 本品5 mLをネスラー管にとり、硫酸呈色物用硫酸5 mLを加え、5分間激しく振り混ぜて放置すると、硫酸層の色は色の比較液Aより濃くない。

16 蒸留試験 (2.57) 50 ~ 80°C, 90 vol%以上。

17 貯法

18 保存条件 火気を避け、30°C以下で保存する。

19 容器 気密容器。

1 セタノール

2 Cetanol

3 本品は固体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 かに特異なにおいがあり、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°C(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°C低い温度に達したとき、1分間に1°C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に加温して
26 溶かすとき、液は澄明である。

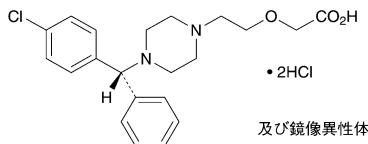
27 (2) アルカリ (1)の液にフェノールフタレイン試液2滴を
28 加えるとき、液は赤色を呈しない。

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-{(RS)-4-Chlorophenyl}(phenyl)methyl)piperazin-

6 1-yl}ethoxy)acetic acid dihydrochloride

7 [8388I-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。

21 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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

27 純度試験 類縁物質 本品0.10 gを移動相50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、試料溶液のセチリジン以外のピークの面積は、標準溶液のセチリジンのピーク面積より大きくなない。また、試料溶液のセチリジン以外のピークの合計面積は、標準溶液のセチリジンのピーク面積の2.5倍より大きくなない。

38 試験条件

39 検出器：紫外吸光度計(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 μ mの液体クロマトグラフィー用シリカゲルを充填する。

43 カラム温度：25°C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 →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、移動相を加えて正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセチリジンのピーク面積が、標準溶液のセチリジンのピーク面積の35 ~ 65%になることを確認する。

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

61 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、セチリジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

64 乾燥減量(2.41) 0.5%以下(1 g, 減圧, 60°C, 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、アセトニトリル／水混液(7:3)70 mLに溶かし、0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する(電位差滴定法)。ただし、滴定の終点は第二当量点とする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

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

3 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。
 5 製法 本品は「セチリジン塩酸塩」をとり、錠剤の製法により
 6 製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、「セチリジン塩酸塩」10 mgに対応する量をとり、0.1 mol/L塩酸試液約70 mLを加えて振り混ぜた後、0.1 mol/L塩酸試液を加えて100 mLとし、ろ過する。ろ液4 mLに0.1 mol/L塩酸試液を加えて25 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長230～234 nmに吸収の極大を示す。

13 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。

15 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。別に定量用セチリジン塩酸塩を60°C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。

25 セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)の量(mg)
 26 $= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 100$

27 M_S : 定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)

28 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)

30 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。

34 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°C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。

46 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(%)
 47 $= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 18$

49 M_S : 定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)
 50 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)

52 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°C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。

71 セチリジン塩酸塩($C_{21}H_{25}ClN_2O_3 \cdot 2HCl$)の量(mg)
 72 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 1 / 2$

73 M_S : 定量用セチリジン塩酸塩の秤取量(mg)

74 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)

76 試験条件

77 検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)

78 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。

81 カラム温度：25°C付近の一定温度

82 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。

85 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。

87 システム適合性

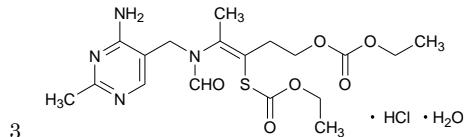
88 システムの性能：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、セチリジン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は7以上である。

91 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。

95 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 $C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl \cdot H_2O$: 480.965 (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、セトチアミン塩酸塩($C_{18}H_{26}N_4O_6S \cdot HCl$: 462.95) 98.0 ~ 102.0%を含む。

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、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°C(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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセトチアミン塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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トチアミン塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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

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)の色の比較原液1.5 mL、塩化鉄(III)の色の比較原液36 mL及び薄めた希塩酸(1→10)12.5 mLをそれぞれ正確に量り、混合する。この液1 mLを正確に量り、薄めた希塩酸(1→10)で正確に100 mLとする。

39 (2) 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に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)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセトチアミン以外のピークの面積は、標準溶液のセトチアミンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセトチアミン以外

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(別途本品と同様の方法で水分(2.48)を測定しておく)約30 mgずつを精密に量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えて溶かし、水/メタノール混液(1:1)を加えて50 mLとする。この液2 mLずつに水/メタノール混液(1:1)を加えて10 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 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トチアミンのピーク面積の比 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 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。

88 カラム温度：25°C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を薄めた酢酸(100)(1→100)に溶かし、1000 mLとする。この液1容量にメタノール1容量を加える。

92 流量：セトチアミンの保持時間が約10分になるように調整する。

94 システム適合性

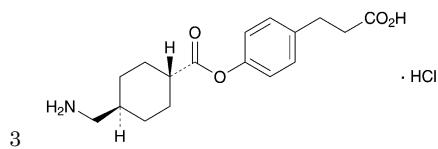
95 システムの性能：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で
96 操作するとき、セトチアミン、内標準物質の順に溶出
97 し、その分離度は5以上である。

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



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°C(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0.5gを水/2-プロパノール混液(1:1)5mLに加
21 温して溶かし、25°C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°Cで1時
23 間乾燥したものにつき、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0.10gを水10mLに溶かし、試料溶液と
31 する。この液5mLを正確に量り、水を加えて正確に100mL
32 とする。この液2mL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10μLず
34 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 μm
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°C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 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99

流量：セトラキサートの保持時間が約10分になるよう
に調整する。

システム適合性

システムの性能：本品0.02 g及びフェノール0.01 gを水
100 mLに溶かす。この液2 mLをとり、水を加えて20
mLとする。この液10 μLにつき、上記の条件で操作
するとき、セトラキサート、フェノールの順に溶出し、
その分離度は5以上である。

システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
で試験を6回繰り返すとき、セトラキサートのピーク
面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

(2) 3-(p-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 本品0.10
gに内標準溶液2 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて
溶かして10 mLとし、試料溶液とする。別に3-(p-ヒドロ
キシフェニル)プロピオン酸25 mgをメタノールに溶かし、
正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶
液2 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて10 mLとし、
標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の
条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、
内標準物質のピーク面積に対する3-(p-ヒドロキシフェニ
ル)プロピオン酸のピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、
 Q_T は Q_S より大きくない。

内標準溶液 カフェインのメタノール溶液(1→4000)
試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：230 nm)
カラム：内径6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 μm
の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
リカゲルを充填する。

カラム温度：40°C付近の一定温度
移動相：水/メタノール/0.5 mol/L酢酸アンモニウム
試液混液(15:5:2)に酢酸(31)を加えてpH 5.5に調整
する。

流量：3-(p-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の保持
時間が約7分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液10 μLにつき、上記の条件で
操作するとき、3-(p-ヒドロキシフェニル)プロピオ
ン酸、内標準物質の順に溶出し、その分離度は5以上
である。

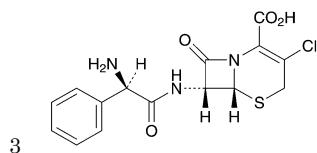
システムの再現性：標準溶液10 μLにつき、上記の条件
で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
に対する3-(p-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸の
ピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

(3) 類縁物質 本品0.10 gをメタノール10 mLに溶かし、
試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを
加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。これらの液に
つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。
試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフィー
用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に
クロロホルム/メタノール/酢酸(100)混液(20:4:3)を展
開溶媒として約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これ
にニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、90°C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°C, 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 C₁₇H₂₃NO₄ · HCl
112 貯法 容器 気密容器。

1 セファクロル

2 Cefaclor

3 $C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$: 367.81

5 (6R,7R)-7-[(2R)-2-Amino-2-phenylacetylamino]-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 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファクロ
11 ル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)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、本品のスペクト
18 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
19 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) $[\alpha]_D^{20} : +105 \sim +120^\circ$ (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 μ L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 μ L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 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：25°C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
59 一用アセトニトリル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：溶液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
68 ネ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 μ L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 μ L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 μ L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 μ Lにつき、
87 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($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[μ g(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°C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

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、カプセル剤の製法によ
り製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、「セファクロル」20
8 mg(力価)に対応する量をとり、水10 mLを加えて激しく振り
9 混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にセフ
10 アクロル標準品20 mgを水10 mLに溶かし、標準溶液とする。
11 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
12 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
13 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
14 層板にスポットする。次にアセトニトリル／水／酢酸エチル
15 ／ギ酸混液(30:10:10:1)を展開溶媒として約10 cm展開
16 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)
17 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
18 から得たスポットの R_f 値は等しい。

19 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
20 量り、内容物を取り出し、必要ならば粉末とする。カプセル
21 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
22 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
23 に量り、内容物の質量を計算する。本品の「セファクロル」
24 約0.25 g(力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の0.1
25 mol/Lリン酸塩緩衝液40 mLを加えて10分間振り混ぜた後、
26 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
27 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
28 めのろ液1 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセ
29 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
30 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mLとする。この
31 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
32 を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び
33 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
34 グラフィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々
35 のピーク面積を自動積分法により測定する。次式により、
36 個々の類縁物質の量を求めるとき、0.5%以下である。また、
37 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
38 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
39 ラインの変動を補正する。

40 個々の類縁物質の量(%)

$$= M_s / M_T \times A_T / A_s \times M_M / C \times 25 / 2$$

42 類縁物質の合計量(%)

$$= M_s / M_T \times \sum A_T / A_s \times M_M / C \times 25 / 2$$

44 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

45 M_T : 本品の内容物の秤取量(mg)

46 M_M : 1カプセル中の平均内容物質量(mg)

47 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
48 の個々のピーク面積

49 A_s : 標準溶液のセファクロルのピーク面積

50 C : 1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

51 試験条件

52 「セファクロル」の純度試験の試験条件を準用する。

53 システム適合性

54 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
55 操作するとき、セファクロルのピークの理論段数及び
56 シンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、0.8～
57 1.3である。

58 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
59 で試験を3回繰り返すとき、セファクロルのピーク面
60 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

61 検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、pH 4.5の0.1
62 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。
63 この液20 μ Lから得たセファクロルのピーク面積が標
64 準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%に
65 なることを確認する。

66 水分(2.48) 8.0%以下(0.2 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

67 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

68 溶出性(6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
69 每分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は
70 80%以上である。

71 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
72 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
73 でろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V mL
74 を正確に量り、1 mL中に「セファクロル」約20 μ g(力価)を
75 含む液となるように水を加えて正確に V' mLとし、試料溶
76 液とする。別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応す
77 る量を精密に量り、水に溶かし、正確に20 mLとする。この
78 液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準
79 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
80 測定法(2.24)により試験を行い、波長265 nmにおける吸光
81 度 A_T 及び A_s を測定する。

82 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_s \times A_T / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

84 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

85 C : 1カプセル中の「セファクロル」の表示量[mg(力価)]

86 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
87 を取り出し、必要ならば粉末とする。カプセルは、必要なら
88 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
89 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
90 物の質量を計算する。「セファクロル」約0.1 g(力価)に対応
91 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
92 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
93 リン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、遠心分離する。
94 この上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に
95 加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50
96 mLとし、試料溶液とする。別にセファクロル標準品約50
97 mg(力価)を精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
98 に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
99 内標準溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリ
100 ン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、標準溶液とする。以下
101 「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(力値)]
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(力値)]
- 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

3 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
4 ある。

5 本品は定量するとき、表示された全力値及び胃溶性顆粒の
6 力値のそれぞれ90.0～110.0%に対応するセファクロル
7 ($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$: 367.81)を含む。

8 製法 本品は「セファクロル」をとり、顆粒剤の製法により製
9 し、分包する。

10 確認試験 本品の表示全力値に従い「セファクロル」 20
11 mg(力値)に対応する量をとり、水10 mLを加えて激しく振り
12 混ぜた後、遠心分離し、上澄液を試料溶液とする。別にセフ
13 アクロル標準品20 mgを水10 mLに溶かし、標準溶液とする。
14 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
15 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
16 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
17 層板にスポットする。次にアセトニトリル／水／酢酸エチル
18 ／ギ酸混液(30:10:10:1)を展開溶媒として約10 cm展開
19 した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254 nm)
20 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
21 から得たスポットの R_f 値は等しい。

22 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
23 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
24 粉碎した後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え、10
25 分間激しく振り混ぜた後、表示全力値に従い1 mL中に「セ
26 ファクロル」約5 mg(力値)を含む液となるようにpH 4.5の
27 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
28 液10 mLを正確に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液
29 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
30 フィルターでろ過する。初めのろ液1 mLを除き、次のろ
31 液を試料溶液とする。別にセファクロル標準品約20 mg(力
32 値)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩
33 緩衝液に溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確
34 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
35 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液50
36 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
37 (2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々のピーク面
38 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
39 質の量を求めるとき、0.6%以下である。また、類縁物質の
40 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
41 ネ酸塩緩衝液50 μ Lにつき同様に操作し、ベースラインの変
42 動を補正する。

43 個々の類縁物質の量(%)

$$44 = M_s \times A_t / A_s \times V / 4 \times \{1 / (C \times T)\}$$

45 類縁物質の合計量(%)

$$46 = M_s \times \Sigma A_t / A_s \times V / 4 \times \{1 / (C \times T)\}$$

47 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力値)]

48 A_t : 試料溶液のセファクロル、溶媒及び製剤配合成分由
49 来のピーク以外の各ピーク面積

50 ΣA_t : 試料溶液のセファクロル、溶媒及び製剤配合成分
51 由来のピーク以外のピークの合計面積

52 A_s : 標準溶液のセファクロルのピーク面積

53 C : 1包中の「セファクロル」の表示全力値[mg(力値)]

54 T : 採取包数(包)

55 試験条件

56 「セファクロル」の純度試験の試験条件を準用する。

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、pH 4.5の0.1
59 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。
60 この液50 μ Lから得たセファクロルのピーク面積が、
61 標準溶液のセファクロルのピーク面積の3.5～6.5%
62 になることを確認する。

63 システムの性能 : 標準溶液50 μ Lにつき、上記の条件で
64 操作するとき、セファクロルのピークの理論段数及び
65 シンメトリー係数は、それぞれ40000段以上、0.8～
66 1.3である。

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

70 水分 (2.48) 5.5%以下(0.3 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

71 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
72 き、適合する。

73 (1) 全力値 本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、
74 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
75 後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて10分間激
76 しく振り混ぜ、表示全力値に従い1 mL中に「セファクロル」
77 約3.8 mg(力値)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン
78 酸塩緩衝液を加えて正確に V mLとし、遠心分離する。上澄
79 液3 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、
80 pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試
81 料溶液とする。別にセファクロル標準品約50 mg(力値)に対
82 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
83 に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを正確に量り、
84 内標準溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリ
85 ネ酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、標準溶液とする。以下
86 「セファクロル」の定量法を準用する。

87 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力値)]
88 $= M_s \times Q_t / Q_s \times V / 15$

89 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力値)]

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

92 (2) 胃溶性顆粒の力値 本品1包をとり、その内容物の全
93 量を取り出し、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを
94 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
95 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
96 力値に従い1 mL中に「セファクロル」約1.5 mg(力値)を含
97 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
98 て正確に V mLとし、遠心分離する。上澄液7 mLを正確に
99 量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1
100 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試料溶液とする。
101 別にセファクロル標準品約50 mg(力値)に対応する量を精密

102 に量り, pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし, 正確
 103 に50 mLとする. この液10 mLを正確に量り, 内標準溶液10
 104 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
 105 加えて50 mLとし, 標準溶液とする. 以下「セファクロル」
 106 の定量法を準用する.

107 セファクロル($C_{15}H_{14}ClN_3O_4S$)の量[mg(力価)]
 108 $= M_s \times Q_t / Q_s \times V / 35$

109 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

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

112 溶出性 〈6.10〉 試験液に溶出試験第1液900 mLを用い, パド
 113 ル法により, 每分50回転で試験を行うとき, 本品の60分間
 114 の溶出率は35 ~ 45%である.

115 本品1包をとり, 内容物の全量を取り出し, 試験を開始し,
 116 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
 117 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
 118 を除き, 次のろ液V mLを正確に量り, 表示された胃溶性顆
 119 粒の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約20 μ g(力価)を
 120 含む液となるように試験液を加えて正確にV' mLとし, 試
 121 料溶液とする. 別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対
 122 応する量を精密に量り, 試験液に溶かし, 正確に20 mLとす
 123 る. この液2 mLを正確に量り, 試験液を加えて正確に100
 124 mLとし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液につき,
 125 紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い, 波長265
 126 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

127 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(%)
 128 $= M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 90$

129 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

130 C : 1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

131 また, 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い, パドル法に
 132 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
 133 は70%以上である.

134 本品1包をとり, 内容物の全量を取り出し, 試験を開始し,
 135 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
 136 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
 137 を除き, 次のろ液V mLを正確に量り, 表示全力価に従い1
 138 mL中に「セファクロル」約20 μ g(力価)を含む液となるよう
 139 に0.01 mol/L塩酸試液を加えて正確にV' mLとし, 試料溶液
 140 とする. 別にセファクロル標準品約20 mg(力価)に対応する
 141 量を精密に量り, 試験液に溶かし, 正確に100 mLとし,
 142 37°Cで60分間加温する. この液2 mLを正確に量り, 0.01
 143 mol/L塩酸試液を加えて正確に20 mLとし, 標準溶液とする.
 144 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
 145 し, 紫外可視吸光度測定法 〈2.24〉 により試験を行い, 波長
 146 265 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する.

147 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(%)
 148 $= M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 90$

149 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

150 C : 1包中の「セファクロル」の表示全力価[mg(力価)]

151 定量法

152 (1) 全力価 本品5包以上をとり, 内容物の全量を取り出
 153 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
 154 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
 155 激しく振り混ぜ, 正確に希釈し, 表示全力価に従い1 mL中
 156 に「セファクロル」約5 mg(力価)を含む液を調製し, 遠心分
 157 離する. 上澄液2 mLを正確に量り, 内標準溶液10 mLを正
 158 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
 159 50 mLとし, 試料溶液とする. 別にセファクロル標準品約50
 160 mg(力価)に対応する量を精密に量り, pH 4.5の0.1 mol/Lリ
 161 ン酸塩緩衝液に溶かし, 正確に50 mLとする. この液10 mL
 162 を正確に量り, 内標準溶液10 mLを正確に加えた後, pH 4.5
 163 の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし, 標準溶液
 164 とする. 以下「セファクロル」の定量法を準用する.

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

166 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 1 / 5$

167 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

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

170 (2) 胃溶性顆粒の力価 本品5包以上をとり, 内容物の全
 171 量を取り出し, pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液約100 mL
 172 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
 173 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
 174 の力価に従い1 mL中に「セファクロル」約2 mg(力価)を含
 175 む液を調製し, 遠心分離する. 上澄液5 mLを正確に量り,
 176 内標準溶液10 mLを正確に加えた後, pH 4.5の0.1 mol/Lリ
 177 ン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし, 試料溶液とする. 別にセ
 178 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,
 179 pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし, 正確に50 mL
 180 とする. この液10 mLを正確に量り, 内標準溶液10 mLを正
 181 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
 182 50 mLとし, 標準溶液とする. 以下「セファクロル」の定量
 183 法を準用する.

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

185 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 1 / 5$

186 M_s : セファクロル標準品の秤取量[mg(力価)]

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

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のメンプ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 mL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 每分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以下のメンプランフィルターでろ過す
 68 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)

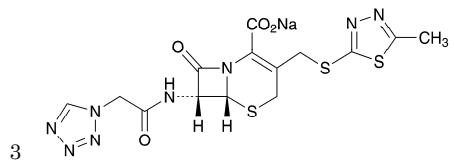
99 貯法

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 $C_{14}H_{13}N_8NaO_4S_3$: 476.49

5 Monosodium (6R,7R)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanyl)methyl)-8-oxo-7-[2-(1H-tetrazol-1-yl)acetyl]amino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-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900～975 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$: 454.51)としての量を質量(力値)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。本品は水又はホルムアミドに溶けやすく、メタノールに溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

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。

21 (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。

25 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-*d*₄を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 2.7 ppm付近及びδ 9.3 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し、各シグナルの面積強度比A:Bはほぼ3:1である。

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) $[\alpha]_D^{20} : -19 \sim -23^\circ$ (脱水物に換算したもの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4.0～6.3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～微黄色澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.35以下である。ただし、試験は溶液を調製した後、10分以内に行う。

43 (2) 類縁物質 本品0.10 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液は用時製する。試料溶液5 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積を自動積分法により測定し、面積百分率法によりセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピーク以外のピークの面積を求めるとき、それぞれ1.5%以下であり、セファゾリン以外のピークの合計面積は2.5%以下である。ただし、セファゾリンに対する相対保持時間約0.2のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数1.43を乗じた値とする。

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ァゾリンの保持時間の約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。検出の確認：セファゾリン標準品約80 mgをとり、pH

7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、100 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。この液5 μ Lから得たセファゾリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の3～7%になることを確認する。

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

74 水分(2.48) 2.5%以下(1 g、容量滴定法、直接滴定。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド／水分測定用メタノール混液(2:1)を用いる)。

77 定量法 本品及びセファゾリン標準品約20 mg(力値)に対応する量を精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かして正確に20 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 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($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[μ g(力値)]
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(力値)]

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 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。

93 カラム温度：25°C付近の一定温度

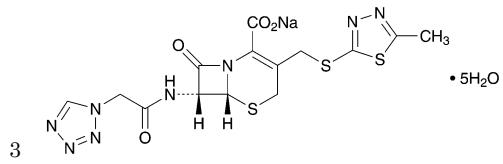
94 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物2.27 g及び
95 クエン酸一水和物0.47 gを水に溶かして935 mLとし、
96 この液にアセトニトリル65 mLを加える。

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

4 $C_{14}H_{14}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O$: 566.57

5 Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanyl)-8-oxo-7-[2-(1*H*-tetrazol-1-yl)acetyl]amino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-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920～975 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$: 454.51)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～微帶黃白色的結晶である。

14 本品は水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

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。

22 (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。

26 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-*d*₄を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 2.7 ppm付近及びδ 9.3 ppm付近にそれぞれ单一線のシグナルA及びBを示し、各シグナルの面積強度比A:Bはほぼ3:1である。

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4.8～6.3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、液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.15以下である。

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 衡液20 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液5 μ L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 μ L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
 69 とを確認する。

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 μ L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 μ L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 ゾ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 μ L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[μ g(力価)]

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

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 μ m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°C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差
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、表示された力値の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(力値)
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(力値)
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分以内に
25 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(力値)に対応する量をとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
28 衡液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(力値)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。

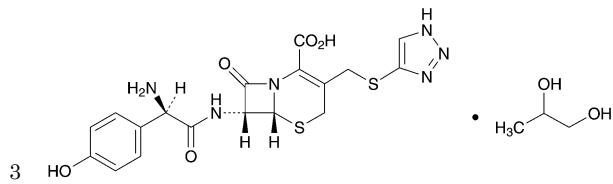
64 無菌(4.06) メンプランフィルター法により試験を行うとき、
65 適合する。66 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。
67 「セファゾリンナトリウム」約50 mg(力値)に対応する量を
68 精密に量り、内標準溶液に溶かして正確に50 mLとし、試料
69 溶液とする。別にセファゾリン標準品の約50 mg(力値)に対
70 応する量を精密に量り、内標準溶液に溶かして正確に50 mL
71 とし、標準溶液とする。以下「セファゾリンナトリウム」の
72 定量法を準用する。73 セファゾリン($C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$)の量[mg(力値)]

74 $= M_s \times Q_t / Q_s$

75 M_s ：セファゾリン標準品の秤取量[mg(力値)]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 C₁₈H₁₈N₆O₅S₂ • C₃H₈O₂ : 538.60

5 (6R,7R)-7-[(2R)-2-Amino-2-(4-

6 hydroxyphenyl)acetyl]amino-8-oxo-3-[2-(1H-1,2,3-

7 triazol-4-yl)sulfanyl]methyl]-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(C₁₈H₁₈N₆O₅S₂ : 462.50)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～帶黃白色の粉末である。

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、本品のスペクト
20 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ール
27 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ニ
32 酸ナトリウム-d₄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付近に
34 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) [α]_D²⁰ : +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°C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(C₁₈H₁₈N₆O₅S₂)の量[µg(力価)]

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

59 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
60 量[mg(力価)]

61 試験条件

62 検出器：紫外吸光度計(測定波長: 270 nm)

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

66 カラム温度：40°C付近の一定温度

67 移動相：リン酸二水素カリウム溶液(17→12500)／メタ
68 ノール混液(17:3)

69 流量：セファトリジンの保持時間が約11分になるよう
70 に調整する。

71 システム適合性

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

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

80 81 貯法 容器 気密容器。

1 シロップ用セファトリジンプロピレング
2 リコール

3 Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

4 本品は用時溶解して用いるシロップ用剤である。

5 本品は定量するとき、表示された力値の90.0～105.0%に

6 対応するセファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$: 462.50)を含む。

7 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、
8 シロップ用剤の製法により製する。

9 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
10 コール」10 mg(力値)に対応する量をとり、水10 mLに溶か
11 す。この液2 mLに水を加えて100 mLとした液につき、紫外
12 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
13 とき、波長225～229 nm及び266～271 nmに吸収の極大
14 を示す。

15 pH(2.54) 本品の「セファトリジンプロピレングリコール」
16 0.4 g(力値)に対応する量をとり、水10 mLに懸濁した液の
17 pHは4.0～6.0である。

18 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
19 の液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標
20 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
21 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験
22 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
23 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
24 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
25 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
26 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
27 大きくない。

28 試験条件

29 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セファ
30 トリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件
31 を準用する。

32 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファトリジンの
33 保持時間の約2.5倍までの範囲

34 システム適合性

35 システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコ
36 ル」の定量法のシステム適合性を準用する。

37 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、水を加えて
38 正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセファト
39 リジンのピーク面積が、標準溶液のセファトリジンの
40 ピーク面積の15～25%になることを確認する。

41 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
42 で試験を6回繰り返すとき、セファトリジンのピーク
43 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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

46 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
47 ル」約0.1 g(力値)に対応する量を精密に量り、水に溶かし
48 て正確に500 mLとし、試料溶液とする。別にセファトリジ
49 ンプロピレングリコール標準品約20 mg(力値)に対応する量
50 を精密に量り、水に溶かして正確に100 mLとし、標準溶液

51 とする。以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定
52 量法を準用する。

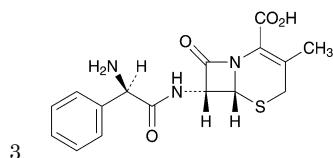
53 セファトリジン($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$)の量[mg(力値)]
54 $= M_S \times A_T / A_S \times 5$

55 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
56 量[mg(力値)]

57 貯法 容器 気密容器。

1 セファレキシン

2 Cefalexin

4 C₁₆H₁₇N₃O₄S : 347.39

5 (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
8 [15686-71-2]

9 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり950～1030 µg(力値)を含む。ただし、本品の力値は、セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)としての量を質量(力値)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。

16 本品は吸湿性である。

17 確認試験

18 (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。

22 (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。

26 (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、δ1.8 ppm付近に単一線のシグナルAを、δ7.5 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。

33 旋光度(2.49) [α]_D²⁰ : +144～+158°(脱水物に換算したもの0.125 g, 水, 25 mL, 100 mm)。

35 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ン以外の各々のピークの面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積よ

46 り大きくない。また、標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1/50より大きいセファレキシン以外のピークの合計面積は標準溶液のセファレキシンのピーク面積の5倍より大きくなない。

50 試験条件

51 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)
52 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。
55 カラム温度：25°C付近の一定温度
56 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。
59 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。
62 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

65 流量：毎分1.0 mL

66 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセファレキシンの保持時間の約2倍までの範囲

68 システム適合性

69 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、リン酸二水素カリウム溶液(9→500)を加えて正確に100 mLとする。この液20 µLから得たセファレキシンのピーク面積が、標準溶液のセファレキシンのピーク面積の1.8～2.2%になることを確認する。

74 システムの性能：標準溶液20 µLにつき、上記の条件で操作するとき、セファレキシンのピークの理論段数及びシングルトリー係数は、それぞれ150000段以上、0.8～1.3である。

78 システムの再現性：標準溶液20 µLにつき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、セファレキシンの保持時間及びピーク面積の相対標準偏差はそれぞれ2.0%以下である。

82 水分(2.48) 8.0%以下(0.2 g、容量滴定法、逆滴定)。

83 定量法 本品及びセファレキシン標準品約25 mg(力値)に対応する量を精密に量り、それぞれをpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に25 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

92 セファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の量[µg(力値)]
93 = M_S × Q_T / Q_S × 1000

94 M_s : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力値)]

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 μ m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°C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: セファレキシンの保持時間が約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 μ Lにつき, 上記の条件で

110 操作するとき, セファレキシン, 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 μ L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ン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 セファレキシンカプセル

2 Cefalexin Capsules

3 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%
4 に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$: 347.39)を含む。

5 製法 本品は「セファレキシン」をとり、カプセル剤の製法に
6 より製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、「セファレキシン」70
8 mg(力価)に対応する量をとり、水25 mLを加えて5分間激し
9 く振り混ぜた後、ろ過する。ろ液1 mLに水を加えて100 mL
10 とした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収
11 スペクトルを測定するとき、波長260～264 nmに吸収の極
12 大を示す。

13 水分 (2.48) 10.0%以下(0.2 g、容量滴定法、逆滴定)。

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、カプセルを開いてpH 4.5の0.1 mol/Lリン
17 酸塩緩衝液3V/5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、
18 1 mL中に「セファレキシン」約1.25 mg(力価)を含む液とな
19 るよう、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確
20 にV mLとする。この液を遠心分離し、上澄液2 mLを正確
21 に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、pH 4.5の0.1
22 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、試料溶液とす
23 る。別にセファレキシン標準品約25 mg(力価)に対応する量
24 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、
25 正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準
26 溶液10 mLを正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩
27 緩衝液を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及
28 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
29 ー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

31 セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力価)]
32 $= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 20$

33 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

34 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
35 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

36 試験条件

37 定量法の試験条件を準用する。

38 システム適合性

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

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

46 溶出性 (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、
47 每分50回転で試験を行うとき、125 mg(力価)カプセルの30
48 分間の溶出率は75%以上であり、250 mg(力価)カプセルの
49 60分間の溶出率は80%以上である。

50 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
51 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
52 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液V
53 mLを正確に量り、1 mL中に「セファレキシン」約22 μ g(力
54 価)を含む液となるように水を加えて正確にV' mLとし、試
55 料溶液とする。別にセファレキシン標準品約22 mg(力価)に
56 対応する量を精密に量り、水に溶かし、正確に50 mLとする。
57 この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、
58 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
59 光度測定法(2.24)により試験を行い、波長262 nmにおける
60 吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

$$61 \text{セファレキシン} (C_{16}H_{17}N_3O_4S) \text{の表示量に対する溶出率} (\%) \\ 62 = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

63 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

64 C : 1カプセル中のセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の表示
65 量[mg(力価)]

66 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量
67 を精密に量り、粉末とする。「セファレキシン」約0.1 g(力
68 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
69 緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、pH 4.5
70 の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、遠
71 心分離する。上澄液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mL
72 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
73 100 mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品
74 約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の0.1
75 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。この
76 液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた
77 後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、
78 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
79 条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、
80 内標準物質のピーク面積に対するセファレキシンのピーク面
81 積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

$$82 \text{セファレキシン} (C_{16}H_{17}N_3O_4S) \text{の量} [\text{mg(力価)}] \\ 83 = M_S \times Q_T / Q_S \times 5$$

84 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

85 内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の
86 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→15000)

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3.0 mm、長さ7.5 cmのステンレス管に3
90 μ m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°C付近の一定温度

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

96 流量：セファレキシンの保持時間が約6分になるように
97 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、セファレキシン、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 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 に対するセファレキ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

3 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
4 ある。

5 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
6 力価のそれぞれ90.0～110.0%に対応するセファレキシン
7 ($C_{16}H_{17}N_3O_4S$: 347.39)を含む。

8 製法 本品は「セファレキシン」をとり、顆粒剤の製法により
9 製し、分包する。

10 確認試験 本品を粉末とし、表示全力価に従い「セファレキシン」30 mg(力価)に対応する量をとり、水100 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液2 mLに水を加えて20 mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長260～264 nmに吸収の極大を示す。

16 水分 (2.48) 5.0%以下(0.5 g、容量滴定法、直接滴定)。

17 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。

19 (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。

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

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

31 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

32 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)

34 (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。

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

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times V / 35$$

45 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

46 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)

48 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。

51 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 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、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 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。

$$\text{セファレキシン} (C_{16}H_{17}N_3O_4S) \text{の表示力価に対する溶出率} (\%) = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

65 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

66 C : 1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg(力価)]

67 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。

71 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 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、表示全力価に従い1 mL中に「セファレキシン」約22 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。

$$\text{セファレキシン} (C_{16}H_{17}N_3O_4S) \text{の表示力価に対する溶出率} (\%) = M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 90$$

85 M_S : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力価)]

86 C : 1包中の「セファレキシン」の表示全力価[mg(力価)]

87 定量法

88 (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 リ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 μ Lにつき, 次の条件で液体クロマトグラ
 101 フィー (2.01) 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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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 μ m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°C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 μ Lにつき, 上記の条件で
 122 操作するとき, セファレキシン, 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 μ L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 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」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($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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ン

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、表示された力値の90.0～110.0%
 5 に対応するセファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$: 347.39)を含む。

6 製法 本品は「セファレキシン」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「セファレキシン」3 mg(力値)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3V/5 mLを加えて10分間激しく振り
 17 混ぜた後、1 mL中に「セファレキシン」約1 mg(力値)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 セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)の量[mg(力値)]
 24 $= M_s \times Q_t / Q_s \times V / 20$

25 M_s : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力値)]

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 每分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「セファレキシン」約0.25 g(力値)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 μ m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 別にセファレキシン標準品約22 mg(力値)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 セファレキシン($C_{16}H_{17}N_3O_4S$)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 : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力値)]

45 M_t : 本品の秤取量(g)

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

48 定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セファレキシン」約
 49 0.1 g(力値)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。別にセファレキシン
 55 標準品約20 mg(力値)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 μ L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ンのピー
 62 ク面積の比 Q_t 及び Q_s を求める。

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

$$= M_s \times Q_t / Q_s \times 5$$

65 M_s : セファレキシン標準品の秤取量[mg(力値)]

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 μ m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°C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：セファレキシンの保持時間が約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 μ Lにつき、上記の条件で
 81 操作するとき、セファレキシン、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 μ L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ンのピーク面積の比の相対標準
 86 偏差は1.0%以下である。

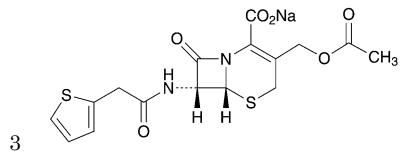
87 貯法

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 (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(thiophen-2-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
6 [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 μ g(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。

14 確認試験

15 (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。

16 (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。

17 (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。

18 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(J.09)を呈する。

19 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{25} : +124 \sim +134$ (5 g, 水, 100 mL, 100 mm).

20 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。

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 μ Lずつを正確に量り、次の条件下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。

57 面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4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、移動相を加えて正確に10 mLとした液10 μ L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。

60 システムの性能：標準溶液を、90°Cの水浴中で10分間
61 加熱後、冷却する。この液2.5 mLを正確に量り、移
62 動相を加えて正確に100 mLとした液10 μ Lにつき、
63 上記の条件で操作するとき、セファロチンに対する相
64 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
65 以上であり、セファロチンのシンメトリー係数は1.8
66 以下である。

67 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
68 で試験を3回繰り返すとき、セファロチンのピーク面
69 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

70 71 水分(2.48) 1.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

72 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
73 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、
74 正確に25 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液
75 及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件下液体クロ
76 マトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の
77 セファロチンのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

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

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

79 M_S : セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力価)]

80 試験条件

81 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

82 カラム：内径4.6 mm, 長さ25 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。

83 カラム温度：40°C付近の一定温度

84 移動相：酢酸ナトリウム三水和物17 gを水790 mLに溶
85 かした液に、酢酸(100) 0.6 mLを加える。必要ならば、
86 薄めた水酸化ナトリウム試液(1→10)又は酢酸(100)を
87 加え、pH 5.9±0.1に調整する。この液に、アセトニ
88 トリル150 mL及びエタノール(95) 70 mLを加える。

89 流量：セファロチンの保持時間が約12分になるように
90 調整する。

91 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、表示された力値の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、注射剤の製法により製する。

7 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。

8 確認試験 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと「セファロチンナトリウム」の参照スペクトル又はセファロチンナトリウム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

9 pH(2.54) 本品の「セファロチンナトリウム」0.5 g(力値)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。

10 純度試験

11 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は透明である。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。

12 (2) 類縁物質 本品の25 mg(力値)に対応する量をとり、移動相に溶かし、25 mLとし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、試料溶液のセファロチン以外のピークの面積は、標準溶液のセファロチンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセファロチン以外のピークの合計面積は、標準溶液のセファロチンのピーク面積の3倍より大きくない。

13 試験条件

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

15 面積測定範囲：セファロチンの保持時間の約4倍の範囲システム適合性

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

17 水分(2.48) 1.0%以下(0.5 g、容量滴定法、逆滴定)。

18 エンドトキシン(4.01) 0.2 EU/mg(力値)未満。

19 製剤均一性(6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

20 不溶性異物(6.06) 第2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、適合する。

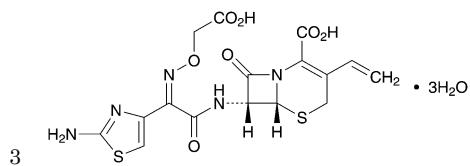
23 定量法 本品10個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「セファロチンナトリウム」約25 mg(力値)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にセファロチンナトリウム標準品約25 mg(力値)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確に25 mL

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

52 53 セファロチン($C_{16}H_{16}N_2O_6S_2$)の量[μ g(力値)]54 $= M_S \times A_T / A_S \times 1000$ 55 56 M_S : セファロチンナトリウム標準品の秤取量[mg(力値)]
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)acetylamino]-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 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$: 453.45)としての量を質量(力値)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)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参考スペクトル又はセフィキシム標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

22 (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考スペクトル又はセフィキシム標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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メチルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液(4:1)0.5 mLに溶かした液につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、 δ 4.7 ppm付近に単一線のシグナルAを、 δ 6.5～7.4 ppm付近に多重線のシグナルBを示し、各シグナルの面積強度比A:Bはほぼ1:1である。

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 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。
39 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
40 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
41 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。

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リン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする。この液10 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%になることを確認する。

58 システムの性能：システム適合性試験用溶液10 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。

62 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。

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(力値)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約20 mg(力値)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mLとする。この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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。

79 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[μ g(力値)]
80 $= M_S \times A_T / A_S \times 5000$

81 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力値)]

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 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。

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液(10→13)25 mLに水を加えて1000 mLとし、この液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 6.5に調整する。

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 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

98 である。
99 システムの再現性：標準溶液10 μ L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

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、カプセル剤の製
6 法により製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、「セフィキシム水和物」
8 70 mg(力価)に対応する量をとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸
9 塩緩衝液100 mLを加え、30分間振り混ぜた後、ろ過する。
10 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
11 て50 mLとする。この液につき、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286～
13 290 nmに吸収の極大を示す。

14 純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、「セフィキシ
15 ム水和物」0.1 g(力価)に対応する量をとり、pH 7.0の0.1
16 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え、30分間振り混ぜた後、
17 ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき、次
18 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。
19 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
20 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
21 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
22 ークの合計量は2.5%以下である。

試験条件

24 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セフ
25 イキシム水和物」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。

システム適合性

29 検出の確認：試料溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1
30 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、
31 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試
32 験用溶液1 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン
33 酸塩緩衝液を加えて正確に10 mLとする。この液10
34 μ Lから得たセフィキシムのピーク面積が、システム
35 適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の7～
36 13%となることを確認する。

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〉 12.0%以下(内容物0.1 g、容量滴定法、直接滴
46 定)。

47 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
48 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

49 本品1個をとり、内容物を取り出し、内容物及びカプセル
50 にpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液7 V/10 mLを加えて

51 30分間振り混ぜた後、1 mL中に「セフィキシム水和物」約
52 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
53 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、
54 上澄液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
55 衡液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にセフ
56 イキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
57 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mL
58 とし、標準溶液とする。以下「セフィキシム水和物」の定量
59 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)]

$$= M_S \times A_T / A_S \times V / 20$$

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pH 7.5のリン酸水素二ナトリウム・
64 クエン酸緩衝液900 mLを用い、シンカーを使用して、パド
65 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、50 mg(力価)カ
66 プセルの60分間の溶出率及び100 mg(力価)カプセルの90分
67 間の溶出率はそれぞれ80%以上である。

68 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
69 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
70 でろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液V
71 mLを正確に量り、1 mL中に「セフィキシム水和物」約56
72 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
73 とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約28
74 mg(力価)に対応する量を精密に量り、試験液に溶かし、正
75 確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、試験液を加
76 えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
77 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
78 フィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のセフィキ
79 シムのピーク面積A_T及びA_Sを測定する。

80 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(%)

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

82 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

83 C : 1カプセル中の「セフィキシム水和物」の表示量
84 [mg(力価)]

試験条件

86 「セフィキシム水和物」の定量法の試験条件を準用する。
87 システム適合性

88 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
89 操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及び
90 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下
91 である。

92 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
93 で試験を6回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面
94 積の相対標準偏差は2.0%以下である。

95 定量法 本品20個以上をとり、内容物を取り出し、その質量
96 を精密に量り、粉末にする。「セフィキシム水和物」約0.1
97 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
98 酸塩緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後、pH 7.0の
99 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
100 液を遠心分離し、上澄液10 mLを正確に量り、pH 7.0の
101 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(力値)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(力値)]

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

108 M_S ：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力値)]

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)に対応する量をとり、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。必要ならばろ過又は遠心分離
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)に対応する量をとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリ
15 ン酸塩緩衝液100 mLを加え、振り混ぜた後、孔径0.45 μm
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 μL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 μL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 μL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 μL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7V/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
58 ン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)]

$$= M_s \times A_t / A_s \times V / 20$$

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 μm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 μL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
75 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
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(%)

$$= M_s / M_t \times A_t / A_s \times 1 / C \times 360$$

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 値)]

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 μL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 μL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
96 ン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
98 ン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(力値)]

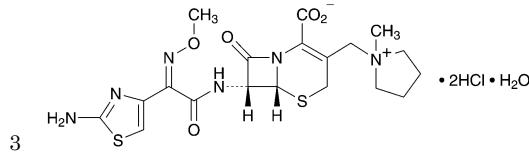
$$104 = M_S \times A_T / A_S \times 5$$

105 M_S : セフィキシム標準品の秤取量[mg(力値)]

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 C₁₉H₂₄N₆O₅S₂ • 2HCl • H₂O : 571.50

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

6 (methoxyimino)acetylamino]-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 (C₁₉H₂₄N₆O₅S₂ : 480.56)としての量を質量(力価)で示す。

13 性状 本品は白色～帯黃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、塩化ヒドロキシルア
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行
28 い、本品のスペクトルとセフェピム塩酸塩標準品のスペクト
29 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 プロピオニ酸ナトリウム-d₄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付近にそれぞれ單一線のシグナル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
39 えるとき、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) [α]_D²⁰ : +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、液は透明で、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、次式により
61 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
74 リカゲルを充填する。

75 カラム温度：35°C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10 147 水酸化カリウム溶液(13→20)を用いてpH 4.0に調整す
99 μm の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル 148 る。この液950 mLにアセトニトリル50 mLを加える。
100 化シリカゲルを充填する。 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
101 カラム温度：25°C付近の一定温度 150 する。
102 移動相A：リン酸二水素アンモニウム0.57 gを水1000 151 システム適合性
103 mLに溶かす。 152 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
104 移動相B：アセトニトリル 153 操作するとき、セフェピムのピークの理論段数は
105 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように 154 1500段以上である。
106 变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分になるように調整 155 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
108 整する。 156 で試験を5回繰り返すとき、セフェピムのピーク面積
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 157 の相対標準偏差は2.0%以下である。
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 158 貯法
112 10 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム 159 保存条件 遮光して保存する。
113 合成性試験用溶液1 mLをとり、移動相Aを加えて 160 容器 密封容器。
114 10 mLとし、検出確認用溶液とする。検出確認用溶液 1 mLを正確に量り、移動相Aを加えて10 mLとする。
115 この液5 μL から得たセフェピムのピーク面積が、検出確認用溶液5 μL から得たピーク面積の7 ~ 13%になることを確認する。
116 システムの性能：システム適合性試験用溶液5 μL につき、上記の条件で操作するとき、セフェピムのピーク 117 の理論段数は6000段以上である。
118 システムの再現性：システム適合性試験用溶液5 μL につき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、セフェ 119 ピムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。
120 水分 〈2.48〉 3.0 ~ 4.5%(本品約50 mgを精密に量り、水分測定用メタノール2 mLを正確に加えて溶かす。この液0.5 mLを正確に量り、試験を行う。電量滴定法)。
121 強熱残分 〈2.44〉 0.1%以下(1 g)。
122 エンドトキシン 〈4.01〉 0.04 EU/mg(力値)未満。
123 定量法 本品及びセフェピム塩酸塩標準品約60 mg(力値)に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー 〈2.01〉 により試験を行い、それぞれの液のセフェピムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

124 セフェピム($\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2$)の量[μg (力値)]

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

125 M_S ：セフェピム塩酸塩標準品の秤取量[mg (力値)]

126 試験条件

127 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

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

129 カラム温度：40°C付近の一定温度

130 移動相：1-ペンタンスルホン酸ナトリウム溶液(261→100000)に酢酸(100)を加えてpH 3.4に調整した後、

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、表示された力値の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ル
11 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(力値)
18 に対応する量をとり、水5 mLに溶かした液のpHは4.0～6.0
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(力値)
22 に対応する量をとり、水5 mLに溶かすとき、液は無色～淡
23 黄色透明で、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(力値)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ラ
33 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(力値)当たりのN-メチルピロ
36 リジンの量を質量対力値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(力値)]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(力値)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(力値)に対応する
61 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(力値)
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(力値)]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(力値)]

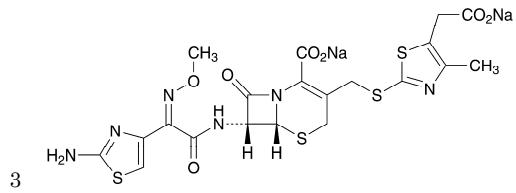
69 貯法

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

4 $C_{20}H_{18}N_6Na_2O_7S_4$: 628.63

5 Disodium (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-
6 2-(methoxyimino)acetyl amino]-3-[(5-carboxylatomethyl-
7 4-methylthiazol-2-yl)sulfanyl methyl]-8-oxo-5-thia-1-
8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
9 [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 μ g(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 値)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
16 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
19 定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクト
20 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
21 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
22 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ジジムナトリウム標準品のスペ
26 ッ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。

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共
30 鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、 δ
31 2.3 ppm付近、 δ 4.0 ppm付近及び δ 7.0 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) $[\alpha]_D^{20} : -56 \sim -62^\circ$ (脱水及び脱エタノール
36 物に換算したもの0.2 g、水、20 mL、100 mm)。

37 pH(2.54) 本品1.0 gを水10 mLに溶かした液のpHは5.5～
38 7.5である。

41 純度試験

42 (1) 溶液 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は微黄
43 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
46 溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正
47 確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5
48 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
49 <2.01>により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面
50 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
51 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
52 ムのピーク面積より大きくなない。また、試料溶液のセフォジジ
53 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
54 ーク面積の3倍より大きくなない。

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
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ォジジムの保
59 持時間の約4倍までの範囲

60 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
62 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
64 えて正確に20 mLとする。この液5 μ Lから得たセフォジジ
65 ムのピーク面積が、標準溶液のセフォジジムのピ
66 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、
68 正確に10 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶
69 液2 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にガスクロマト
70 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
71 確に1000 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶
72 液2 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準
73 溶液10 μ Lにつき、次の条件でガスクロマトグラフィー^{<2.02>}により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対する
74 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
75 によりエタノールの量を求めるとき、2.0%以下である。

$$76 \text{ エタノールの量}(\%) = M_S / M_T \times Q_T / Q_S$$

77 M_S : ガスクロマトグラフィー用エタノールの秤取量(g)

78 M_T : 本品の秤取量(g)

79 内標準溶液 1-プロパノール溶液(1→400)

80 試験条件

81 検出器：水素炎イオン化検出器

82 カラム：内径3.2 mm、長さ3 mのガラス管にガスクロ
83 マトグラフィー用ポリエチレングリコール20 Mを180
84 ～250 μ mのガスクロマトグラフィー用四フッ化エチ
85 レンポリマーに15%の割合で被覆したものを充填す
86 る。

87 カラム温度：100°C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
90 する。

91 システム適合性

92 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
93 操作するとき、エタノール、内標準物質の順に流出し、
94 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 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 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 値)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 μ L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[μ g(力値)]

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

110 M_S : セフォジジムナトリウム標準品の秤取量[mg(力値)]

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 μ m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°C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

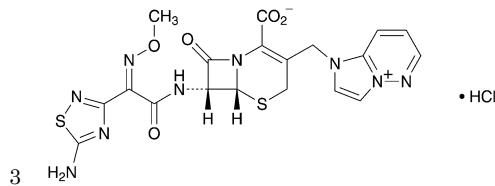
124 システムの性能: 標準溶液10 μ Lにつき, 上記の条件で
125 操作するとき, セフォジジム, 内標準物質の順に溶出
126 し, その分離度は6以上である.

127 システムの再現性: 標準溶液10 μ L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 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 $C_{19}H_{17}N_9O_5S_2 \cdot HCl$: 551.99

5 (6*R*,7*R*)-7-[*Z*]-2-(5-Amino-1,2,4-thiadiazol-3-yl)-2-
6 (methoxyimino)acetylamino]-3-(1*H*-
7 imidazo[1,2-*b*]pyridazin-4-iium-1-ylmethyl)-8-oxo-
8 5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
9 monohydrochloride

10 [I13359-04-9, 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 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォゾプラン
13 ($C_{19}H_{17}N_9O_5S_2$: 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、塩化ヒドロキシルア
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
31 ルスルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測
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 μ L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[μ g(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 μ m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 μ L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 μ L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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長236
11 ～241 nmに吸収の極大を示す。12 (2) 本品50 mgをとり、核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド0.8 mLを加えて振り混ぜた後、
13 ろ過する。ろ液につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 3.9 ppm付近に単一線のシグナルA、 δ 5.0 ppm付近に二重線のシグナルB及び δ 8.0 ppm付近に四重線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A:B:Cはほぼ3:1:1である。14 pH (2.54) 本品の「セフォゾプラン塩酸塩」0.5 g(力価)に
15 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)。

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)]

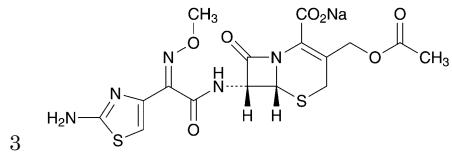
48 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 10$

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 セフォタキシムナトリウム

2 Cefotaxime Sodium

4 $C_{16}H_{16}N_5NaO_7S_2$: 477.45

5 Monosodium (6*R*,7*R*)-3-acetoxymethyl-7-[(*Z*)-2-(2-
6 aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetyl amino]-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 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$: 455.47)としての量を質量(力価)で示す。

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とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

21 (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。

25 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→125)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 2.1 ppm付近、 δ 4.0 ppm付近及び δ 7.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

32 (4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)(I.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4.5～6.5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、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長430 nmにおける吸光度は0.40以下である。

42 (2) 硫酸塩(I.14) 本品2.0 gを水40 mLに溶かし、希塩酸2 mL及び水を加えて50 mLとし、よく振り混ぜた後、ろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液25 mLに水を加えて50 mLとする。これを検液とし、試験を行う。比較液は

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 μ L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、セフォタキシム以外のそれ
52 れぞれのピークの量は1.0%以下であり、セフォタキシム以外の
53 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ォタキシムの
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を正確に量り、
64 移動相Aを加えて正確に20 mLとした液10 μ Lから得たセフォタキシムのピーク面積が、標準溶液のセ
65 フォタキシムのピーク面積の0.15～0.25%になるこ
66 とを確認する。

68 乾燥減量(2.41) 3.0%以下(1 g, 105°C, 3時間)。

69 定量法 本品及びセフォタキシム標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り、それを移動相Aに溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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ォタキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を求める。

75 セフォタキシム($C_{16}H_{17}N_5O_7S_2$)の量[μ g(力価)]

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

77 M_S : セフォタ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 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。

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

92 流量：毎分約1.3 mL セフォタキシムの保持時間が約
93 14分になるように調整する。

94 システム適合性

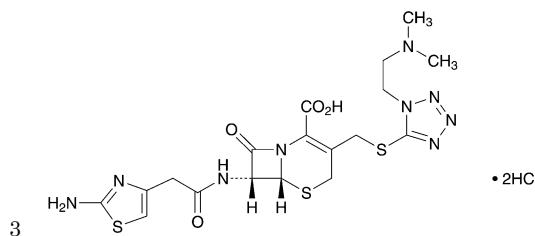
95 システムの性能：標準溶液1 mLに水7.0 mL及びメタノ
96 ール2.0 mLを加えて振り混ぜる。この液に炭酸ナト
97 リウム十水和物25 mgを加えて振り混ぜ、室温で10分
98 間放置した後、酢酸(100) 3滴及び標準溶液1 mLを加
99 えて振り混ぜる。この液10 μ Lにつき、上記の条件で
100 操作するとき、セフォタキシムに対する相対保持時間
101 約0.3のデスマセチルセフォタキシム、セフォタキシ
102 ムの順に溶出し、その分離度は20以上であり、セフ
103 オタキシムのピークのシンメトリー係数は2以下であ
104 る。

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、セフォタキシムのピーク
107 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

108 貯法 容器 気密容器。

1 セフォチアム塩酸塩

2 Cefotiam Hydrochloride

4 $C_{18}H_{23}N_9O_4S_3 \cdot 2HCl$: 598.55

5 (6R,7R)-7-[2-(2-Aminothiazol-4-yl)acetylamino]-3-

6 [1-(2-dimethylaminoethyl)-1H-tetrazol-5-ylsulfanyl]methyl]-

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810～890 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)としての量を質量(力価)で示す。

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、エタノール(95)に溶けにくく、アセトニトリルにほとんど溶けない。

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チアム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

24 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の塩化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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 3.1 ppm付近及び δ 6.7 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA及びBを示し、各シグナルの面積強度比A:Bはほぼ6:1である。

36 (4) 本品0.1 gをとり、希硝酸5 mLに溶かし、直ちに硝酸銀試液1 mLを加えるとき、白色の沈殿を生じる。

38 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : +60 \sim +72^\circ$ (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1.2～1.7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)。

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)に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かして正確に100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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ォチアムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$53 \text{ セフォチアム}(C_{18}H_{23}N_9O_4S_3) \text{ の量} [\mu\text{g(力価)}] \\ 54 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

$$55 M_S : \text{セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量} [\text{mg(力価)}]$$

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 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。

60 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 mLに0.05 mol/Lリン酸二水素カリウム試液を加えてpHを7.7に調整する。この液440 mLにアセトニトリル60 mLを加える。

64 流量：セフォチアムの保持時間が約14分になるように調整する。

66 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に溶かす。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、オルシン、セフォチアムの順に溶出し、その分離度は5以上である。

73 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、セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

76 貯法 容器 密封容器。

1 注射用セフォチアム塩酸塩

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、表示された力値の90.0～110.0%

5 に対応するセフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)を含む。

6 **製法** 本品は「セフォチアム塩酸塩」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「セフォチアム塩酸塩」0.5 g(力値)に対
21 応する量を水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「セフォチアム塩酸塩」1.0 g(力値)に
23 対応する量を水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°C、3時間)。

28 **エンドトキシン**(4.01) 0.125 EU/mg(力値)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 「セフォチアム塩酸塩」約50 mg(力値)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。別にセフォチアム塩酸塩標準品約50 mg(力値)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「セフォチアム塩酸塩」の定量法を準用
40 する。

41 セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μ g(力値)]

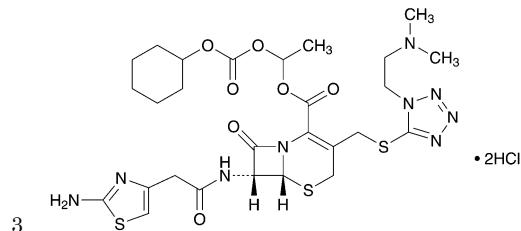
42 $= M_s \times A_t / A_s \times 1000$

43 M_s : セフォチアム塩酸塩標準品の秤取量[mg(力値)]

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 ヘキセチル塩酸塩

2 Cefotiam Hexetil Hydrochloride

4 $C_{27}H_{37}N_9O_7S_3 \cdot 2HCl$: 768.765 (1*S*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*,7*R*)-7-

6 [2-(2-aminothiazol-4-yl)acetyl amino]-3-[1-(2-

7 dimethylaminoethyl]-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanyl methyl]-

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

9 dihydrochloride

10 [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 ~ 690 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォチアム ($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$: 525.63)としての量を質量(力価)で示す。

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)に極めて溶けやすく、ジメチルスルホキシドに溶けやすく、アセトニトリルに溶けにくい。

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、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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スルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 2.8 ppm付近及び δ 6.6 ppm付近にそれぞれ單一線のシグナルA及びBを、 δ 6.9 ppm付近に多重線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ6 : 1 : 1である。

34 (3) 本品の水溶液(1→200)に希硝酸2 mL及び硝酸銀試液1 mLを加えて振り混ぜると、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 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、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4:1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液10 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4:1)を加えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品

44 約50 mgを精密に量り、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4:1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液1 mLを正確に量り、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4:1)を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する。次式により類縁物質の量を求めるとき、試料溶液のセフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質は2.0%以下であり、セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2の類縁物質以外の個々の類縁物質はそれぞれ0.5%以下である。ただし、セフォチアムヘキセチルの保持時間の大きい方のピークに対する相対保持時間約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.78を乗じた値とする。

$$59 \text{ 類縁物質の量(%)} = M_s / M_T \times A_T / A_s \times 5$$

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セチルの二つのピーク面積の合計

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。

70 カラム温度: 25°C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→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分間で1:0から0:1に直線的に変化するように設定する。

78 流量: 每分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セチルの二つのピークのうち、先に溶出するピークの保持時間の約3倍までの範囲

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、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4:1)を加えて正確に50 mLとする。この液10 μ Lから得たセフォチアムヘキセチルの二つのピークのそれぞれの面積が、標準溶液から得たそれぞれのピークの1.6 ~ 2.4%になることを確認する。

89 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、セフォチアムヘキセチルの二つのピークの分離度は2.0以上である。

92 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、セフォチアムヘキセチルの二つのピークの面積の和の相対標準偏差は2.0%以下である。

(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 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。

$$\text{類縁物質の量(%)} = M_s / M_t \times A_t / A_s \times 4$$

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 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°C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 μ L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 μ Lにつき、上記の条件で操作すると、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 μ L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 μ Lにつき、定量法の条件

で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、保持時間10分付近に近接して現れる二つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク面積 A_a 及び保持時間の大きい方のピーク面積 A_b を測定するとき、 $A_a/(A_a+A_b)$ は0.45～0.55である。

定量法 本品及びセフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品約30 mg(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4 : 1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液5 mLを正確に加えた後、薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4 : 1)を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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、それぞれの液の内標準物質のピーク面積に対するセフォチアムヘキセチルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。ただし、保持時間約10分に近接して現れる二つのピーク面積の和をセフォチアムヘキセチルのピーク面積とする。

セフォチアム($C_{18}H_{23}N_9O_4S_3$)の量[μ g(力価)]

$$= M_s \times Q_T / Q_S \times 1000$$

M_s : セフォチアムヘキセチル塩酸塩標準品の秤取量 [mg(力価)]

内標準溶液 安息香酸の薄めたリン酸(1→100)／アセトニトリル混液(4 : 1)溶液(7→10000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(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 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°C付近の一定温度

移動相：薄めた0.2 mol/Lリン酸二水素カリウム試液(1→2)／アセトニトリル／酢酸(100)混液(72 : 28 : 1)

流量：セフォチアムヘキセチルの二つのピークのうち、先に溶出するピークの保持時間が約9分になるように調整する。

システム適合性

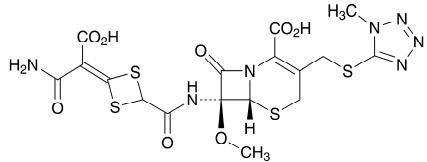
システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で操作すると、内標準物質、セフォチアムヘキセチルの順に溶出し、セフォチアムヘキセチルの二つのピークの分離度は2.0以上である。

システムの再現性：標準溶液20 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ォチアムヘキセチルのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

貯法 容器 気密容器。

1 セフォテタン

2 Cefotetan

4 C₁₇H₁₇N₇O₈S₄ : 575.62

5 (6R,7R)-7-{{4-(Carbamoylcarboxymethylidene)-1,3-dithietane-2-carbonyl}amino}-7-methoxy-3-(1-methyl-1H-tetrazol-5-ylsulfanyl-methyl)-8-oxo-5-thia-1-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960～1010 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフォテタン(C₁₇H₁₇N₇O₈S₄)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(99.5)に溶けにくい。

16 確認試験

17 (1) 本品のpH 6.5の抗生素用リン酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフォテタン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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ォテタン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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トル測定用重水溶液(1→25) 0.5 mLに溶かした液につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 3.6 ppm附近、δ 4.0 ppm附近、δ 5.1 ppm附近及びδ 5.2 ppm附近にそれぞれ単一線のシグナルA、B、C及びDを示し、各シグナルの面積強度比A : B : C : Dはほぼ3 : 3 : 1 : 1である。

36 旋光度(2.49) [α]_D²⁰ : +112～+124°(脱水物に換算したもの0.5 g、炭酸水素ナトリウム溶液(1→200)、50 mL、100 mm)。

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 mLに溶かすとき、液は無色～淡黄色透明である。

42 (2) 類縁物質 本品約0.1 gを精密に量り、メタノールに溶かし、内標準溶液2 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて20 mLとし、試料溶液とする。別に液体クロマトグラフィー用1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールをデ

46 シケーター(減圧、シリカゲル)で2時間乾燥し、その約3 mg及び脱水物に換算したセフォテタン標準品約2 mgをそれぞれ精密に量り、メタノールに溶かし、正確に20 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶液2 mLを正確に加えた後、メタノールを加えて20 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、試料溶液の内標準物質のピーク面積に対する1-メチル-1H-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△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-1H-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-1H-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、△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-1H-テトラゾール-5-チオールの量(%)

$$= M_{S_a} / M_T \times Q_{T_a} / Q_{S_a} \times 1 / 100$$

70 セフォテタンラクトンの量(%)

$$= M_{S_b} / M_T \times Q_{T_b} / Q_{S_b} \times 1 / 100$$

72 △₂-セフォテタンの量(%)

$$= M_{S_b} / M_T \times Q_{T_c} / Q_{S_b} \times 1 / 100$$

74 イソチアゾール体の量(%)

$$= M_{S_b} / M_T \times Q_{T_d} / Q_{S_b} \times 1 / 100$$

76 その他の個々の類縁物質の量(%)

$$= M_{S_b} / M_T \times Q_{T_f} / Q_{S_b} \times 1 / 100$$

78 その他の類縁物質の合計(%)

$$= M_{S_b} / M_T \times Q_{T_f} / Q_{S_b} \times 1 / 100$$

80 M_{Sa} : 1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールの秤取量(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。

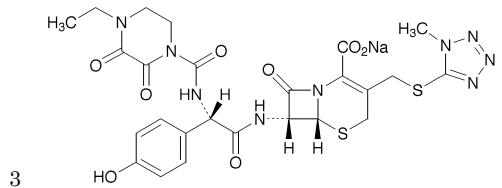
92 検出の確認：標準溶液15 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLとする。この液5 µLから得たセフォテタンのピーク面積が、標準溶液のセフォテタンのピーク面積の12～18%になることを確認する。

93 システムの再現性：標準溶液5 µLにつき、上記の条件下試験を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差は2.0%以下である。	150	調整する。
99		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 μ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, セフォテタンの順に溶出し, その分離度は8以上である。
101	強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。	153	
102	異性体比 本品10 mgをメタノール20 mLに溶かし, 試料溶液とする。試料溶液5 μ Lにつき, 次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い, 保持時間40分付近に近接して現れる二つのピークのうち保持時間の小さい方のピーク(<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> 体の量を求めるとき, 35 ~ 45%である。	154	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5回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積に対するセフォテタンのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。
103		155	
104		156	
105		157	
106		158	
107		159	貯法
108		160	保存条件 遮光して, 5°C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 μ m		
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°C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	ラブチルアノ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 μ L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 μ L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)に対応する量を精密に量り, それぞれをpH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液に溶かし, 正確に50 mLとする。この液15 mLずつを正確に量り, それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後, pH 6.5の抗生物質用リン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし, 試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 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ォテタンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。		
128			
129			
130			
131			
132			
133			
134			
135			
136	セフォテタン($C_{17}H_{17}N_7O_8S_4$)の量[μ g(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	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。		
144			
145	カラム温度: 40°C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 セフオペラゾンナトリウム

2 Cefoperazone Sodium



4 $C_{25}H_{26}N_9NaOsS_2$: 667.65

5 Monosodium (6R,7R)-7-{(2R)-2-[(4-ethyl-2,3-dioxopiperazine-1-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetyl]amino}-3-(1-methyl-1H-tetrazol-5-ylsulfanyl)methyl}-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-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871～986 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフオペラゾン($C_{25}H_{27}N_9OsS_2$: 645.67)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～帶黃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く、エタノール(99.5)に溶けにくい。

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。

22 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 1.2 ppm付近に三重線のシグナルAを、 δ 6.8 ppm付近に二重線のシグナルBを、 δ 7.3 ppm付近に二重線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 2 : 2である。

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) $[\alpha]_{D}^{20} : -15 \sim -25^{\circ}$ (1 g, 水, 100 mL, 100 mm).

33 pH(2.54) 本品1.0 gを水4 mLに溶かした液のpHは4.5～6.5である。

純度試験

36 (1) 溶状 本品1.0 gを水10 mLに溶かすとき、液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行うとき、波長400 nmにおける吸光度は0.18以下である。

40 (2) 類縁物質 本品0.1 gを水100 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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

45 積を自動積分法により測定し、標準溶液のセフオペラゾンの
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た
51 面積にそれぞれ感度係数0.90及び0.75を乗じた値とする。

試験条件

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オペラゾンの
56 保持時間の約3倍までの範囲

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 μ Lから得たセフオ
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 μ Lにつき、上記の条件で
63 操作するとき、セフオ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 μ Lにつき、上記の条件
67 で試験を6回繰り返すとき、セフオペラゾンのピーク
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。別にセフオ
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 μ L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る
79 セフオペラゾンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

80 セフオペラゾン($C_{25}H_{27}N_9OsS_2$)の量[μ g(力価)]
81 $= M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$

82 M_S : セフオ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)

試験条件

86 検出器：紫外吸光度計(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 μ m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°C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：セフオ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 注射用セフオ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 対応するセフオペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$: 645.67)を含む。6 製法 本品は「セフオ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「セフオ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「セフオ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「セフオ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、試料溶液のセフオ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 フオ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 フオペラゾンのピーク面積の3/4より大きくなない。また、
31 試料溶液のセフオペラゾン以外のピークの合計面積は、標準
32 溶液のセフオペラゾンのピーク面積の3.5倍より大きくなない。
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 フオ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オペラゾンの
41 保持時間の約3倍までの範囲

42 システム適合性

43 「セフオ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 「セフオ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「セフオペラゾンナトリウム」の定量法を準用
57 する。

58 セフオペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]
59 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 5$

60 M_s : セフオ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、表示された力値の90.0～110.0%に
6 対応するセフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$: 645.67)を含み、
7 95.0～110.0%に対応するスルバクタム($C_8H_{11}NO_5S$:
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「スルバクタムナトリウム」をとり、注射剤の製法により製する。

10 性状 本品は白色～帯黃白色の塊又は粉末である。

11 確認試験

12 (1) 定量法において、試料溶液から得たセフォペラゾンに
13 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
14 ゾンの保持時間に等しい。また、定量法で得た試料溶液10
15 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
16 り試験を行ったときのセフォペラゾンのピーク面積の0.8～
17 1.1倍である。

18 試験条件

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

21 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

22 システム適合性

23 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

24 (2) 定量法において、試料溶液から得たスルバクタムに相
25 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
26 の保持時間に等しい。また、定量法で得た試料溶液10 μ Lに
27 つき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
28 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
29 である。

30 試験条件

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

33 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

34 システム適合性

35 システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

36 pH (2.54) 本品の「セフォペラゾンナトリウム」1.0 g(力
37 値)に対応する量を水20 mLに溶かした液のpHは4.5～6.5で
38 ある。

39 純度試験

40 (1) 溶状 本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.5 g(力
41 値)に対応する量を水10 mLに溶かすとき、液は澄明である。
42 また、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425 nmにおける吸光度は0.10以下で
44 ある。

45 (2) 類縁物質 本品の「セフォペラゾンナトリウム」0.1
46 g(力値)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、正確
47 に50 mLとし、試料溶液とする。試料溶液2 mLを正確に量
48 り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液(1)とする。
49 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

50 mgを精密に量り、水2 mLに溶かし、水酸化ナトリウム試液
51 0.5 mLを加え、室温で10分間放置した後、1 mol/L塩酸試液
52 0.5 mLを加え、更に移動相を加えて正確に100 mLとする。
53 この液5 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLと
54 し、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶
55 液(2) 10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
56 フィー(2.01)により試験を行う。それぞれの液の各々の
57 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
58 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
59 ク面積は、標準溶液(1)のセフォペラゾンのピーク面積の
60 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
61 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)
62 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、
63 試料溶液及び標準溶液(2)のスルバクタムペニシラミン
64 のピーク面積 A_T 及び A_S を測定し、次式によりスルバクタム
65 ペニシラミンの量を求めるとき、1.0%以下である。ただし、
66 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
67 係数0.4を乗じた値とする。

$$68 \text{スルバクタムペニシラミンの量}(\%) = M_S / M_T \times A_T / A_S \times 5$$

69 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
70 ムの秤取量(mg)
71 M_T : 本品の秤取量(mg)

72 試験条件

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

75 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

76 システム適合性

77 システムの性能：標準溶液(1) 1 mLに標準溶液(2) 1 mL
78 を加えた液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、
79 スルバクタムペニシラミン、スルバクタム、セフォペ
80 ラゾンの順に溶出し、スルバクタムペニシラミンとス
81 ルバクタム及びスルバクタムとセフォペラゾンの分離
82 度はそれぞれ4以上及び5以上である。

83 システムの再現性：標準溶液(2) 10 μ Lにつき、上記の
84 条件で試験を6回繰り返すとき、スルバクタムペニシ
85 ラミンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
86 る。

87 水分 (2.48) 1.0%以下(1 g、容量滴定法、直接滴定)。

88 エンドトキシン (4.01) 0.060 EU/mg(力値)未満。

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

91 不溶性異物 (6.06) 第2法により試験を行うとき、適合する。

92 不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

93 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、
94 適合する。

95 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
96 品の「セフォペラゾンナトリウム」約50 mg(力値)に対応す
97 る量を精密に量り、移動相に溶かし、内標準溶液5 mLを正
98 確に加えた後、移動相を加えて50 mLとし、試料溶液とする。
99 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
100 mg(力値)に対応する量を精密に量り、移動相に溶かし、内
101 102

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 μ L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)]

$$= M_{S1} \times Q_{Ta} / Q_{Sa}$$

112 セフォペラゾン($C_{25}H_{27}N_9O_8S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_{S2} \times Q_{Tb} / Q_{Sb}$$

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 μ m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°C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

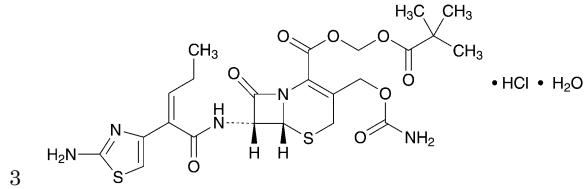
130 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
 131 操作するとき、スルバクタム、内標準物質、セフォペ
 132 ラゾンの順に溶出し、その分離度は1.5以上である。

133 システムの再現性：標準溶液10 μ L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 (6R,7R)-7-[(2Z)-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 μ g(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 特異なにおいがある。

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、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにはほとんど溶けない。

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考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 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) $[\alpha]_D^{20} : +51 \sim +54^\circ$ (脱水物に換算したもの
 39 0.1 g、メタノール、10 mL、100 mm)。

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 μ L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 μ Lにつき、同様に操作し、ペ
 47 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
 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。

試験条件

53 検出器：紫外吸光度計(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 μ m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°C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 ニモニウム臭化物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の混合比を次のように
 64 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

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、システム
 71 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 μ L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及びバラオキシ安息香酸ブ
 78 ロピル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
 80 ール混液(1:1)を加えて50 mLとする。この液30 μ L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、バ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 μ L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ロ
 89 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 μ L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°C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 一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°C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N,N 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 -ジメチルホルムアミド溶液(13→5000) 155 し, 60°C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 るように調整する。 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 ルトグラフィー用N,N-ジメチルホルムアミドを加えて
 110 トグラフィー用N,N-ジメチルホルムアミドを加えて正 162 正確に100 mLとし, システム適合性試験用溶液とす
 111 る。この液3 mLを正確に量り, 液体クロマトグラフィ 163 る。セフカペンピボキシルに対するセフカペンピボキシルトラン
 112 ー用N,N-ジメチルホルムアミドを加えて正確に10 164 ス体と内標準物質の相対保持時間は, それぞれ約1.7及び約2.0で
 113 mLとする。この液20 μLから得たセフカペンピボキ 165 あり, また, セフカペンピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は1.5以上である。
 114 シルのピーク面積が, システム適合性試験用溶液のセ 166 システムの再現性：標準溶液10 μLにつき, 上記の条件
 115 フカペンピボキシルのピーク面積の20 ~ 40%になる 167 で試験を5回繰り返すとき, 内標準物質のピーク面積
 116 ことを確認する。 168 に対するセフカペンピボキシルのピーク面積の比の相
 117 169 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°C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(2.01)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(C₁₇H₁₉N₅O₆S₂)の量[μg(力価)]
 136 = M_S × Q_T / Q_S × 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 p-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

3 本品は定量するとき、表示された力価の90.0～105.0%に
4 対応するセフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$: 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 錠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)に対応する量をとり、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
11 た後、孔径0.45 μ mのメンブランフィルターでろ過する。ろ
12 液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペク
13 トルを測定するとき、波長263～267 nmに吸収の極大を示
14 す。

15 純度試験

16 (1) 類縁物質I 本品を粉末とし、「セフカペンピボキシ
17 ル塩酸塩水和物」5 mg(力価)に対応する量をとり、メタノー
18 ル1 mLを加えて振り混ぜる。水/メタノール混液(1:1)25
19 mLを加えて5分間激しく振り混ぜた後、孔径0.45 μ mのメン
20 ブランフィルターでろ過する。初めのろ液3 mLを除き、次
21 のろ液を試料溶液とする。試料溶液30 μ Lにつき、次の条件
22 で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、各々
23 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
24 /メタノール混液(1:1)30 μ Lにつき、同様に操作し、ベー
25 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
26 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
27 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
28 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
29 ス体のピークは0.5%以下、その他の個々のピークは0.3%
30 以下であり、ピークの合計は2.0%以下である。

31 試験条件

32 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(1)
33 の試験条件を準用する。

34 システム適合性

35 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(1)
36 のシステム適合性を準用する。

37 (2) 類縁物質II 本品を粉末とし、「セフカペンピボキシ
38 ル塩酸塩水和物」2 mg(力価)に対応する量をとり、液体クロ
39 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
40 て10分間激しく振り混ぜた後、孔径0.45 μ mのメンブラン
41 フィルターでろ過する。初めのろ液3 mLを除き、次のろ液
42 を試料溶液とする。試料溶液20 μ Lにつき、次の条件で液体
43 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液
44 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
45 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
46 来のピーク以外のピークの合計面積の3.3%以下である。

47 試験条件

48 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)
49 の試験条件を準用する。

50 システム適合性

51 「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の純度試験(2)
52 のシステム適合性を準用する。

53 水分(2.48) 3.9%以下(0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。試料の
54 粉砕及び秤取は相対湿度30%以下で行う。

55 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
56 一性試験のいずれかを行うとき、適合する。

57 本品1個をとり、水5 mLを加えて5分間激しく振り混ぜ、
58 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
59 ぜた後、メタノール/水混液(4:1)を加えて正確に50 mLとし、
60 每分3000回転で5分間遠心分離する。上澄液を孔径0.45
61 μ mのメンブランフィルターでろ過し、初めのろ液1 mLを除
62 き、次のろ液から、「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」
63 約6 mg(力価)に対応する容量V mLを正確に量り、内標準溶
64 液15 mLを正確に加えた後、水/メタノール混液(1:1)を加
65 えて75 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

66 セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 15 / V$$

68 M_S : セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力
69 値)]

70 内標準溶液 *p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混
71 液(1:1)溶液(7→4000)

72 溶出性 別に規定する。

73 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
74 g(力価)に対応する量をとり、水20 mLを加えて5分間激しく
75 振り混ぜ、崩壊させる。メタノール80 mLを加えて5分間激
76 しく振り混ぜた後、メタノール/水混液(4:1)を加えて正確
77 に200 mLとし、毎分3000回転で5分間遠心分離する。上澄
78 液を孔径0.45 μ mのメンブランフィルターでろ過し、初めの
79 ろ液1 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、内標準溶液
80 15 mLを正確に加えた後、水/メタノール混液(1:1)を加え
81 て75 mLとし、試料溶液とする。別に、セフカペンピボキシ
82 ル塩酸塩標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
83 水/メタノール混液(1:1)に溶かし、正確に50 mLとする。
84 この液10 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え
85 た後、水/メタノール混液(1:1)を加えて50 mLとし、標準
86 溶液とする。以下「セフカペンピボキシル塩酸塩水和物」の
87 定量法を準用する。

88 セフカペン($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 30$$

90 M_S : セフカペンピボキシル塩酸塩標準品の秤取量[mg(力
91 値)]

92 内標準溶液 *p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混
93 液(1:1)溶液(7→4000)

94 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($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$: 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)に対応する量をとり、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)に対応する量をとり、メタノー
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、ペー
24 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
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ン
28 ネス体のピークは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)に対応する量をとり、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來
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 粉砕せず、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($C_{17}H_{19}N_5O_6S_2$)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)

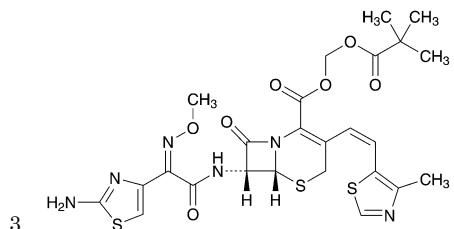
77 貯法

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

4 $C_{25}H_{28}N_6O_7S_3$: 620.72

5 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetyl]amino-3-[(1Z)-2-(4-methylthiazol-5-yl)ethenyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
 6
 7
 8
 9 [I17467-28-4]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり770～820 μ g(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ュウ酸塩試液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付近にそれぞれ單一線のシグナル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付近に單一線のシグナル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 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[μ g(力価)]

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

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)

65 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 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。

70 カラム温度：25°C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分になるよう調整する。

77 システム適合性

78 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、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 μ L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)に対応する量をとり、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°C, 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)を加え
24 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)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 50 / V$$

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 μ m以下のメンブランフィルター
40 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 μ g(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 テル(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(%)

$$= M_S \times A_T / A_S \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

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)に対応する量をとり、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え
60 て正確に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、内標準
61 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)]

$$= M_S \times Q_T / Q_S \times 25$$

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)に対応する量をとり、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°C, 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
20 ル法により、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 μ m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。

$$51 \text{ セフジトレン} (C_{19}H_{18}N_6O_5S_3) \text{ の量[mg(力価)]} \\ 52 = M_S \times Q_T / Q_S \times 2$$

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)

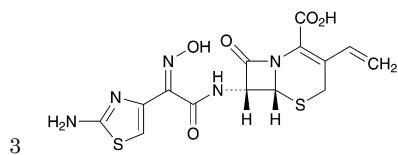
56 貯法

57 保存条件 遮光して保存する。

58 容器 気密容器。

1 セフジニル

2 Cefdinir

3 $C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$: 395.41

4 (6R,7R)-7-[Z]-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-
 5 2-(hydroxyimino)acetylaminocarbonyl-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-
 6 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid
 7 [91832-40-5]

8 本品は定量するとき、1 mg当たり 930 ~ 1020 μ g(力価)を
 9 含む。ただし、本品の力価は、セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)と
 10 しての量を質量(力価)で示す。

11 12 性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

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

15 本品はpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶ける。

16 確認試験

17 (1) 本品及びセフジニル標準品のpH 7.0の0.1 mol/Lリン
 18 酸塩緩衝液溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法
 19 <2.24>により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトル
 20 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。

21 (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。

22 (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
 23 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)
 24 溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメ
 25 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
 26 法 <2.21> により¹Hを測定するとき、 δ 5.0 ~ 6.1 ppm及び δ
 27 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、
 28 各シグナルの面積強度比A:Bはほぼ2:1である。

29 旋光度 <2.49> $[\alpha]_D^{20}$: -58 ~ -66° (0.25 g, pH 7.0の0.1
 30 mol/Lリン酸塩緩衝液, 25 mL, 100 mm).

31 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
 32 リン酸塩緩衝液10 mLに溶かす。この液3 mLに、pH 5.5の
 33 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
 34 とし、試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき、次の条件で
 35 液体クロマトグラフィー <2.01> により試験を行う。試料溶
 36 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
 37 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
 38 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
 39 0.7%以下、0.3%以下及び0.8%以下であり、相対保持時間
 40 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は
 41 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は
 42 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は
 43 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は
 44 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は
 45 約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は

46 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
 47 0.2%以下である。また、セフジニル以外のピークの合計量
 48 は3.0%以下である。

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：40°C付近の一定温度

55 移動相A：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキ
 56 シド試液1000 mLに0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢
 57 酸二水素二ナトリウム試液0.4 mLを加える。

58 移動相B：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキ
 59 シド試液500 mLに液体クロマトグラフィー用アセト
 60 ニトリル300 mL及びメタノール200 mLを加え、更に
 61 0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウ
 62 ム試液0.4 mLを加える。

63 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように
 64 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

65 流量：毎分1.0 mL(セフジニルの保持時間約22分)

66 面積測定範囲：溶媒ピークの後から注入後37分まで
 67 システム適合性

68 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、
 69 システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試
 70 験用溶液1 mLを正確に量り、pH 5.5のテトラメチル
 71 アンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に10 mL
 72 とする。この液10 μ Lから得たセフジニルのピーク面
 73 積が、システム適合性試験用溶液のセフジニルのピー
 74 ク面積の7 ~ 13%になることを確認する。

75 システムの性能：セフジニル標準品30 mg及びセフジニ
 76 ルラクタム環開裂ラクトン2 mgをとり、pH 7.0の0.1
 77 mol/Lリン酸塩緩衝液3 mLに溶かし、pH 5.5のテトラ
 78 メチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20 mL
 79 とする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作する
 80 とき、4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラク
 81 トンのピーク1、ピーク2、セフジニル、セフジニル
 82 ラクタム環開裂ラクトンのピーク3、ピーク4の順に
 83 溶出し、セフジニルに対するセフジニルラクタム環開
 84 裂ラクトンのピーク3の相対保持時間は約1.11で、セ
 85 フジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、
 86 それぞれ7000段以上、3.0以下である。

87 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lに
 88 つき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、セフジ
 89 ニルのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

90 水分 <2.48> 2.0%以下(1 g、容量滴定法、直接滴定。ただし、
 91 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/
 92 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 衡液に溶かし、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 μ L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[μ g(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 μ m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°C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 μ L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 μ L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

3 本品は定量するとき、表示された力値の90.0～110.0%
 4 に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$: 395.41)を含む。

5 製法 本品は「セフジニル」をとり、カプセル剤の製法により
 6 製する。

7 確認試験 本品の内容物を取り出し、「セフジニル」10
 8 mg(力値)に対応する量をとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩
 9 緩衝液100 mLを加え、1分間超音波を照射した後、ろ過す
 10 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
 11 20 mLとする。この液につき、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221～
 13 225 nm及び285～289 nmに吸収の極大を示す。

14 製剤均一性 〈6.02〉 質量偏差試験を行うとき、適合する。

15 溶出性 〈6.10〉 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド
 16 ル法(ただし、シンカーを用いる)により、毎分50回転で試験
 17 を行うとき、本品の50 mgカプセルの30分間の溶出率は
 18 80%以上であり、100 mgカプセルの45分間の溶出率は75%
 19 以上である。

20 本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液
 21 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
 22 ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液 V
 23 mLを正確に量り、1 mL中に「セフジニル」約56 μ g(力値)
 24 を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mLとし、
 25 試料溶液とする。別にセフジニル標準品約28 mg(力値)に対
 26 応する量を精密に量り、試験液に溶かし、正確に100 mLと
 27 する。この液4 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に20
 28 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 μ Lず
 29 つを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー
 30 〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液のセフジニルのピ
 31 ーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

32 セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)

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

34 M_S : セフジニル標準品の秤取量[mg(力値)]

35 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
 36 [mg(力値)]

37 試験条件

38 「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する。

39 システム適合性

40 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
 41 操作するとき、セフジニルのピークの理論段数及びシ
 42 ンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下で
 43 ある。

44 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
 45 で試験を6回繰り返すとき、セフジニルのピーク面積
 46 の相対標準偏差は1.0%以下である。

47 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
 48 を取り出し、粉末とする。カプセルは、必要ならば少量のジ
 49 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

50 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、
 51 内容物の質量を計算する。本品の「セフジニル」約0.1 g(力
 52 値)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩
 53 緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後、pH 7.0の0.1
 54 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする。この
 55 液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液4 mLを正確
 56 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
 57 20 mLとし、試料溶液とする。別にセフジニル標準品約20
 58 mg(力値)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリ
 59 ネ酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とす
 60 る。以下「セフジニル」の定量法を準用する。

61 セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力値)]

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

63 M_S : セフジニル標準品の秤取量[mg(力値)]

64 貯法 容器 気密容器。

1 セフジニル細粒

2 Cefdinir Fine Granules

3 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%
 4 に対応するセフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$: 395.41)を含む。

5 製法 本品は「セフジニル」をとり、顆粒剤の製法により製す
 6 る。

7 確認試験 本品の「セフジニル」10 mg(力価)に対応する量を
 8 とり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLを加え、1
 9 分間超音波を照射した後、ろ過する。ろ液2 mLにpH 7.0の
 10 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとする。この液に
 11 つき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトル
 12 を測定するとき、波長221～225 nm及び285～289 nmに
 13 吸収の極大を示す。

14 製剤均一性(6.02) 分包品は、質量偏差試験を行うとき、適
 15 合する。

16 溶出性(6.10) 試験液に溶出試験第2液900 mLを用い、パド
 17 ル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の30分間
 18 の溶出率は75%以上である。

19 本品の「セフジニル」約0.1 g(力価)に対応する量を精密に
 20 量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以上を
 21 とり、孔径0.5 μ m以下のメンプランフィルターでろ過する。
 22 初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液を試料溶液とする。
 23 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
 24 量り、試験液に溶かし、正確に50 mLとする。この液4 mL
 25 を正確に量り、試験液を加えて正確に20 mLとし、標準溶液
 26 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
 27 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、
 28 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
 29 る。

30 セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
 31 $= M_S / M_T \times A_T / A_S \times 1 / C \times 360$

32 M_S : セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

33 M_T : 本品の秤取量(g)

34 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)]

35 試験条件

36 「セフジニル」の定量法の試験条件を準用する。

37 システム適合性

38 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
 39 操作するとき、セフジニルのピークの理論段数及びシ
 40 ンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下で
 41 ある。

42 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
 43 で試験を6回繰り返すとき、セフジニルのピーク面積
 44 の相対標準偏差は1.0%以下である。

45 定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セフジニル」約0.1
 46 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
 47 酸塩緩衝液70 mLを加えて30分間振り混ぜた後、pH 7.0の
 48 0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとする。こ
 49 の液を毎分3000回転で10分間遠心分離し、上澄液4 mLを正

50 確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20
 51 mLとし、試料溶液とする。別にセフジニル標準品約20
 52 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリ
 53 ネ酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとし、標準溶液とす
 54 る。以下「セフジニル」の定量法を準用する。

55 セフジニル($C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$)の量[mg(力価)]
 56 $= M_S \times A_T / A_S \times 5$

57 M_S : セフジニル標準品の秤取量[mg(力価)]

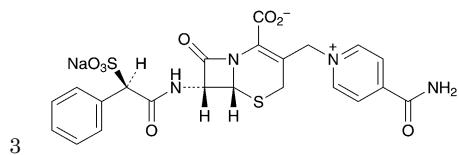
58 貯法

59 保存条件 遮光して保存する。

60 容器 気密容器。

1 セフスロジンナトリウム

2 Cefsulodin Sodium



4 $C_{22}H_{19}N_4NaOsS_2$: 554.53

5 Monosodium (6*R*,7*R*)-3-(4-carbamoylpyridinium-1-
6 ylmethyl)-8-oxo-7-[(2*R*)-2-phenyl-2-sulfonatoacetylamino]-
7 5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
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 ($C_{22}H_{20}N_4OsS_2$: 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、本品のスペクト
19 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ペ
26 ツ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、標準溶液とする。
49 試料溶液及び標準溶液10 µLずつを正確にとり、次の条件
50 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。

$$54 \text{ イソニコチン酸アミドの量(%)} = A / B_1 \times M_1 / M_T \times 5$$

$$55 \text{ その他の類縁物質の合計量(%)} = B / B_S \times M_S / M_T \times 5$$

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 B₁ : 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 M₁ : 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)/アセトニト
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 〈2.01〉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 (力値)]

$$101 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

102 M_S : セフスロジンナトリウム標準品の秤取量[mg(力値)]

103 試験条件

104 検出器：紫外吸光光度計(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

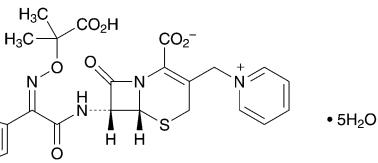
114 システムの性能：イソニコチニン酸アミド40 mgを標準溶
115 液25 mLに溶かす。この液10 μL につき、上記の条件
116 で操作するとき、イソニコチニン酸アミド、セフスロジ
117 ノの順に溶出し、その分離度は5以上である。

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 セフタジジム水和物

2 Ceftazidime Hydrate

3 4 C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ · 5H₂O : 636.65

5 (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-(1-carboxy-
6 1-methylethoxyimino)acetylamino]-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 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフタジジ
12 ム(C₂₂H₂₂N₆O₇S₂ : 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、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タジジム標準品のスペクトルを
26 比較すると、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) [α]_D²⁰ : -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 µLず
53 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
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 µL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 セフタジジム以外のピークの面積は、標準溶液のセフタジジ
67 ムのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセフタジ
68 ム以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフタジジムの
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 µmの液体クロマトグラフィー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°C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：セフタ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タジジムの保
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 µLから得たセフタ
87 ジジムのピーク面積が、標準溶液のセフタジジムのピ
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 µLにつき、上記の条
91 件で操作するとき、セフタジジム、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 µLにつき、上記の条件
94 で試験を6回繰り返すとき、セフタジジムのピーク面
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

100 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。

104 遊離ピリジンの量(mg) = $M_S \times H_T / H_S \times 1 / 1000$

105 M_S : ピリジンの秤取量(mg)

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。

109 カラム温度：40°C付近の一定温度

110 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。

111 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。

112 システム適合性

113 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。

114 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。

115 水分(2.48) 13.0 ~ 15.0%(0.1 g、容量滴定法、直接滴定)。

116 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。

117 セフタジジム($\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_7\text{S}_2$)の量[μg (力価)]

118 = $M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$

119 M_S : セフタジジム標準品の秤取量[mg(力価)]

120 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)

121 試験条件

122 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

123 カラム：内径4.6 mm、長さ10 cmのステンレス管に5 μm の液体クロマトグラフィー用ヘキサシリル化シリカゲルを充填する。

124 カラム温度：25°C付近の一定温度

125 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。

126 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。

127 システム適合性

128 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。

129 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。

130 貯法

131 保存条件 遮光して保存する。

132 容器 気密容器。

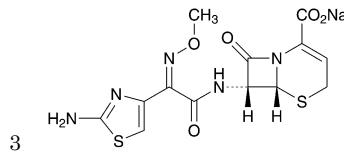
1 注射用セフタジジム

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、表示された力値の93.0～107.0%
- 5 に対応するセフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$: 546.58)を含む。
- 6 **製法** 本品は「セフタジジム水和物」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→100000)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「セフタジジム水和物」1.0 g(力値)に対
13 応する量を水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「セフタジジム水和物」1.0 g(力値)に
15 対応する量をとり、無水リン酸水素二ナトリウム5 g及びリ
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(力値)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 「セフタジジム水和物」約0.25 g(力値)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。別にセフタジジム
34 標準品約25 mg(力値)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「セフタジジム水和物」の定量法を準
39 用する。
- 40 セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[mg(力値)]
41 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 10$
- 42 M_s : セフタジジム標準品の秤取量[mg(力値)]
- 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 Ceftizoxime Sodium

4 $C_{13}H_{12}N_5NaO_5S_2$: 405.385 Monosodium (6*R*,7*R*)-7-[*Z*]-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetylamino]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
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925～965 µg(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフチゾキシム($C_{13}H_{12}N_5O_5S_2$: 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、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。

20 (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。

24 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用3-トリメチルシリルプロピオン酸ナトリウム-d₃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 4.0 ppm付近に単一線のシグナルAを、δ 6.3 ppm付近に多重線のシグナルBを、δ 7.0 ppm付近に単一線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A:B:Cはほぼ3:1:1である。

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) $[\alpha]_D^{20} : +125 \sim +145^\circ$ (脱水物に換算したものの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6.0～8.0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、液は透明で、その色は色の比較試験法(2.65)により試験を行うとき、色の比較液Mより濃くない。

40 (2) 類縁物質 本品0.11 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液5 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき、セフチゾキシム以外のピークの面積はセフチゾキシムのピーク面積の0.5%以下であり、セフチゾキシム以外の

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及びクエン酸一水和物1.42 gを水1000 mLに溶かし、薄めたリン酸(1→10)又は希水酸化ナトリウム試液を加えてpH 3.6に調整する。この液200 mLにアセトニトリル10 mLを加える。

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 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、62検出確認用溶液とする。検出確認用溶液1 mLを正確63に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて64正確に10 mLとし、この液5 µLから得たセフチゾキシム65のピーク面積が、検出確認用溶液のセフチゾキシム66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 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100 mLに溶かし、69システム適合性試験用溶液とする。この液5 µLにつき、70上記の条件で操作するとき、セフチゾキシムのピーク71の理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ400072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につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフチ75ゾキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下で76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)に対応する量を精密に量り、それぞれをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、内標準溶液20 mLずつを正確に加えた後、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液5 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセフチゾキシムのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。87 セフチゾキシム($C_{13}H_{12}N_5O_5S_2$)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/L91 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1095 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。

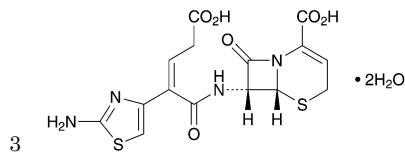
114 貯法

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 Ceftibuten Hydrate

3 $C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 \cdot 2H_2O$: 446.46

4 (6R,7R)-7-[(2Z)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-4-carboxybut-2-enoylaminocarbonyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid dihydrate
 5 [118081-34-8]

6 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900～1020 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、セフチブテ

7 $(C_{15}H_{14}N_4O_6S_2 : 410.42)$ としての量を質量(力値)で示す。

8 性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

9 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

10 シドに溶けやすく、水、エタノール(95)又はジエチルエーテ

11 ルにほとんど溶けない。

12 確認試験

13 (1) 本品のpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液

14 溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)によ

15 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考

16 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

17 ところに同様の強度の吸収を認める。

18 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)のペ

19 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考

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 (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

23 スルホキシド溶液(1→30)につき、核磁気共鳴スペクトル測

24 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

25 ペクトル測定法(2.21)により 1H を測定するとき、 δ 3.2

26 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、

27 δ 5.8 ppm付近に四重線のシグナルCを、 δ 6.3 ppm付近に單

28 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

29 各シグナルの面積強度比B : C : Dはほぼ1 : 1 : 1である。

30 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : +135 \sim +155^\circ$ (脱水物に換算した

31 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、

32 50 mL、100 mm)。

33 純度試験 類縁物質

34 (i) 試料溶液及び標準溶液は5℃以下に保存し、2時間以内

35 に使用する。本品25 mgをpH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリ

36 ヌ酸塩緩衝液20 mLに溶かす。この液4 mLにpH 8.0の抗生

37 物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて20 mLとし、試料

38 溶液とする。この液5 mLを正確に量り、pH 8.0の抗生物質

39 用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、標

40 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

41 り、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験

42 を行う。それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のセフチブテン以外のピークの面積は、標準溶液のセフチブテンのピーク面積の1/5より大きくない。また、試料溶液のセフチブテン以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフチブテンのピーク面積より大きくない。

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フチブテンの保

47 持時間の約1.7倍までの範囲

48 システム適合性

49 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に20 mLとする。この液5 μ Lから得たセフチブテンのピーク面積が、標準溶液のセフチブテンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

50 システムの性能：本品5 mgを0.1 mol/L塩酸試液20 mLに溶かし、40℃で1時間放置する。この液4 mLを量り、pH 8.0の抗生物質用0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて25 mLとする。この液5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、トランス体、セフチブテンの順に溶出し、その分離度は2.0以上である。

51 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5回繰り返すとき、セフチブテンのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

52 (ii) 試料溶液は5℃以下に保存し、24時間以内に使用する。本品5 mgを量り、移動相20 mLを加え、必要ならば超音波処理した後、振り混ぜて溶かし、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液10 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、セフチブテンより速く溶出するピークの合計量は5.0%以下である。ただし、セフチブテンより速く溶出するピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数1.63を乗じた値とする。

53 試験条件

54 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：263 nm)

55 カラム：内径7.5 mm、長さ60 cmのステンレス管に10 μ mの液体クロマトグラフィー用グリコールエーテル化シリカゲルを充填する。

56 カラム温度：25℃付近の一定温度

57 移動相：リン酸水素二ナトリウム十二水和物1.05 g及びリン酸二水素カリウム0.58 gを水に溶かし、1000 mLとする。

58 流量：セフチブテンの保持時間が約20分になるように調整する。

59 面積測定範囲：セフチブテンの保持時間の約1.6倍の範囲

60 システム適合性

61 検出の確認：試料溶液1 mLに移動相を加えて20 mLとし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に20 mLとする。この液10 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
 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°C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。

$$124 \text{ セフチブテン} (C_{15}H_{14}N_4O_6S_2) \text{ の量} [\mu\text{g}(\text{力価})] \\ 125 = M_S \times Q_T / Q_S \times 1000$$

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°C付近の一定温度

135 移動相：0.005 mol/L n-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°C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、トランクス体、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。

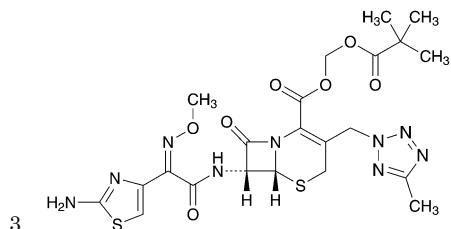
150 **貯法**

151 保存条件 遮光して、5°C以下で保存する。

152 容器 気密容器。

1 セフテラム ピボキシル

2 Ceferam Pivoxil

4 $C_{22}H_{27}N_9O_7S_2$: 593.64

5 2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6R,7R)-7-[(Z)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-(methoxyimino)acetyl]amino]-3-(5-methyl-2H-tetrazol-2-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
 6 [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743～824 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$: 479.49)としての量を質量(力価)で示す。

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、エタノール(95)又はクロロホルムに溶けやすく、水にほとんど溶けない。

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→10000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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。

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 1.2 ppm付近、 δ 2.5 ppm付近及び δ 4.0 ppm付近にそれぞれ單一線のシグナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 1 : 1である。

34 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +35～+43°(脱水物に換算したもの0.4 g、メタノール、20 mL、100 mm)。

36 純度試験 類縁物質 本品50 mgを移動相50 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法で測定するとき、セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.2のピーク面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1/2より大きくなく、相

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ボキシルのピーク面積の1.25倍より大きくなく、セフテラムピボキシル及び上記以外のピークの面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の1/4より大きくなない。また、試料溶液のセフテラムピボキシル以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の2.75倍より大きくなない。ただし、セフテラムピボキシルに対する相対保持時間約0.1のピーク面積は自動積分法で求めた面積に感度係数0.74を乗じた値とする。

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、移動相を加えて正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセフテラムピボキシルのピーク面積が、標準溶液のセフテラムピボキシルのピーク面積の7～13%になることを確認する。

64 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、セフテラムピボキシルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以下である。

68 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、セフテラムピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は3.0%以下である。

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チレンスルホン酸塩標準品約40 mg(力価)に対応する量を精密に量り、それを薄めたアセトニトリル(1→2)20 mLに溶かし、次に内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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。

81 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[μ g(力価)]

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

83 M_S : セフテラムピボキシルメチレンスルホン酸塩標準品の秤取量[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 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。

92 カラム温度：25°C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及びアセトニトリル375 mLに水を加えて1000 mLとする。

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 Ceferam 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)に対応する量をとり、メタノール20 mLを加えてよ
9 く振り混ぜた後、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)に対応する量をとり、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。それぞれ
20 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
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
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
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チレンスルホン酸塩
48 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 每分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ーでろ過する。初めのろ液10 mL以上を除き、次のろ液V
64 mLを正確に量り、1 mL中に「セフテラムピボキシル」約22
65 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、
66 試料溶液とする。別にセフテラムピボキシルメチレンスル
67 ホン酸塩標準品約22 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
68 メタノール20 mLに溶かした後、水を加えて正確に50 mLと
69 する。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mL
70 とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、水を
71 対照とし、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、
72 波長300 nmにおける吸光度A_T及びA_Sを測定する。

73 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量に対する溶出率(%)
74 $= M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 90$

75 M_s : セフテラムピボキシルメチレンスルホン酸塩標準
76 品の秤取量[mg(力価)]

77 C : 1錠中のセフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の表示量[mg(力
78 値)]

79 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
80 する個数をとり、薄めたアセトニトリル(1→2)120 mLを加
81 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
82 (1→2)を加えて正確に200 mLとする。この液を遠心分離し
83 た後、上澄液10 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確
84 に加えた後、薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLと
85 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
86 めのろ液3 mLを除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセ
87 フテラムピボキシルメチレンスルホン酸塩標準品約50
88 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
89 (1→2)20 mLに溶かし、内標準溶液5 mLを正確に加え、
90 薄めたアセトニトリル(1→2)を加えて50 mLとし、標準溶液
91 とする。以下「セフテラムピボキシル」の定量法を準用する。

92 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]
93 $= M_s \times Q_t / Q_s \times 20$

94 M_s : セフテラムピボキシルメチレンスルホン酸塩標準
95 品の秤取量[mg(力価)]

96 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
97 トリル(1→2)溶液(1→1000)

98 貯法

100 保存条件 遮光して保存する.

101 容器 気密容器.

1 セフテラム ピボキシル細粒

2 Ceferam 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%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、顆粒剤の製法
6 により製する。

7 確認試験 本品を粉末とし、「セフテラムピボキシル」0.1
8 g(力価)に対応する量をとり、メタノール20 mLを加えてよ
9 く振りませた後、ろ過する。ろ液1 mLをとり、0.05 mol/L
10 塩酸・メタノール試液を加えて500 mLとする。この液につ
11 き、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを
12 測定するとき、波長262～266 nmに吸収の極大を示す。

13 純度試験 類縁物質 本品を必要ならば粉末とし、「セフテラ
14 ムピボキシル」0.1 g(力価)に対応する量をとり、薄めたアセ
15 トニトリル(1→2)を加えて100 mLとする。超音波を用いて
16 粒子を小さく分散させた後、ろ過し、試料溶液とする。この
17 液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、
18 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
19 とり、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試
20 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
21 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
22 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
23 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
24 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
25 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
26 の17/25より大きくない。また、試料溶液のセフテラムピ
27 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
28 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、
29 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
30 面積には0.74の感度係数を乗じる。

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) 0.3%以下(0.1 g(力価)、電量滴定法)。

38 製剤均一性(6.02) 分包品は、質量偏差試験を行うとき、適
39 合する。

40 溶出性 別に規定する。

41 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」
42 約0.3 g(力価)に対応する量をとり、その質量を精密に量り、
43 内標準溶液30 mLを正確に加え、薄めたアセトニトリル(1→
44 2)を加えて300 mLとする。超音波を用いて粒子を小さく分
45 散させた後、ろ過し、試料溶液とする。別にセフテラムピボ
46 キシルメチレンスルホン酸塩標準品約50 mg(力価)に対応
47 する量を精密に量り、薄めたアセトニトリル(1→2)20 mLに
48 溶かし、内標準溶液5 mLを正確に加えた後、薄めたアセト
49 ニトリル(1→2)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。試料
50 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

51 ラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面
52 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
53 Q_S を求める。

54 セフテラム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_2$)の量[mg(力価)]

$$55 = M_S \times Q_T / Q_S \times 6$$

56 M_S : セフテラムピボキシルメチレンスルホン酸塩標準
57 品の秤取量[mg(力価)]

58 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
59 トリル(1→2)溶液(1→1000)

60 試験条件

61 「セフテラムピボキシル」の定量法の試験条件を準用す
62 る。

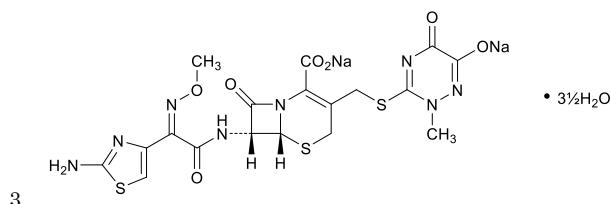
63 システム適合性

64 「セフテラムピボキシル」の定量法のシステム適合性を
65 準用する。

66 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



3

4 $C_{18}H_{18}N_8Na_2O_7S_3 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$: 661.60

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

6 (methoxyimino)acetylaminomethyl]-3-(6-hydroxy-2-methyl-5-oxo-

7 2,5-dihydro-1,2,4-triazin-3-ylsulfanyl)methyl)-8-oxo-5-

8 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($C_{18}H_{18}N_8Na_2O_7S_3$: 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 近にそれぞれ單一線のシグナル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°C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) [α]_D²⁰ : -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

45 100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10
46 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
47 <2.01>により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面
48 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
49 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
50 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
51 セフトリアキソンのピーク面積より大きくない。ただし、不
52 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
53 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°C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 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
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
87 フ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
89 とき、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
 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°C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ソ
 134 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秤取量[mg (力
 162 値)]

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°C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。

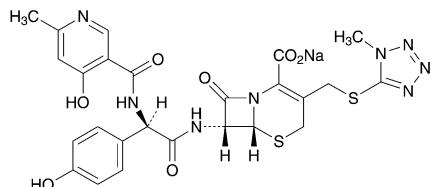
189 **貯法**

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-methylpyridine-3-carbonyl)amino]-2-(4-hydroxyphenyl)acetyl]amino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanyl)methyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
 5 $[74849-93-7]$

6 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり900～990 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフピラミド($C_{25}H_{24}N_8O_7S_2$: 612.64)としての量を質量(力価)で示す。

7 性状 本品は白色～帶黃白色の粉末である。

8 本品はジメチルスルホキシドに極めて溶けやすく、水に溶けやすく、メタノールにやや溶けにくく、エタノール(95)に溶けにくい。

9 確認試験

10 (1) 本品のpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

11 (2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメチルスルホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、 δ 2.3 ppm付近、 δ 3.9 ppm付近及び δ 8.2 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

12 (3) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)〈1.09〉を呈する。
 13 旋光度 〈2.49〉 $[\alpha]_D^{20} : -33 \sim -40^\circ$ (脱水物に換算したもの
 14 0.2 g, pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液、10 mL、100 mm).

15 pH 〈2.54〉 本品2.0 gを水20 mLに溶かした液のpHは5.5～8.0である。

16 純度試験

17 (1) 溶状 本品1.0 gをpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かすとき、液は無色～淡黄色澄明である。

18 (2) 類縁物質 本品約25 mgを精密に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にデシケーター(減圧、シリカゲル)で2時間乾燥した液体クロマトグラフィー用1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール約25 mg及びセフピラミド標準品約75

45 mg(力価)に対応する量を精密に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mL
 46 を正確に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え、
 47 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 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、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する。次式によりそれぞれの量を求めるとき、1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールは1.0%以下であり、その他の個々の類縁物質は1.5%以下であり、その他の類縁物質の合計は4.0%以下である。

55 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール($C_2H_4N_4S$)の量(%)

$$= M_{Sa} / M_T \times A_{Ta} / A_{Sa}$$

58 その他の個々の類縁物質の量(%) = $M_{Sb} / M_T \times A_{Tc} / A_{Sb}$

$$M_{Sa} : 1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールの秤取量(mg)$$

$$M_{Sb} : セフピラミド標準品の秤取量[mg(力価)]$$

$$M_T : 本品の秤取量(mg)$$

$$A_{Sa} : 標準溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積$$

$$A_{Sb} : 標準溶液のセフピラミドのピーク面積$$

$$A_{Ta} : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積$$

$$A_{Tc} : 試料溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオール及びセフピラミド以外の各々のピークの面積$$

60 試験条件

61 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：254 nm)

62 カラム：内径4 mm、長さ30 cmのステンレス管に10 μ m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。

63 カラム温度：25°C付近の一定温度

64 移動相：pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液／メタノール混液(3 : 1)

65 流量：セフピラミドの保持時間が約11分になるように調整する。

66 面積測定範囲：セフピラミドの保持時間の約2倍の範囲

67 システム適合性

68 検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り、pH 7.5の0.03 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとする。この液5 μ Lから得た1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が、標準溶液の1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の8～12%になることを確認する。

69 システムの性能：セフピラミド標準品25 mg及びケイ皮酸7 mgをとり、移動相に溶かし、50 mLとする。この液5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ケイ皮酸、セフピラミドの順に溶出し、その分離度は3以上である。

70 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、1-メチル-1*H*-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

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°C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.

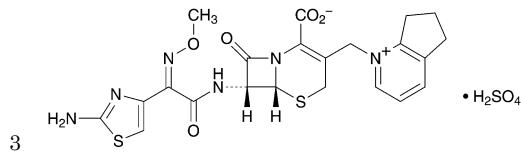
129 貯法

130 保存条件 遮光して, 5°C以下で保存する.

131 容器 気密容器.

1 セフピロム硫酸塩

2 Cefpirome Sulfate

4 $C_{22}H_{22}N_6O_5S_2 \cdot H_2SO_4$: 612.66

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

6 (methoxyimino)acetylamino]-3-(6,7-dihydro-5H-

7 cyclopenta[b]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-

8 azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate

9 [98753-19-6]

10 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり760
11 μg (力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、セフピロム
12 ($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$: 514.58)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、僅かに特異な
14 においがある。

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

17 本品は吸湿性である。

18 確認試験

19 (1) 本品10 mgを水2 mLに溶かし、塩化ヒドロキシルア
20 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、
21 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
22 き、液は赤褐色を呈する。

23 (2) 本品1 mgを水4 mLに溶かし、氷冷しながら希塩酸1
24 mLを加え、新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液(1→100)
25 1 mLを加え、2分間放置する。さらに、氷冷しながらアミド
26 硫酸アンモニウム試液1 mLを加え、1分間放置した後、 N -
27 1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液(1→1000) 1 mL
28 を加えるとき、液は紫色を呈する。

29 (3) 本品5 mgをとり、エタノール(95) 1 mL及び水1 mLを
30 加えて溶かし、1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン0.1 gを
31 加え、水浴上で5分間加熱し、冷後、水酸化ナトリウム溶液
32 (1→10) 2～3滴及びエタノール(95) 3 mLを加えるとき、液
33 は赤褐色を呈する。

34 (4) 本品及びセフピロム硫酸塩標準品の0.01 mol/L塩酸試
35 液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)に
36 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
37 ム硫酸塩標準品のスペクトルを比較すると、両者のスペクト
38 ルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

39 (5) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液(1→25)
40 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
41 ムを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法
42 (2.21)により 1H を測定するとき、 δ 4.1 ppm付近に単一線
43 のシグナルAを、 δ 5.9 ppm付近に二重線のシグナルBを、
44 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
45 重線のシグナルDを示し、各シグナルの面積強度比A : B :

46 C : Dはほぼ3 : 1 : 1 : 1である。

47 (6) 本品の水溶液(1→250)は硫酸塩の定性反応(1)〈1.09〉
48 を呈する。49 吸光度(2.24) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (270 nm) : 405～435(脱水物に換算した
50 もの50 mg, 0.01 mol/L塩酸試液, 2500 mL)。
51 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: -27～-33°(脱水物に換算したもの
52 0.5 g, アセトニトリル25 mLに水を加えて50 mLとした液,
53 20 mL, 100 mm)。
54 pH(2.54) 本品0.1 gを水10 mLに溶かした液のpHは1.6～
55 2.6である。

56 純度試験

57 (1) 溶状 別に規定する。

58 (2) 類縁物質 別に規定する。

59 水分(2.48) 2.5%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

60 強熱残分 別に規定する。

61 エンドトキシン(4.01) 0.10 EU/mg(力価)未満。

62 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
63 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
64 mLとする。この液5 mLずつを正確に量り、それぞれに水を
65 加えて正確に20 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試
66 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
67 クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれ
68 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。

69 セフピロム($C_{22}H_{22}N_6O_5S_2$)の量[μg (力価)]

$$70 = M_S \times A_T / A_S \times 1000$$

71 M_S : セフピロム硫酸塩標準品の秤取量[mg(力価)]

72 試験条件

73 検出器: 紫外吸光度計(測定波長: 270 nm)

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

77 カラム温度: 25°C付近の一定温度

78 移動相: リン酸二水素アンモニウム3.45 gを水1000 mL
79 に溶かし、リン酸を用いてpH 3.3に調整する。この
80 液800 mLにアセトニトリル100 mLを加える。
81 流量: セフピロムの保持時間が約7.5分になるように調
82 整する。

83 システム適合性

84 システムの性能: 標準溶液20 μL につき、上記の条件で
85 操作するとき、セフピロムのピークの理論段数は
86 3600段以上である。
87 システムの再現性: 標準溶液20 μL につき、上記の条件
88 で試験を5回繰り返すとき、セフピロムのピーク面積
89 の相対標準偏差は1.0%以下である。

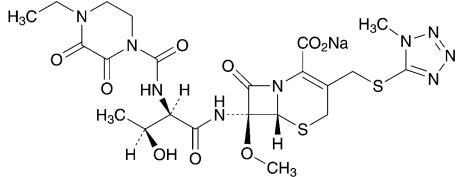
90 貯法

91 保存条件 2～8°Cで保存する。

92 容器 密封容器。

1 セフブペラゾンナトリウム

2 Cefbuperazone Sodium



3

4 C₂₂H₂₈N₉NaO₉S₂ : 649.63

5 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-ylsulfanyl)methyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
6
7
8
9
10 [76648-01-6]

11 本品は定量するとき、換算した脱水物1 mg当たり870
12 µg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、セフブペラゾン(C₂₂H₂₉N₉O₉S₂ : 627.65)としての量を質量(力価)で示す。

14 性状 本品は白色～淡黄白色の粉末又は塊である。

15 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。

18 確認試験

(1) 本品の水溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品0.1 gに核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ピリジン0.5 mL及び核磁気共鳴スペクトル測定用重水1滴を加えて溶かし、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により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)(I.09)を呈する。

32 旋光度(2.49) [α]_D²⁰ : +48～+56°(脱水物に換算したもの
33 0.4 g、水、20 mL、100 mm)。

34 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。

36 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、標準溶液のセフブペラゾン

45 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
46 のピーク面積の割合を求めるとき、セフブペラゾンに対する
47 相対保持時間約0.2の類縁物質Iは2.0%以下であり、セフブ
48 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
49 下であり、セフブペラゾンに対する相対保持時間約1.6の類
50 縁物質IIIは1.0%以下である。また、類縁物質の合計面積は
51 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
52 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
53 とする。

54 試験条件

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

57 面積測定範囲：セフブペラゾンの保持時間の約2倍の範
58 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
61 えて正確に10 mLとする。この液25 µLから得たセフ
62 ブペラゾンのピーク面積が標準溶液のセフブペラゾン
63 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25 µLにつき、上記の条件で
65 操作するとき、セフブペラゾンのピークの理論段数及
66 びシングメトリー係数は、それぞれ5000段以上、1.5以
67 下である。

68 システムの再現性：標準溶液25 µLにつき、上記の条件
69 で試験を6回繰り返すとき、セフブペラゾンのピーク
70 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

71 水分(2.48) 1.0%以下(3 g、容量滴定法、直接滴定)。

72 定量法 本品及びセフブペラゾン標準品約0.1 g(力価)に対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かし、正確に100 mLとする。この液10 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液10 mLを正確に加えた後、移動相を加えて50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 µLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセフブペラゾンのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

73 セフブペラゾン(C₂₂H₂₉N₉O₉S₂)の量[µg(力価)]

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

74 M_S : セフブペラゾン標準品の秤取量[mg(力価)]

75 内標準溶液 アセトアニリドの移動相溶液(1→4000)

76 試験条件

77 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

78 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。

79 カラム温度：25°C付近の一定温度

80 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。

81 流量：セフブペラゾンの保持時間が約16分になるよう
82 に調整する。

83 システム適合性

84 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、セフブペラゾンの順に溶
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 μ L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 に対するセフブ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。

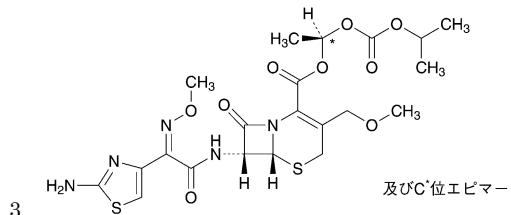
103 **貯法**

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 $C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$: 557.605 (1*S*)-1-[(1-Methylethoxy)carbonyloxy]ethyl6 (6*R*,7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-

7 (methoxyimino)acetyl]amino]-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、セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$: 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めて溶けやすく、エタノール(99.5)に溶けやすく、水に極めて溶けにくい。

17 確認試験

18 (1) 本品のアセトニトリル溶液(3→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフポドキシムプロキセチル標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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ポドキシムプロキセチル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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 1.3 ppm付近及び δ 1.6 ppm付近にそれぞれ二重線のシグナルA及びBを、 δ 3.3 ppm付近及び δ 4.0 ppm付近にそれぞれ単一線のシグナルC及びDを示し、各シグナルの面積強度比A : B : C : Dはほぼ2 : 1 : 1 : 1である。

37 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +24.0 \sim +31.4°(脱水物に換算したもの0.1 g、アセトニトリル、20 mL、100 mm)。

39 純度試験 類縁物質 本品50 mgを水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(99 : 99 : 2)50 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液20 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、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

44 き、セフポドキシムプロキセチルの異性体Bに対する相対保持時間約0.8のピークの量は2.0%以下、セフポドキシムプロキセチル以外のピークの量は1.0%以下である。また、セフポドキシムプロキセチル以外のピークの合計量は6.0%以下である。

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°C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の混合比を次のように
59 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 \sim 65	95	5
65 \sim 145	95 \rightarrow 15	5 \rightarrow 85
145 \sim 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 \sim 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
81 ミ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 強熱残分(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
89 ク面積 A_b を自動積分法により測定するとき、 $A_b/(A_a+A_b)$ は
90 0.50 \sim 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、セフポドキ
 96 シムプロキセチルの異性体A、セフポドキシムプロキ
 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ポドキシムプロキセチルの異
 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** 本品及びセフポドキシムプロキセチル標準品約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(2.0I)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ポドキ
 111 シムプロキセチルの二つに分離したピーク面積の比 $Q_{\text{T}1}$ 及び
 112 $Q_{\text{S}1}$ 、並びに $Q_{\text{T}2}$ 及び $Q_{\text{S}2}$ を求める。

113 セフポドキシム($\text{C}_{15}\text{H}_{17}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2$)の量[μg (力価)]
 114 $= M_{\text{S}} \times (Q_{\text{T}1} + Q_{\text{T}2}) / (Q_{\text{S}1} + Q_{\text{S}2}) \times 1000$

115 M_{S} ：セフポドキシムプロキ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°C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、セフポドキシムプロキセ
 132 チルの異性体A、セフポドキシムプロキセチルの異性
 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、上記の条件で
 136 試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
 137 対するセフポドキシムプロキセチルの異性体Bのピ
 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)に対応する量をとり、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)]

$$= M_s \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 10 / V$$

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($C_{21}H_{27}N_5O_9S_2$)の表示量に対する
 56 溶出率(%)

$$= M_s \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times V' / V \times 1 / C \times 45$$

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

64 検出器：紫外吸光度計(測定波長：240 nm)

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

68 カラム温度：40°C付近の一定温度

69 移動相：水／メタノール混液(11:9)

70 流量：セフポドキシムプロキセチルの二つに分離したピ
 71 ークのうち、先に溶出するピークの保持時間が約24
 72 分になるように調整する。

システム適合性

74 システムの性能：標準溶液10 μL につき、上記の条件で
 75 操作するとき、セフポドキシムプロキセチルの二つに
 76 分離したピークの分離度は4以上である。

77 システムの再現性：標準溶液10 μL につき、上記の条件
 78 で試験を6回繰り返すとき、セフポドキシムプロキセ
 79 チルの二つに分離したピークの合計面積の相対標準偏
 80 差は2.0%以下である。

81 定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末
 82 とする。「セフポドキシムプロキセチル」約0.3 g(力価)に対
 83 応する量を精密に量り、水／アセトニトリル／酢酸(100)混
 84 液(99:99:2) 80 mLを加え、10分間超音波処理した後、水
 85 ／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて正確
 86 に100 mLとする。この液を孔径0.45 μm 以下のメンブラン
 87 フィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液
 88 10 mLを正確に量り、内標準溶液6 mLを正確に加えた後、
 89 水／アセトニトリル／酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて50
 90 mLとし、試料溶液とする。別にセフポドキシムプロキセチ
 91 ル標準品約60 mg(力価)に対応する量を精密に量り、水／ア
 92 セトニトリル／酢酸(100)混液(99:99:2) 60 mLに溶かし、
 93 内標準溶液12 mLを正確に加えた後、水／アセトニトリル／
 94 酢酸(100)混液(99:99:2)を加えて100 mLとし、標準溶液
 95 とする。以下「セフポドキシムプロキセチル」の定量法を準
 96 用する。

97 セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$= M_s \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 5$$

99 M_s : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力
 100 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.

1 シロップ用セフポドキシム プロキセチル

2 Cefpodoxime Proxetil for Syrup

4 本品は用時懸濁して用いるシロップ用剤である。
 5 本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%
 6 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。
 7 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。
 8 確認試験 本品の「セフポドキシムプロキセチル」15 mg(力価)に対応する量をとり、pH 8.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLを加え、よく振り混ぜた後、時々振り混ぜながら5分間超音波処理する。次に酢酸エチル20 mLを加え、5分間振り混ぜた後、遠心分離する。上澄液3 mLをとり、減圧下、40℃に加温しながら酢酸エチルを留去する。残留物をアセトニトリルに溶かし、200 mLとした液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長232～236 nmに吸収の極大を認める。

18 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。

20 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。

30 セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]
 31 $=Ms \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 2$

32 Ms : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

34 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。

37 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。

40 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 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

50 100 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。

56 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(%)

$$=Ms / M_T \times (A_{Ta} + A_{Tb}) / (A_{Sa} + A_{Sb}) \times 1 / C \times 225$$

59 Ms : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

61 M_T : 本品の秤取量(g)

62 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)]

64 試験条件

65 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。

66 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。

67 システム適合性

68 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。

69 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。

70 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

71 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。

78 セフポドキシム($C_{15}H_{17}N_5O_6S_2$)の量[mg(力価)]

$$=Ms \times (Q_{T1} + Q_{T2}) / (Q_{S1} + Q_{S2}) \times 2$$

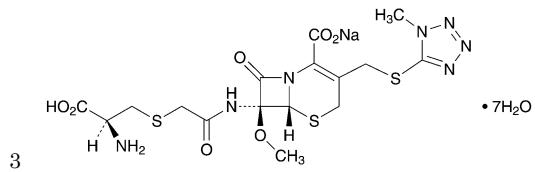
91 Ms : セフポドキシムプロキセチル標準品の秤取量[mg(力価)]

93 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。

96 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-ylsulfanyl)methyl)-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 μ g(力値)を含む。ただし、本品の力値は、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(力値)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、本品のスペクト
19 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付近に单一
33 線のシグナルBを、 δ 4.0 ppm付近に单一線のシグナルCを、
34 δ 5.1 ppm付近に单一線のシグナル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) $[\alpha]_D^{20} : +62 \sim +72^\circ$ (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値試験法
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(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 値)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 μ g(力値)及び20 μ g(力値)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。

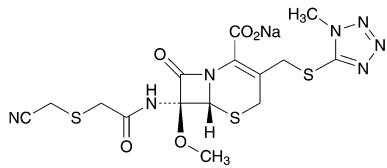
55 (iv) 試料溶液 本品約40 mg(力値)に対応する量を精密に
56 量り、pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かして正確に
57 50 mLとする。この液適量を正確に量り、pH 7.0の0.05
58 mol/Lリン酸塩緩衝液で1 mL中に40 μ g(力値)及び20 μ g(力
59 値)を含む溶液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶
60 液とする。

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



4 $C_{15}H_{16}N_7NaO_5S_3$: 493.52

5 Monosodium (6R,7R)-7-

6 {[[(cyanomethylsulfanyl)acetyl]amino]-7-methoxy-3-

7 (1-methyl-1H-tetrazol-5-ylsulfanyl-methyl)-8-oxo-5-thia-

8 1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate

9 [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 μ g(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一
26 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)(J.09)を呈する。

35 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +73～+85°(0.25 g, 水, 25 mL,
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) 液状 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)の色の比較原液0.5 mL及び塩化
43 鉄(III)の色の比較原液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)、標準溶液
50 (4)及び標準溶液(5)とする。別に1-メチル-1H-テトラ
51 ゾール-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 μ Lずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に1-ブタノール／水／酢酸(100)混液(4:1:1)を展開溶媒として約12 cm展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、標準溶液(6)から得たスポットに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液(6)のスポットより濃くなく、試料溶液から得た主スポット及び上記のスポット以外のスポットは、標準溶液(1)から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液(1)、標準溶液(2)、標準溶液(3)、標準溶液(4)及び標準溶液(5)と比較して求めるとき、その合計量は8.0%以下である。

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)に対応する量を精密に量り、それを移動相に溶かし、正確に25 mLとする。この液1 mLずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液10 mLずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 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メタゾールのピーク面積の比 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[μ g(力価)]

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

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→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 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。

86 カラム温度：25°C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に溶かす。この液にメタノール280 mL, テトラヒドロフラン20 mL, 40%テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液3.2 mLを加え、リン酸を加えてpH 4.5に調整する。

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 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、セフメタゾール、内標準物質の順に溶出し、その分離度は10以上である。

98 システムの再現性：標準溶液10 μ L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。

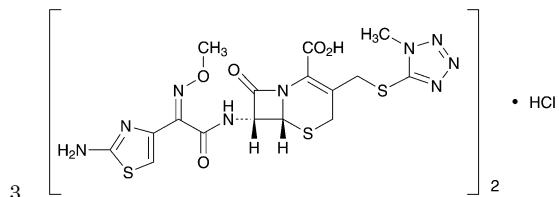
102 貯法 容器 密封容器。

50 M_s : セフメタゾール標準品の秤取量[mg(力値)]
 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 **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, 表示された力値の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 値)に対応する量をとり, 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 値)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(力値)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(力値)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(力値)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(力値)]
 49 $= M_s \times Q_T / Q_s \times 4$

1 セフメノキシム塩酸塩

2 Cefmenoxime Hydrochloride

4 $(C_{16}H_{17}N_9O_5S_3)_2 \cdot HCl$: 1059.585 $(6R,7R)-7-[Z]-2-(2\text{-Aminothiazol-4-yl})-2-$ 6 $(\text{methoxyimino})\text{acetyl}\text{amino}-3-(1\text{-methyl-1}H\text{-tetrazol-5-ylsulfanyl})\text{methyl}-8\text{-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride}$

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 ~ 975 μg (力価)を含む。ただし、本品の力価は、セフメノキシム($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$: 511.56)としての量を質量(力価)で示す。

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。本品はホルムアミド又はジメチルスルホキシドに溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エタノール(95)にほとんど溶けない。

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→200000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフメノキシム塩酸塩標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

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メノキシム塩酸塩標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

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スルホキシド溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により ^1H を測定するとき、 δ 3.9 ppm付近に二つの単一線のシグナルA及びBを、 δ 6.8 ppm付近に単一線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ3 : 3 : 1である。

36 (4) 本品10 mgをとり、薄めた炭酸ナトリウム試液(1→20)1 mLを加えて溶かした後、酢酸(100)5 mL及び硝酸銀試液2滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

39 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : -27 \sim -35^\circ$ (1 g, pH 6.8の0.1 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 ~ 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 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後、移動相を加えて正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別に1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオール約10 mgを精密に量り、移動相に溶かし、正確に100 mLとする。この液4 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に250 mLとし、標準溶液(1)とする。別にセフメノキシム塩酸塩標準品約0.1 gを精密に量り、pH 6.8の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液20 mLに溶かした後、移動相を加えて正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に250 mLとし、標準溶液(2)とする。試料溶液、標準溶液(1)及び標準溶液(2)10 μL ずつを正確にとり、調製後直ちに、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピーク面積を自動積分法により測定する。次式により1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオール及び総類縁物質の量を求めるとき、それぞれ1.0%以下及び3.0%以下である。

63 1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールの量(%)

$$= M_{\text{Sa}} / M_{\text{T}} \times A_{\text{Ta}} / A_{\text{Sa}} \times 20$$

65 総類縁物質の量(%)

$$= M_{\text{Sa}} / M_{\text{T}} \times A_{\text{Ta}} / A_{\text{Sa}} \times 20 + M_{\text{Sb}} / M_{\text{T}} \times S_{\text{Ta}} / A_{\text{Sb}} \times 5$$

67 M_{Sa} : 1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールの秤取量(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-1H-テトラゾール-5-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-1H-テトラゾール-5-チオールのピーク面積

76 S_{Ta} : 試料溶液の1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオール及びセフメノキシム以外のピークの合計面積

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、移動相を加えて正確に100 mLとする。この液10 μL から得た1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールのピーク面積が、標準溶液(1)の1-メチル-1H-テトラゾール-5-チオールのピーク面積の4.5 ~ 5.5%になることを確認する。次いで標準溶液(2)2 mLを正確に量り、移動相を加えて正確に100 mLとする。この液10 μL から得たセフメノキシムのピーク面積が、標準溶液(2)のセフメノキシムのピーク面積の1.5 ~ 2.5%になることを確認する。

95 システムの再現性：標準溶液(1)10 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、1-メチル-1H-テ

97 トライオールのピーク面積の相対標準偏差
 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(力値)
 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 μ L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る
 110 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($C_{16}H_{17}N_9O_5S_3$)の量[μ g(力値)]
 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(力値)]

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

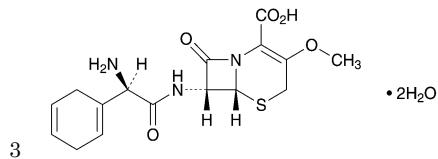
116 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 254 nm)
 117 カラム: 内径4 mm, 長さ15 cmのステンレス管に5 μ m
 118 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
 119 リカゲルを充填する.
 120 カラム温度: 25°C付近の一定温度
 121 移動相: 水/アセトニトリル/酢酸(100)混液(50:10:1)
 122 流量: セフメノキシムの保持時間が約8分になるように
 123 調整する.

124 システム適合性
 125 システムの性能: 標準溶液10 μ L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 μ L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 (6R,7R)-7-[(2R)-2-Amino-2-cyclohexa-1,4-

6 dienylacetylaminocarbonyl-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(力値)を含む。ただし、本品の力値は、セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$: 365.40)としての量を質量(力値)で示す。

11 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。

12 本品はギ酸に極めて溶けやすく、水又はメタノールに溶けにくく、エタノール(95)に極めて溶けにくい。

13 本品は0.001 mol/L塩酸試液又は希酢酸に溶ける。

14 確認試験

15 (1) 本品の0.001 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキサジン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

16 (2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセフロキサジン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

17 (3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液(1→10)につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、δ 2.8 ppm付近、δ 4.1 ppm付近及びδ 6.3 ppm付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナルA、B及びCを示し、各シグナルの面積強度比A : B : Cはほぼ4 : 3 : 1である。

18 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20} : +95 \sim +108^\circ$ (脱水物に換算したも

19 の0.1 g、薄めた酢酸(100)(3→25)、100 mL、100 mm)。

20 純度試験 類縁物質 本品10 mgを移動相100 mLに溶かし、
21 試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、移動相を加え
22 て正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
23 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
24 フィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液の各々のピ
25 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
26 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
27 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
28 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

29 積より大きくなない。また、試料溶液のセフロキサジン及び上記
30 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
31 面積の1/2より大きくななく、試料溶液のセフロキサジン以
32 外のピークの合計面積は、標準溶液のセフロキサジンのピー
33 ク面積の6倍より大きくなない。

34 試験条件

35 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

36 カラム：内径4.6 mm、長さ10 cmのステンレス管に5
37 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
38 化シリカゲルを充填する。

39 カラム温度：25°C付近の一定温度

40 移動相：過塩素酸ナトリウム1.4 gを水／アセトニトリ
41 ル混液(489 : 11) 1000 mLに溶かす。

42 流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるよう
43 に調整する。

44 面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約2倍の範
45 囲

46 システム適合性

47 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相を加
48 えて正確に20 mLとする。この液40 μ Lから得たセフ
49 ロキサジンのピーク面積が、標準溶液のセフロキサジ
50 ンのピーク面積の7～13%になることを確認する。

51 システムの性能：本品3 mg及びオルシン15 mgを移動相
52 100 mLに溶かす。この液40 μ Lにつき、上記の条件
53 で操作するとき、オルシン、セフロキサジンの順に溶
54 出し、その分離度は3以上である。

55 システムの再現性：標準溶液40 μ Lにつき、上記の条件
56 で試験を6回繰り返すとき、セフロキサジンのピーク
57 面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

58 水分(2.48) 8.5～12.0%(0.1 g、容量滴定法、直接滴定)。

59 定量法 本品及びセフロキサジン標準品約50 mg(力値)に対応
60 する量を精密に量り、それぞれを希酢酸／リン酸混液
61 (500 : 1)に溶かし、内標準溶液5 mLずつを正確に加えた後、
62 希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を加えて200 mLとし、試料溶
63 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、
64 次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行
65 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
66 ク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

67 セフロキサジン($C_{16}H_{19}N_3O_5S$)の量[μ g(力値)]

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

68 M_S ：セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力値)]

69 内標準溶液 バニリン1.6 gをメタノール5 mLに溶かし、
70 希酢酸／リン酸混液(500 : 1)を加えて100 mLとする。

71 試験条件

72 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

73 カラム：内径4.6 mm、長さ10 cmのステンレス管に5
74 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
75 化シリカゲルを充填する。

76 カラム温度：25°C付近の一定温度

77 移動相：硫酸アンモニウム溶液(1→50)／アセトニトリ
78 ル混液(97 : 3)

79 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)に対応する量をとり、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)4V/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 ソン水和物」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 每分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 値)]

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 $= M_s \times Q_t / Q_s$

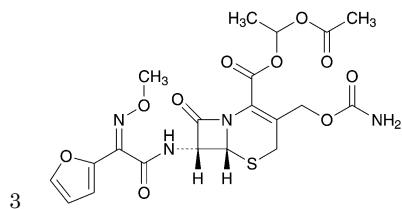
67 M_s : セフロキサジン標準品の秤取量[mg(力価)]

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 アキセチル

2 Cefuroxime Axetil

4 $C_{20}H_{22}N_4O_{10}S$: 510.47

5 (1RS)-1-Acetoxyethyl (6R,7R)-3-carbamoyloxymethyl-7-
6 [(Z)-2-furan-2-yl-2-(methoxyimino)acetyl]amino]-8-oxo-5-
7 thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate
8 [64544-07-6]

9 本品は定量するとき、換算した脱水及び脱アセトン物1
10 mg当たり800～850 μ g(力価)を含む。ただし、本品の力価
11 は、セフロキシム($C_{16}H_{16}N_4O_8S$: 424.39)としての量を質量
12 (力価)で示す。

13 性状 本品は白色～黄白色の無晶性の粉末である。

14 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
15 やや溶けやすく、エタノール(95)にやや溶けにくく、水に極
16 めて溶けにくい。

17 確認試験

18 (1) 本品のメタノール溶液(3→200000)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セフロキシムアキ
21 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
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フロキシムアキセチル標準品のス
27 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
28 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ジメチ
30 ルスルホキシド溶液(1→20)につき、核磁気共鳴スペクトル測
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 1.5
33 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
34 ppm付近に一対の単一線のシグナルBを、 δ 3.9 ppm付近に
35 単一線のシグナルCを示し、各シグナルの面積強度比A :
36 B : Cはほぼ1 : 1 : 1である。

37 旋光度(2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +41～+47° (0.5 g, メタノール,
38 50 mL, 100 mm).

39 純度試験

40 (1) 類縁物質 本品25 mgをメタノール4 mLに溶かし、
41 リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10 mLと
42 し、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノール
43 40 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→
44 1000)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶

45 液及び標準溶液2 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
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

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：溶媒のピークの後からセフロキシムアキ
57 セチルの二つのピークのうち保持時間の大きい方のビ
58 ークの約3倍までの範囲

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、メタノール4
61 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23
62 →1000)を加えて正確に10 mLとする。この液2 μ Lから得たセフロキシムアキセチルの二つのピークの合計
63 面積が、標準溶液のセフロキシムアキセチルの二つの
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 μ Lにつき、上記の条件で
66 操作するとき、セフロキシムアキ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 μ L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
71 下である。

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 μ L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
83 アセトンの量(%) = $M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$

84 M_S : アセトンの秤取量(g)

85 M_T : 本品の秤取量(g)

86 内標準溶液 1-プロパノールのジメチルスルホキシド溶
87 液(1→200)

88 試験条件

89 検出器：水素炎イオン化検出器

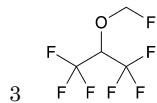
90 カラム：内径3 mm、長さ2 mのガラス管にガスクロマ
91 トグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガス
92 クロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500
93 を1:1の割合で混合したものを125～150 μ mのガス
94 クロマトグラフィー用ケイソウ土に20%の割合で被
95 覆したもの充填する。

96 カラム温度：90°C付近の一定温度

97	注入口温度：115°C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	キャリヤーガス：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、セフロキシムアキセチルの二つのピー
100	する。	152	クの分離度は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セチルの二つのピークの合
104	その分離度は5以上である。	156	計面積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		
121	テ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°C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 C₄H₈F₇O : 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、セボフルラン(C₄H₈F₇O) 99.0 ~ 101.0%を含む。

9 性状 本品は無色透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°C

15 確認試験 本品約1 μLを10 cmの長さの光路を持つ気体セルに
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考スペクトル
18 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

(1) 酸又はアルカリ 本品50 mLに新たに煮沸し冷却した
水50 mLを加え、3分間激しく振り混ぜた後、水層を分取し、
試料溶液とする。試料溶液20 mLにプロモクレゾールパープル
試液1滴及び0.01 mol/L水酸化ナトリウム液0.10 mLを加
えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液20 mLに
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
mLを加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 可溶性フッ化物 本品6 gをとり、薄めた0.01 mol/L
水酸化ナトリウム試液(1→20) 12 mLを加え、10分間振り混
ぜた後、薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20)層
4.0 mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキ
ソン試液/pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリ
ウム(III)試液混液(1:1:1) 30 mLを加え、水を加えて50
mLとした後60分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標
準溶液0.2 mL及び薄めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1
→20) 4.0 mLをとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレ
キソン試液/pH 4.3の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリ
ウム(III)試液混液(1:1:1) 30 mLを加え、以下試料溶
液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄
めた0.01 mol/L水酸化ナトリウム試液(1→20) 4.0 mLを用い
て同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法
(2.24)により試験を行うとき、波長600 nmにおける試料溶
液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない(1 ppm以
下)。

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 μL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
57 ルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ0.0025%以下
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、キャリヤー
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°C付近の一定温度で注入し、10分間保
65 った後、200°Cになるまで1分間に10°Cの割合で昇温
66 し、200°C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 μL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 μL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
78 とを確認する。

79 システムの性能：システム適合性試験用溶液2 μL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 μLにつ
84 き、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セボフル
85 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°C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 μL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(C₄H₈F₇O)の量(mg)

$$= V_S \times Q_T / Q_S \times 1000 \times 1.521$$

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のフェーズドシリカ
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ーンを厚さ1.8 μm で被覆する.
107 カラム温度 : 40°C
108 注入口温度 : 200°C付近の一定温度
109 検出器温度 : 225°C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差
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(%)

$$= \frac{\frac{1.491 \times A}{M} - (1.795 \times B)}{100 - B} \times 100$$

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(%)

$$= 0.4305A / M$$

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(%)

$$= 100 \times (P - 0.5182B) / (100 - B) - 0.5772C$$

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.◆

1 ゼラチン

2 Gelatin

3 本医薬品各条は、三葉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、三葉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。

6 三葉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。

7 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
8 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
9 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。

10 ゲル化グレードはそのゼリー強度(ブルーム値)を表示し、
11 非ゲル化グレードは非ゲル化グレードと表示する。

12 ◆性状 本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板、細片、粒又は
13 粉末である。

14 本品は熱湯に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶け
15 ない。

16 ゲル化グレードは水に溶けないが、水を加えるとき、徐々
17 に膨潤、軟化し、5～10倍量の水を吸収する。

18 酸処理して得たゲル化グレードの等電点はpH 7.0～9.0、
19 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
20 4.5～5.0である。

21 非ゲル化グレードは水に溶けやすい。◆

確認試験

22 (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。

23 (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。

24 (3) 非ゲル化グレードに適用する。本品0.5 gを250 mLの
25 フラスコにとり、水10 mLと硫酸5 mLを加える。完全には
26 密閉しないように時計皿などで蓋をし、105℃で4時間加熱
27 する。これを冷却し、水200 mLを加えた後、水酸化ナトリ
28 ユム溶液(1→5)を加えてpH 6.0～8.0に調整する。この液2
29 mLを試験管にとり、酸化剤2 mLを加え、振り混ぜた後、20
30 分間静置する。呈色液2 mLを加え、振り混ぜた後、60℃の
31 水浴中で約15分間加温するとき、赤色～紫色を呈する。

32 酸化剤：トルエンスルホンクロロアミドナトリウム三水和物1.4 gをリン酸水素二ナトリウム十二水和物5.53 g及び
33 クエン酸一水和物0.48 gを水に溶かして100 mLとした
34 液に溶かす。用時製する。

35 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

51 素酸溶液(1→2) 3.5 mLに溶かし、2-プロパノール6.5
52 mLをゆっくりと加える。用時製する。

53 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
54 6.67%溶液から調製されたゼリーの表面を、10℃において、
55 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
56 重(g)を求める。

57 (i) 装置及び器具 装置はテクスチャーナライザ又はレ
58 オメーターなどの物性測定器を用い、直径 12.7 ± 0.1 mm、
59 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
60 を用いる。容器は内径 59 ± 1 mm、高さ85 mmのもの(ゼリ
61 ーカップ)を用いる。

62 (ii) 操作法 本品7.5 gをゼリーカップにとり、水105 mL
63 を加え、蓋をし、1～4時間放置した後、65±2℃の水浴中
64 で加温しながらガラス棒で15分間穏やかにかき混ぜる。
65 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
66 液とし、室温で15分間放冷する。次にカップを10.0±0.1℃
67 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、
68 17±1時間静置する。カップを恒温槽から取り出し、直ちに
69 カップの外側に付着した水を拭き取り、物性測定器のテープ
70 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
71 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
72 距離4 mm、進入速度毎秒0.5 mmで試験を行うとき、ゼリー
73 強度は表示された値の80～120%である。

74 pH (2.54) 確認試験(1)の試料溶液のpHは55℃で測定する
75 とき3.8～7.6である。

純度試験

76 (1) 鉄 本品5.00 gを共栓フラスコにとり、塩酸10 mLを
77 加え、密栓し、75～80℃の水浴中で2時間加熱する。必要
78 ならば、溶解を適切に行うために、塩酸を加えた後、放置し
79 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
80 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
81 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
82 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
83 光度用鉄標準液(2) 10 mL、20 mL及び30 mLをそれぞれ正
84 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
85 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
86 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
87 及び標準溶液につき、次の条件で原子吸光光度法(2.23)の
88 標準添加法により試験を行い、鉄の含量を求めるとき、30
89 ppm以下である。

90 使用ガス：

91 可燃性ガス アセチレン
92 支燃性ガス 空気

93 ランプ：鉄中空陰極ランプ

94 波長：248.3 nm

95 (2) クロム (1)の試料溶液を試料溶液とする。別に本品
96 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
97 操作し、原子吸光光度用クロム標準液0.25 mL、0.50 mL及
98 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
99 容物をそれぞれ100.0 gとし、標準溶液とする。なお、添加
100 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
101 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
102 子吸光光度法(2.23)の標準添加法により試験を行い、クロ
103 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。

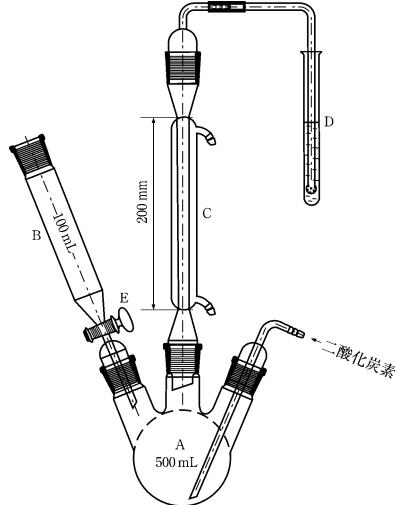
119 使用ガス：
120 可燃性ガス アセチレン
121 支燃性ガス 空気
122 ランプ：亜鉛中空陰極ランプ
123 波長：213.9 nm
124 (4) 過酸化物

125 (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。

131 (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°C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)。

142 (iii) 銳敏度 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。

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色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二酸化硫黄の量を求めるとき、50 ppm以下である。

$$170 \text{ 二酸化硫黄の量(ppm)} = V/M \times 1000 \times 3.203$$

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°Cで試験を行うとき、1 mS·cm⁻¹以下である。ただし、温度補正是行わない。

176 乾燥減量(2.41) 15.0%以下(5 g, 105°C, 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。

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

3 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
4 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
5 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
6 ド又は非ゲル化グレードが得られる。

7 ゲル化グレードはそのゼリー強度(ブルーム値)を表示し、
8 非ゲル化グレードは非ゲル化グレードと表示する。

9 性状 本品は無色又は白色～淡黄褐色の薄板、細片、粒又は粉
10 末である。

11 本品は熱湯に溶けやすく、エタノール(95)にほとんど溶け
12 ない。

13 ゲル化グレードは水に溶けないが、水を加えるとき、徐々
14 に膨潤、軟化し、5～10倍量の水を吸収する。非ゲル化グ
15 レードは水に溶けやすい。

16 確認試験

17 (1) 本品の水溶液(1→100) 5 mLに2,4,6-トリニトロフェ
18 ノール試液を滴加するとき、沈殿を生じる。

19 (2) 本品の水溶液(1→5000) 5 mLにタンニン酸試液を滴加
20 するとき、液は混濁する。

21 (3) 本品0.5 gを内径約15 mmの試験管にとり、水10 mL
22 を加え、10分間放置する。60°Cで15分間加温した後、試験
23 管を直立させて2～8°Cで6時間静置する。試験管を転倒す
24 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
25 ル化グレードは直ちに流出する。

26 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。

27 本品の6.67%溶液から調製されたゼリーの表面を、10°Cに
28 おいて、径12.7 mmのプランジャーで4 mm押し下げるのに
29 必要な荷重(g)を求める。

30 (i) 装置及び器具 装置はテクスチャーナライザ又はレ
31 オメーターなどの物性測定器を用い、直径12.7±0.1 mm、
32 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
33 を用いる。容器は内径59±1 mm、高さ85 mmのもの(ゼリ
34 ーカップ)を用いる。

35 (ii) 操作法 本品7.5 gをゼリーカップにとり、水105 mL
36 を加え、蓋をし、1～4時間放置した後、65±2°Cの水浴中
37 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
38 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
39 とし、室温で15分間放冷する。次にカップを10.0±0.1°Cの
40 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、
41 17±1時間静置する。カップを恒温槽から取り出し、直ちに
42 カップの外側に付着した水を拭き取り、物性測定器のテープ
43 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
44 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
45 距離4 mm、進入速度毎秒0.5 mmで試験を行うとき、ゼリー
46 強度は表示された値の80～120%である。

47 pH (2.54) 本品1.00 gを、新たに煮沸して約55°Cとした水
48 に溶かし、100 mLとした液のpHは55°Cで測定するとき3.8
49 ～9.0である。

50 純度試験

51 (1) 鉄 本品5.00 gを共栓フラスコにとり、塩酸10 mLを
52 加え、密栓し、75～80°Cの水浴中に浸し、2時間加熱する。
53 必要ならば、溶解を適切に行うために、塩酸を加えた後、放
54 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
55 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
56 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
57 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
58 吸光光度用鉄標準液(2) 10 mL、20 mL及び30 mLをそれぞ
59 れ正確に加え、水を加えてフラスコの内容物をそれぞれ
60 100.0 gとし、標準溶液とする。なお、添加する標準液の量
61 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。
62 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
63 <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。

64 使用ガス：

65 可燃性ガス アセチレン

66 支燃性ガス 空気

67 ランプ：鉄中空陰極ランプ

68 波長：248.3 nm

69 (2) クロム (1)の試料溶液を試料溶液とする。別に本品
70 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
71 操作し、原子吸光光度用クロム標準液0.25 mL、0.50 mL及
72 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
73 容物をそれぞれ100.0 gとし、標準溶液とする。なお、添加
74 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
75 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
76 子吸光光度法 <2.23> の標準添加法により試験を行い、クロ
77 ムの含量を求めるとき、10 ppm以下である。

78 使用ガス：

79 可燃性ガス アセチレン

80 支燃性ガス 空気

81 ランプ：クロム中空陰極ランプ

82 波長：357.9 nm

83 (3) 亜鉛 (1)の試料溶液を試料溶液とする。別に本品
84 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
85 操作し、原子吸光光度用亜鉛標準液7.5 mL、15 mL及び22.5
86 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
87 それぞれ100.0 gとし、標準溶液とする。なお、添加する標
88 準液の量は使用する機器の感度に応じて適宜調整する能够
89 である。試料溶液及び標準溶液につき、次の条件で原子吸
90 光度法 <2.23> の標準添加法により試験を行い、亜鉛の含量
91 を求めるとき、30 ppm以下である。

92 使用ガス：

93 可燃性ガス アセチレン

94 支燃性ガス 空気

95 ランプ：亜鉛中空陰極ランプ

96 波長：213.9 nm

97 (4) 過酸化物

98 (i) 酵素反応 ベルオキシダーゼは過酸化物に作用し、そ
99 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
100 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
101 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
102 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
103 ることにより、試料溶液の過酸化物の濃度が求められる。

105 (ii) 操作法 本品 20.0 ± 0.1 gをビーカーにとり、水 $80.0 \pm$
106 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
107 ~ 3 時間放置する。次にビーカーを時計皿で蓋をし、 $65 \pm$
108 2 °Cの水浴中で 20 ± 5 分間加温して試料を溶かした後、ガラ
109 斯棒でかき混ぜ、均一な溶液とし、試料溶液とする。過酸化
110 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
111 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
112 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
113 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
114 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
115 (10 ppm以下)。

116 (iii) 鋭敏度 過酸化水素標準液10 mLを正確に量り、水を
117 加えて正確に300 mLとする。この液2 mLを正確に量り、水
118 を加えて正確に1000 mLとする(2 ppm)。この液に過酸化水
119 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
120 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
121 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
122 色を比較するとき、過酸化物の濃度が2 ppmの標準比色表の
123 色と等しい。

124 (5) 二酸化硫黃

125 (i) 装置 図に示すものを用いる。

148 酸化硫黄の量を求めるとき、20 ppm以下である。

$$149 \quad \text{二酸化硫黄の量(ppm)} = V/M \times 1000 \times 3.203$$

150 M : 本品の秤取量(g)

151 V : 0.1 mol/L水酸化ナトリウム液の消費量(mL)

152 導電率 *(2.51)* 本品1.00 gを、新たに煮沸して約55°Cとした水
153 に溶かし、100 mLとした液につき、30±1.0°Cで試験を行う
154 とき、 $1 \text{ mS} \cdot \text{cm}^{-1}$ 以下である。ただし、温度補正は行わない。
155 乾燥減量 *(2.41)* 15.0%以下(5 g, 105°C, 16時間)。
156 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
157 量は 10^3 である。
158

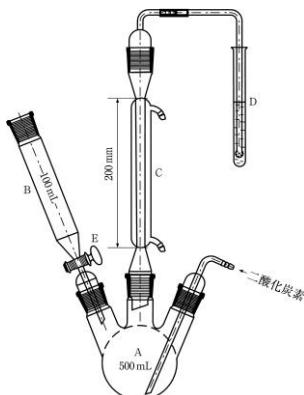
157 基準は 10^3 CFU、総真菌数の許容基準は 10^4 CFUである。ま
158 た、大腸菌及びサルモネラを認めない。

159 賯法

160 保存条件 熱及び

161 容器 气密容器.

162



126
127 A: 三口丸底フラスコ(500 mL)
128 B: 円筒形滴下漏斗(100 mL)
129 C: 冷却器
130 D: 試験管
131 E: フック

(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色の変化が少なくとも20秒間持続するまで0.1 mol/L水酸化ナトリウム液で滴定(2.50)する。同様の方法で空試験を行い、補正する。次式により二

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はほとんど溶けない。

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、中和エタノール40 mLを加え、加温して溶かし、冷後、0.1 mol/L水酸化カリウム液で滴定 (2.50) する(電位差滴定法)。

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)。

18 (2) 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°C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°C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。

25 (3) 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。

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(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°C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°Cで3時間乾燥するとき、その量は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40°C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。

46 灰分 (5.0) 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

3 本品はラックカイガラムシ *Laccifer lacca* Kerr (*Coccidae*)
4 の分泌物を漂白して得た樹脂状の物質である。

5 性状 本品は黄白色～淡黄色の粒で、堅くてもろく、においは
6 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)にやや溶けにくく、水にほとんど溶
8 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)* 65～90 ただし、本品約0.5 gを精密に量り、
11 中和エタノール50 mLを加え、加温して溶かし、冷後、「精
12 製セラック」の酸価を準用する。

13 純度試験

14 (1) 塩化物 *(1.03)* 本品0.40 gにエタノール(95) 5 mLを
15 加え、振り混ぜながら加温して溶かし、水40 mLを加え、冷
16 後、希硝酸12 mL及び水を加えて100 mLとし、ろ過する。
17 ろ液50 mLを検液とし、試験を行う。比較液は0.01 mol/L 塩
18 酸0.80 mLにエタノール(95) 2.5 mL、希硝酸6 mL及び水を
19 加えて50 mLとする(0.140%以下)。

20 (2) 硫酸塩 *(1.14)* 本品0.40 gにエタノール(95) 5 mLを
21 加え、振り混ぜながら加温して溶かし、水40 mLを加え、冷
22 後、希塩酸2 mL及び水を加えて100 mLとし、ろ過する。ろ
23 液50 mLを検液とし、試験を行う。比較液は0.005 mol/L 硫
24 酸0.45 mLにエタノール(95) 2.5 mL、希塩酸1 mL及び水を
25 加えて50 mLとする(0.110%以下)。

26 (3) ヒ素 *(1.11)* 本品0.40 gをとり、第3法により検液を
27 調製し、試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物の
28 エタノール(95)溶液(1→50) 10 mLを加えた後、過酸化水素
29 (30) 1.5 mLを加え、点火して燃焼させる(5 ppm以下)。

30 (4) エタノール不溶物 本品約5 gを精密に量り、エタノ
31 ル(95) 50 mLを加え、水浴上で振り混ぜながら溶かす。あ
32 らかじめ105°Cで2時間乾燥した質量既知の円筒ろ紙をソ
33 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
34 込み、エタノール(95)で3時間抽出し、円筒ろ紙を105°Cで3
35 時間乾燥するとき、残留物の量は2.0%以下である。ただし、
36 円筒ろ紙の秤量には筒形はかり瓶を用いる。

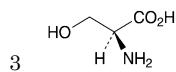
37 (5) ロジン 本品2.0 gにエタノール(99.5) 10 mLを加え、
38 よく振り混ぜて溶かし、振り混ぜながらヘキサン50 mLを
39 徐々に加える。この液を分液漏斗に入れ、水50 mLずつで2
40 回洗い、上層液をとり、ろ過し、ろ液を水浴上で蒸発乾固す
41 る。残留物に無水酢酸5 mLを加え、必要ならば水浴上で加熱
42 して溶かす。この液をネスラー管に入れ、硫酸1滴を加える
43 とき、液の色は赤紫色から紫色を経て帶赤黄色への変化を呈
44 しない。

45 (6) ワックス 本品10.0 gに炭酸ナトリウム十水和物溶液
46 (9→200) 150 mLを加え、水浴上で振り混ぜて溶かし、更に
47 2時間加熱する。冷後、浮遊するワックスをろ取し、ワック
48 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
49 がなくなるまで65°Cで乾燥し、ワックスをろ紙と共にソッ
50 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

51 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
52 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
53 を蒸発乾固し、残留物を105°Cで3時間乾燥するとき、その
54 量は20 mg以下である。
55 乾燥減量 6.0%以下。本品の中末約1 gを精密に量り、初め
56 40°Cで4時間、次にデシケーター(乾燥用塩化カルシウム)で
57 15時間乾燥する。
58 灰分 *(5.01)* 1.0%以下(1 g)。
59 貯法
60 保存条件 冷所に保存する。
61 容器 密閉容器。

1 L-セリン

2 L-Serine

4 C₃H₇NO₃ : 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 (C₃H₇NO₃) 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) [α]_D²⁰ : +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 μL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°C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°C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p
45 ットより濃くない.

46 乾燥減量(2.41) 0.3%以下(1 g, 105°C, 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 C₃H₇NO₃

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)

APTSSTSKTKT	QLQLEHLLLD	LQMILNGINN	YKNPKLTRLR	TFKFYMPKKA
TELKHLQCLE	EELKPLEEVL	NLAQSKNFHL	RPRDLISNIN	VIVLELKGSE
3 TTFMCEYADE	TATIVEFLNR	WITFCQSIIS	TLT	

4 C₆₉₃H₁₁₁₈N₁₇₈O₂₀₃S₇ : 15415.82

5 [94218-72-1]

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 8.0×10^6 単位以上を含
11 む。

12 性状 本品は無色透明の液である。

13 確認試験

(1) 本品100 μ Lにタンパク質消化酵素試液100 μ Lを加えて振り混ぜ, 37°Cで18 ~ 24時間放置した後, 2-メルカプトエタノール2 μ Lを加える. さらに, 37°Cで30分間放置した後, トリフルオロ酢酸溶液(1→10) 5 μ Lを加え, 試料溶液とする. 別に液体クロマトグラフィー用セルモロイキンを試料溶液と同様に操作し, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液50 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, 両者のクロマトグラムを比較するとき, 同一の保持時間のところに同様のピークを認める.

23 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 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°C付近の一定温度
移動相A：トリフルオロ酢酸溶液(1→1000)
移動相B：トリフルオロ酢酸のアセトニトリル／水混液(17:3)溶液(1→1000)
移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のように変えて濃度勾配制御する。

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0 ～ 5	100	0
5 ～ 45	100 → 60	0 → 40
45 ～ 75	60 → 0	40 → 100
75 ～ 85	0	100

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°C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 μ L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 μ Lを、ウェル(B)
47 にはセルモロイキン用培養液25 μ L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 μ L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 む空気中37°C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 μ Lずつを加え、
53 37°C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°C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 フェニルアラニンは6、アラニンは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

(i) 加水分解 定量法(1)で得た結果に従い、総タンパク質として約50 µgに対応する量をそれぞれ2本の加水分解管にとり、減圧で蒸発乾固する。一方に薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100 : 10 : 1) 100 µLを加えて振り混ぜる。この加水分解管をバイアルに入れ、バイアル内を薄めた塩酸(59→125)／メルカプト酢酸／フェノール混液(100 : 10 : 1) 200 µLを加えて湿らせる。バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧し、約115°Cで24時間加熱する。減圧乾燥した後、0.02 mol/L塩酸試液0.5 mLに溶かし、試料溶液(1)とする。もう一方の加水分解管に氷冷した過ギ酸100 µLを加え、1.5時間氷冷下で酸化した後、臭化水素酸50 µLを加え、減圧乾固する。水200 µLを加えて減圧乾固する操作を2回繰り返した後、この加水分解管をバイアルに入れ、バイアル内を薄めた塩酸(59→125) 200 µLを加えて湿らせる。バイアル内部を不活性ガスで置換又は減圧し、約115°Cで24時間加熱する。減圧乾燥した後、0.02 mol/L塩酸試液0.5 mLに溶かし、試料溶液(2)とする。別にL-アスパラギン酸60 mg, L-グルタミン酸100 mg, L-アラニン17 mg, L-メチオニン23 mg, L-チロシン21 mg, L-ヒスチジン塩酸塩一水和物24 mg, L-トレオニン58 mg, L-プロリン22 mg, L-シスチン14 mg, L-イソロイシン45 mg, L-フェニルアラニン37 mg, L-アルギニン塩酸塩32 mg, L-セリン32

95 mg, グリシン6 mg, L-バリン18 mg, L-ロイシン109 mg, L-リシン塩酸塩76 mg及びL-トリプトファン8 mgを正確に量り, 0.1 mol/L塩酸試液に溶かし, 正確に500 mLとし, 標準溶液とする. この液40 μ Lをそれぞれ2本の加水分解管にとり, 減圧で蒸発乾固した後, 試料溶液(1)及び試料溶液(2)と同様に操作し標準溶液(1)及び標準溶液(2)とする.

100 (ii) アミノ酸分析 試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及び標準溶液(2) 250 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, 試料溶液(1), 試料溶液(2), 標準溶液(1)及び標準溶液(2)から得た各アミノ酸のピーク面積から, それぞれの試料溶液1 mL中に含まれる構成アミノ酸のモル数を求め, 更にセルモロイキン1 mol中に含まれるロイシンを22としたときの構成アミノ酸の個数を求める.

109 **試験条件**

110 検出器: 可視吸光光度計[測定波長: 440 nm(プロリン)及び570 nm(プロリン以外のアミノ酸)]

111 カラム: 内径4 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5 μ mのジビニルベンゼンで架橋したポリスチレンにスルホン酸基を結合した液体クロマトグラフィー用強酸性イオン交換樹脂(Na型)を充填する.

112 カラム温度: 試料注入後, 48°C付近の一定温度で28分間保持した後, 62°C付近の一定温度で121分まで保持する.

113 反応槽温度: 135°C付近の一定温度

114 発色時間: 約1分

115 移動相: 移動相A, 移動相B, 移動相C及び移動相Dを次の表に従って調製する.

	移動相A	移動相B	移動相C	移動相D
クエン酸一水和物	17.70 g	10.50 g	6.10 g	—
クエン酸三ナトリウム二水和物	7.74 g	15.70 g	26.67 g	—
塩化ナトリウム	7.07 g	2.92 g	54.35 g	—
水酸化ナトリウム	—	—	2.30 g	8.00 g
エタノール(99.5)	40 mL	—	—	—
ベンジルアルコール	—	10 mL	5 mL	—
チオジグリコール	5 mL	5 mL	5 mL	—
ラウロマクロゴール溶液(1→4)	4 mL	4 mL	4 mL	4 mL
カプリル酸	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL	0.1 mL
水	適量	適量	適量	適量
全量	1000 mL	1000 mL	1000 mL	1000 mL

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

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)	移動相C (vol%)	移動相D (vol%)
0 ~ 35	100	0	0	0
35 ~ 60	0	100	0	0
60 ~ 111	0	0	100	0
111 ~ 121	0	0	0	100

125 反応試薬: 酢酸リチウム二水和物407 g, 酢酸(100) 245 mL及び1-メトキシ-2-プロパノール801 mLを混和した後, 水を加えて2000 mLとし, 窒素を10分間通じながらかき混ぜ, A液とする. 別に1-メトキシ-2-プロパノール1957 mLに, ニンヒドリン77 g及び水素化ホウ素ナトリウム0.134 gを加え, 窒素を30

131 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.

132 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).

133 反応試薬流量: 每分約0.25 mL

134 **システム適合性**

135 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 μ Lにつき, 上記の条件で操作するとき, レオニンとセリンの分離度は1.2以上である.

136 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 μ L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.

137 **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%としたボ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-ボリアクリルアミドゲルに, 試料溶液20 μ L及びセルモロイキン分子量測定用マーカータンパク質20 μ L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.

138 **pH** (2.54) 4.5 ~ 5.5

139 **純度試験**

140 (1) 類縁物質 本品及びpH 5.0の0.01 mol/L酢酸塩緩衝液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. 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.

141 **試験条件**

142 検出器: 紫外吸光光度計(測定波長: 215 nm)

143 カラム: 内径4 mm, 長さ30 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.

144 カラム温度: 25°C付近の一定温度

145 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)

146 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)

147 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

148 **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.

149 **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

150 **システム適合性**

151 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。この液10 μ Lから得たセルモロイキンのピーク面積が本品10 μ Lから得たセルモロイキンのピーク面積の0.9 \sim 1.1%になることを確認する。

185 システムの性能：本品100 μ Lに2-メルカプトエタノール2 μ Lを加え、37°Cで2時間放置した液につき、上記の条件で操作するとき、セルモロイキン及びその還元体の順に溶出し、その分離度は3以上である。

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衝液でタンパク質含量として1 mL当たり約2 \sim 32 μ gの範囲になるように4段階以上に薄め、各標準溶液とする。試料溶液及び各標準溶液20 μ Lずつを試料添加溝に注入し、垂直不連続緩衝液系SDS-ポリアクリラミドゲル電気泳動を行った後、クーマシー染色試液中に浸してバンドを染色するとき、各々のバンドは青色を呈する。次に、デンシトメーターを用いて各標準溶液から得たバンドのピーク面積を求め、先の検量線からタンパク質含量を算出し、セルモロイキン単量体以外のセルモロイキンに由来する重合体タンパク質量を求めるとき、総タンパク質に対して2%以下である。

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、水を加えて正確に10 mLとし試料溶液とする。別に、塩化アンモニウム約0.1 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に100 mLとし、標準原液とする。標準原液3 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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、アンモニウムイオンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定するとき、本品1 mL当たり酢酸アンモニウムを0.28 \sim 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)
 $= A_T / A_S \times M_S \times 0.003 \times 1.441$

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 μ mの液体クロマトグラフィー用弱酸性イオン交換樹脂を充填する。

224 カラム温度：40°C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及びカリウム標準原液0.2 mLを正確に量り水を加えて正確に100 mLとする。この液5 mL及び標準原液3 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとする。この液25 μ L

233 につき、上記の条件で操作するとき、ナトリウム、アンモニウム、カリウムの順に溶出し、ナトリウムとアンモニウムの分離度は3以上である。

236 システムの再現性：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、アンモニウムのピーク面積の相対標準偏差は10%以下である。

239 定量法

240 (1) タンパク質含量 本品1 mLを正確に量り、水を加えて正確に10 mLとし、試料溶液とする。別に定量用ウシ血清アルブミン約50 mgを精密に量り、1 mL中に正確にアルブミン50 μ g、100 μ g、150 μ gを含む液となるように水を加えて標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)とする。試料溶液及び標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3) 1 mLずつを正確に量り、それぞれにタンパク質含量試験用アルカリ性銅試液2.5 mLを正確に加えて振り混ぜ、15分間放置する。次に水2.5 mL及び希フォリン試液0.5 mLを正確に加え、37°Cで30分間放置する。これらの液につき、水1 mLを用いて同様に操作した液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長750 nmにおける吸光度を測定する。標準溶液(1)、標準溶液(2)及び標準溶液(3)の吸光度から作成した検量線を用いて、タンパク質量を求める。

254 (2) 比活性 本品0.1 mLを正確に量り、セルモロイキン用培養液0.9 mLを正確に加え、試料溶液とする。別にインターロイキン-2標準品1個をとり、水1 mLを正確に加えて溶解し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液をセルモロイキン用培養液で正確に2倍段階希釈し、各希釈液中に1 mL当たり $3 \times 10^5 \sim 5 \times 10^5$ 個のインターロイキン-2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3を試料溶液及び標準溶液に對し等容量加える。インターロイキン-2依存性マウスナチュラルキラー細胞NKC3とセルモロイキン用培養液を等量混合したものを対照液とする。これらの液を37°Cで16 \sim 24時間培養する。その後、3-(4,5-ジメチルチアゾール-2-イル)-2,5-ジフェニル-2H-テトラゾリウム臭化物試液をセルモロイキン用培養液量に対し1/5容量加えて37°Cで4 \sim 6時間培養し、更に、ラウリル硫酸ナトリウム試液をセルモロイキン用培養液量に對し等容量加えて24 \sim 48時間放置し、生成する青色色素を溶出させた後、これらの液につき、紫外可視吸光度測定法 <2.24> により試験を行い、波長590 nmにおける吸光度を測定する。セルモロイキンとして1 mL当たり1000 \sim 2000単位を加えた場合の吸光度を100%とし、対照液の吸光度を0%として、50%の吸光度を示すインターロイキン-2標準品の希釈倍数(A)と本品の希釈倍数(B)とを求める、B/A値にインターロイキン-2標準品の単位数を乗じ、本品1 mL中の生物学的活性を求める。タンパク質含量試験で求めたタンパク質含量に対する生物学的活性の比を算出する。

279 貯法

280 保存条件 -20°C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、三葉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、三葉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
7 「[◆]」で、調和の対象とされた項以外に日本葉局方が独自に規定
8 することとした項は「[◇]」で囲むことにより示す。

9 三葉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 本品は纖維性植物からパルプとして得た α -セルロース
12 を酸で部分的に解重合し、精製したものである。

13 本品には[◇]平均重合度、乾燥減量値及び[◇]かさ密度を範囲
14 で表示する。

15 **性状** 本品は白色の結晶性の粉末で、流動性がある。

16 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。

17 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
18 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及び
31 950～1000 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°C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 ニジアミン試液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。

$$44 \eta_{rel} = \nu / \nu_0$$

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。

$$49 P = 95 [\eta] C / M_f$$

50 M_f ：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に焦がさないように蒸発乾固した
57 後、105°C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、過酸化物を含まないジエチ
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°C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°Cで試験を行い、試料溶液の導電率を求める。同様に操作
69 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°C, 3時間)。

73 **強熱残分** (2.44) 0.1%以下(2 g).

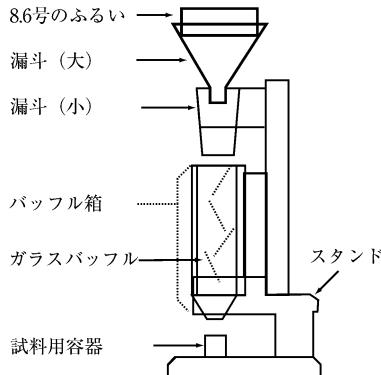
74 **かさ密度**

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 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フル板が付いたバッ
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 バッフ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、バッフル箱の底に取り付けられたシートにより試料
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つたら、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る。

$$92 \text{かさ密度}(\text{g}/\text{cm}^3) = A / 25$$

94 A ：測定された試料の質量(g)



95

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基準は 10^3 CFU、総真菌数の許容基準は 10^2 CFUである。また、大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を認めない。

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}	$[\eta] C$									
	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}	[η] 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、三葉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、三葉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
 7 「[◆]」で、調和の対象とされた項以外に日本葉局方が独自に規定
 8 することとした項は「[◇]」で囲むことにより示す。

9 三葉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 本品は纖維性植物からパルプとして得た α -セルロース
 12 を、[◇]必要に応じて、部分的加水分解などの[◇]処理を行った
 13 後、精製し、機械的に粉碎したものである。

14 ◆本品には平均重合度を範囲で表示する。◆

15 ◆性状 本品は白色の粉末である。

16 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
 17 溶けない。◆

18 確認試験

19 (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
 20 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
 21 mL中に本品約10 mgを時計皿上で分散するとき、分散物は
 22 青紫色を呈する。

23 ◇(2) 本品30 gに水270 mLを加え、かき混ぜ機を用いて高
 24 速度(毎分18000回転以上)で5分間かき混ぜた後、その100
 25 mLを100 mLのメスシリンドーに入れ、1時間放置するとき、
 26 液は分離し、上澄液と沈殿を生じる。◆

27 (3) 本品約0.25 gを精密に量り、125 mLの三角フラスコ
 28 に入れ、水25 mL及び1 mol/L銅エチレンジアミン試液25
 29 mLをそれぞれ正確に加える。以下「結晶セルロース」の確
 30 認試験(3)を準用して試験を行うとき、平均重合度 P は440より
 31 大きく、[◆]かつ表示範囲内である。◆

32 pH ^(2.54) 本品10 gに水90 mLを加え、時々振り混ぜながら、1時間放置するとき、上澄液のpHは5.0～7.5である。

33 純度試験

34 (1) 水可溶物 本品6.0 gに新たに煮沸して冷却した水90
 35 mLを加え、10分間時々振り混ぜた後、ろ紙を用いて吸引ろ
 36 過し、初めのろ液10 mLを除き、次のろ液を必要ならば再び
 37 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
 38 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、
 39 残留物を105°Cで1時間乾燥し、デシケーター中で放冷した
 40 後、質量を量るととき、その量は15.0 mg以下である(1.5%).
 41 同様の方法で空試験を行い、補正する。

42 (2) ジエチルエーテル可溶物 本品10.0 gを内径約20 mm
 43 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
 44 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
 45 乾燥した質量既知の蒸発皿中で蒸発乾固する。残留物を
 46 105°Cで30分間乾燥し、デシケーター中で放冷した後、質量
 47 を量るととき、残留物は15.0 mg以下である(0.15%). 同様の

48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 方法で空試験を行い、補正する。

乾燥減量 ^(2.41) 6.5%以下(1 g, 105°C, 3時間).

強熱残分 ^(2.44) 0.3%以下(1 g, 乾燥物換算).

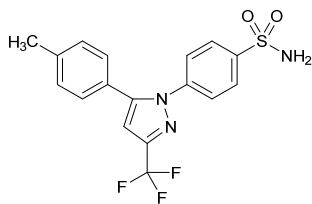
◆微生物限度 ^(4.05) 本品1 g当たり、総好気性微生物数の許容基準は 10^3 CFU、総真菌数の許容基準は 10^2 CFUである。

また、大腸菌、サルモネラ、緑膿菌及び黄色ブドウ球菌を認めない。◆

◆貯法 容器 気密容器.◆

1 セレコキシブ

2 Celecoxib

3 $C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$: 381.37

4 4-[5-(4-Methylphenyl)-3-(trifluoromethyl)-1H-

5 pyrazol-1-yl]benzenesulfonamide

6 [I69590-42-5]

7 本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$) 98.0 ~ 102.0%を含む。

8 性状 本品は白色の粉末又は結晶性の粉末である。

9 本品はメタノールに溶けやすく、エタノール(99.5)にやや溶けやすく、水にほとんど溶けない。

10 融点 : 161 ~ 164°C

11 本品は結晶多形が認められる。

12 確認試験

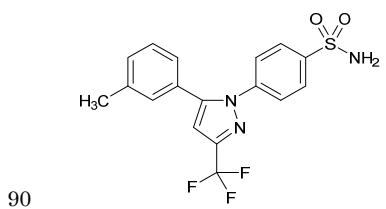
13 (1) 本品のメタノール溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトル又はセレコキシブ標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

14 (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レコキシブ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。

15 純度試験 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。別にセレコキシブ標準品約50 mgを精密に量り、メタノール/水混液(3:1)に溶かし、正確に100 mLとする。この液1 mLを正確に量り、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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。試料溶液の各々のピーク面積 A_T 及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れ0.10%以下である。また、類縁物質の合計量は0.5%以下である。16 類縁物質の量(%) = $M_S / M_T \times A_T / A_S$ 17 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)18 M_T : 本品の秤取量(mg)

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の試験条件を準用する。
51 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後からセレコキシブの保持時間の約1.5倍までの範囲
52 システム適合性
53 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。
54 検出の確認 : 標準溶液5 mLを正確に量り、メタノール/水混液(3:1)を加えて正確に100 mLとする。この液25 μ Lから得たセレコキシブのピーク面積が、標準溶液のセレコキシブのピーク面積の3.5 ~ 6.5%になることを確認する。
55 水分 <2.48> 0.5%以下(0.3 g, 容量滴定法, 直接滴定)。
56 強熱残分 <2.44> 0.2%以下(1.0 g, 白金るつぼ)。
57 定量法 本品及びセレコキシブ標準品約50 mgずつを精密に量り、それぞれをメタノール/水混液(3:1)に溶かし、正確に100 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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、それぞれの液のセレコキシブのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。
58 セレコキシブ($C_{17}H_{14}F_3N_3O_2S$)の量(mg) = $M_S \times A_T / A_S$
59 M_S : セレコキシブ標準品の秤取量(mg)
60 試験条件
61 検出器 : 紫外吸光度計(測定波長 : 215 nm)
62 カラム : 内径4.6 mm, 長さ25 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フェニル化シリカゲルを充填する。
63 カラム温度 : 60°C付近の一定温度
64 移動相 : 0.02 mol/Lのリン酸二水素カリウム試液にリン酸を加えてpH 3.0に調整する。この液600 mLに液体クロマトグラフィー用メタノール300 mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル100 mLを加える。
65 流量 : セレコキシブの保持時間が約22分になるように調整する。
66 システム適合性
67 システムの性能 : 標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、セレコキシブのピークの理論段数及びシムメトリー係数は、それぞれ6000段以上、2.0以下である。
68 システムの再現性 : 標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セレコキシブのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。
69 貯法 容器 密閉容器。
70 その他
71 類縁物質A : 4-[5-(3-Methylphenyl)-3-(trifluoromethyl)-

89 1*H*-pyrazol-1-yl]benzenesulfonamide



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(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S : 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に対応する量をとり、メタノール70 mLを加え、振り混ぜた後、メタノールを加えて100 mLとし、遠心分離する。上澄液1 mLに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 mLを加え、錠剤が崩壊するまでよく振り混ぜた後、1 mL中にセレコキシブ(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)約0.4 mgを含む液となるようアセトニトリル／水混液(3:1)を加えて正確にV mLとする。この液を遠心分離し、上澄液5 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／水混液(3:1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

23 セレコキシブ(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)の量(mg)

$$= M_s \times Q_t / Q_s \times V / 50$$

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液を加えて1000 mLとした液900 mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の100 mg錠の45分間の溶出率は80%以上であり、200 mg錠の45分間の溶出率は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中にセレコキシブ(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)約11 μ gを含む液となるよう試験液を加えて正確にV' mLとし、試料溶液とする。別にセレコキシブ標準品約14 mgを精密に量り、アセトニトリル2 mLを加えて溶かし、試験液を加えて正確に250 mLとする。この液10 mLを正確に量り、試験液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、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260 nmにおける吸光度A_t及びA_sを測定する。

46 セレコキシブ(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)の表示量に対する溶出率(%)

$$= M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 72$$

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(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)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(C₁₇H₁₄F₃N₃O₂S)約0.1 gに対応する量を精密に量り、アセトニトリル／水混液(3:1)140 mLを加えてよく振り混ぜた後、アセトニトリル／水混液(3:1)を加えて正確に200 mLとし、遠心分離する。上澄液5 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／水混液(3:1)を加えて50 mLとし、試料溶液とする。別にセレコキシブ標準品約25 mgを精密に量り、アセトニトリル／水混液(3:1)に溶かし、正確に50 mLとする。この液5 mLを正確に量り、内標準溶液5 mLを正確に加え、アセトニトリル／水混液(3:1)を加えて50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液25 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、それぞれの液の内標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Q_t及びQ_sを求める。

$$65 \text{ セレコキシブ(C}_{17}\text{H}_{14}\text{F}_{3}\text{N}_{3}\text{O}_{2}\text{S})\text{の量(mg)} = M_s \times Q_t / Q_s \times 4$$

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ル／水混液(3:1)溶液(1→2000)

69 試験条件

70 検出器：紫外吸光度計(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 μ mの液体クロマトグラフィー用フェニル化シリカゲルを充填する。

74 カラム温度：60°C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酸を加えてpH 3.0に調整する。この液600 mLに液体クロマトグラフィー用メタノール300 mL及び液体クロマトグラフィー用アセトニトリル100 mLを加える。流量：セレコキシブの保持時間が約22分になるように調整する。

81 システム適合性

82 システムの性能：標準溶液25 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、内標準物質、セレコキシブの順に溶出し、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 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レコキシブのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である。

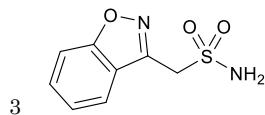
89 貯法 容器 気密容器。

90

91

1 ゾニサミド

2 Zonisamide



4 C8H8N2O3S : 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 (C₈H₈N₂O₃S) 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 テ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
24 ろに同様の強度の吸収を認める。

25 融点(2.60) 164～168°C

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 μL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 μL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 μL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 μL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°C, 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 μL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(C₈H₈N₂O₃S)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 μm
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
80 リカゲルを充填する。
81 カラム温度：40°C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 μL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 μL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を加えた液につき、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237～241 nm, 243～247 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、超音波処理により完全に崩壊させた後、メタノール $7V/10$ mLを加えて15分間振り混ぜ、更に1 mL中にゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約0.5 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とする。この液を遠心分離し、上澄液3 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。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、毎分50回転で試験を行うとき、25 mg錠の45分間の溶出率は75%以上であり、100 mg錠の10分間及び45分間の溶出率はそれぞれ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錠では規定された時間に溶出液20 mL以上をとる。100 mg錠では規定された時間にそれぞれ溶出液20 mLを正確にとり、直ちに37±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中にゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約22 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。別にゾニサミド標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約22 mgを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液5 mLを正確に量り、水を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長285 nmにおける吸光度 $A_{T(n)}$ 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、粉末とする。ゾニサミド($C_8H_8N_2O_3S$)約75 mgに対応する量を精密に量り、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に100 mLとする。この液を遠心分離し、上澄液2 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にゾニサミド標準品を105°Cで3時間乾燥し、その約38 mgを精密に量り、水1 mL及びメタノールに溶かし、正確に50 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に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284 nmにおける吸光度 A_t 及び A_s を測定する。

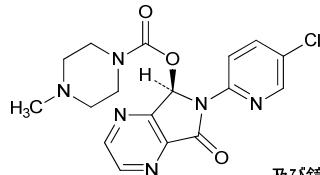
$$56 \text{ ゾニサミド} (C_8H_8N_2O_3S) \text{ の量(mg)} = M_s \times A_t / A_s \times 2$$

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 $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$: 388.81

5 (5RS)-6-(5-Chloropyridin-2-yl)-7-oxo-6,7-dihydro-5H-

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°C

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、紫外
20 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 一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°C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 μL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。それら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 μm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°C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
55 ン酸(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 μL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 μL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
69 ネメトリー係数は、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 μL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°C、24時間)。

75 強熱残分(2.44) 0.1%以下(1 g)。

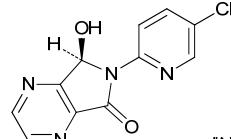
76 定量法 本品約0.3 gを精密に量り、無水酢酸／酢酸(100)混液
77 (4:1) 50 mLに溶かし、0.1 mol/L過塩素酸で滴定(2.50)す
78 る(電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。79 0.1 mol/L過塩素酸1 mL = 38.88 mg $C_{17}H_{17}ClN_6O_3$

80 貯法

81 保存条件 遮光して保存する。

82 容器 密閉容器。

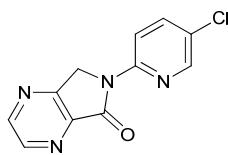
83 その他

84 類縁物質A：(7RS)-6-(5-Chloropyridin-2-yl)-7-hydroxy-
85 6,7-dihydro-5H-pyrrolo[3,4-b]pyrazin-5-one

86 及び鏡像異性体

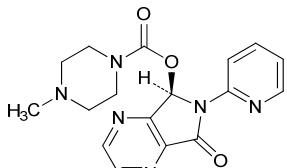
87 類縁物質B：6-(5-Chloropyridin-2-yl)-6,7-dihydro-5H-

88 pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-one



89

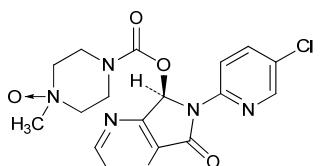
90 類縁物質C : (5RS)-7-Oxo-6-(pyridin-2-yl)-6,7-dihydro-5*H*-
91 pyrrolo[3,4-*b*]pyrazin-5-yl 4-methylpiperazine-1-carboxylate



92

及び鏡像異性体

93 類縁物質D : (5RS)-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

3 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。

5 製法 本品は「ゾピクロン」をとり、錠剤の製法により製する。

7 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。

14 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。

16 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。

23 ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の量(mg)

$$24 = M_s \times Q_t / Q_s \times V' / V \times 1 / 10$$

25 M_s : 定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

26 内標準溶液 サリチル酸の移動相溶液(1→800)

27 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。

31 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。

43 ゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量に対する溶出率(%)

$$44 = M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 36$$

45 M_s : 乾燥物に換算した定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

46 C : 1錠中のゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の表示量(mg)

47 定量法 本品20個をとり、移動相を加え、時々振り混ぜなが

48 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。

62 本品1個中のゾピクロン($C_{17}H_{17}ClN_6O_3$)の量(mg)

$$63 = M_s \times Q_t / Q_s \times V' / V \times 1 / 20$$

64 M_s : 乾燥物に換算した定量用ゾピクロンの秤取量(mg)

65 内標準溶液 サリチル酸の移動相溶液(1→800)

66 試験条件

67 検出器：紫外吸光度計(測定波長：304 nm)

68 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。

69 カラム温度：30°C付近の一定温度

70 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。

71 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。

72 システム適合性

73 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。

74 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。

75 貯法

76 保存条件 遮光して保存する。

77 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
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°C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 $\langle 1.13 \rangle$ d_{25}^{25} : 0.960～1.020

23 けん化価 $\langle 1.13 \rangle$ 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。

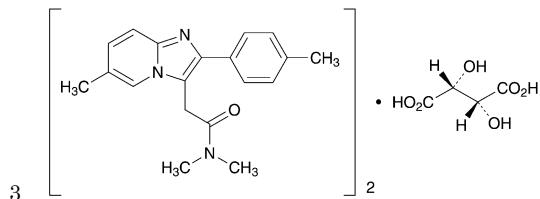
28 水分 $\langle 2.48 \rangle$ 3.0%以下(1 g, 容量滴定法, 直接滴定, 30分間
29 かき混ぜる)。

30 強熱残分 $\langle 2.44 \rangle$ 1.0%以下(1 g)。

31 貯法 容器 気密容器。

1 ゾルピデム酒石酸塩

2 Zolpidem Tartrate

4 $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$: 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、ゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 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)に溶けやすく、 N,N -ジメチルホルムア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、エタノール(99.5)又は無水酢酸に溶けにくい。

12 本品は0.1 mol/L塩酸試液に溶ける。

13 本品は光によって徐々に黄色となる。

14 旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: 約+1.8° (1 g, N,N -ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm).

15 確認試験

16 (1) 本品50 mgを酢酸(100) 5 mLに溶かし、ドライゲンドルフ試液3滴を加えるとき、橙色の沈殿を生じる。

17 (2) 本品の0.1 mol/L塩酸試液溶液(1→100000)につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

18 (3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭化カリウム錠剤法により試験を行い、本品のスペクトルと本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

19 (4) 本品1 gをメタノール10 mLに加温して溶かした液は酒石酸塩の定性反応(3) (1.09)を呈する。

20 純度試験 類縁物質 本品10 mgをメタノール20 mLに溶かし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に20 mLとし、標準溶液とする。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、試料溶液のゾルピデム以外のピークの面積は、標準溶液のゾルピデムのピーク面積より大きくない。

21 試験条件

22 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

23 カラム：内径4.6 mm, 長さ7.5 cmのステンレス管に5

45 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。

46 カラム温度：25°C付近の一定温度

47 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に調整した液11容量にメタノール5容量及びアセトニトリル4容量を加える。

48 流量：ゾルピデムの保持時間が約5分になるように調整する。

49 面積測定範囲：ゾルピデムの保持時間の約5倍までの範囲

50 システム適合性

51 システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル10 mgずつをメタノール100 mLに溶かす。この液5 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、ゾルピデム、パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し、その分離度は9以上である。52 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、ゾルピデムのピーク面積の相対標準偏差は5.0%以下である。

53 水分 (2.48) 3.0%以下(0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

54 強熱残分 (2.44) 0.1%以下(1 g)。

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

56 0.1 mol/L過塩素酸1 mL=38.24 mg ($C_{19}H_{21}N_3O_2 \cdot C_4H_6O_6$)

57 貯法

58 保存条件 遮光して保存する。

59 容器 気密容器。

1 ゾルピデム酒石酸塩錠

2 Zolpidem Tartrate Tablets

3 本品は定量するとき、表示量の95.0～105.0%に対応するゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6 : 764.87]$ を含む。

6 製法 本品は「ゾルピデム酒石酸塩」をとり、錠剤の製法により製する。

8 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、「ゾルピデム酒石酸塩」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。

15 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。

17 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中にゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 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。別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」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。

29 ゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)

$$30 = M_s \times Q_t / Q_s \times V / 250$$

31 M_s ：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

33 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)

35 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。

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。別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」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

50 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。

53 ゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の表示量に対する溶出率(%)

$$55 = M_s \times A_t / A_s \times V' / V \times 1 / C \times 45 / 4$$

56 M_s ：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

58 C ：1錠中のゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の表示量(mg)

60 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中にゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 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。別に定量用ゾルピデム酒石酸塩(別途「ゾルピデム酒石酸塩」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ゾルピデムのピーク面積の比 Q_t 及び Q_s を求める。

75 本品1個中のゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ の量(mg)

$$77 = M_s \times Q_t / Q_s \times V / 500$$

78 M_s ：脱水物に換算した定量用ゾルピデム酒石酸塩の秤取量(mg)

80 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)

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4.6 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。

87 カラム温度：25°C付近の一定温度

88 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。

92 流量：ゾルピデムの保持時間が約5分になるように調整する。

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、上記の条件で操作するとき、ゾルピデム、内標準物質の順に溶出し、その分離度は9以上である。

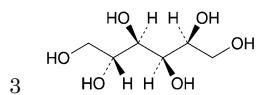
98 システムの再現性：標準溶液5 μ Lにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するゾルピデムのピーク面積の比の相対標準偏差

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 C₆H₁₄O₆ : 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 (C₆H₁₄O₆) 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ール
19 溶液(1→10) 1 mLを加え, よく振り混ぜた後, 速やかに硫酸
20 2 mLを加えて振り混ぜるとき, 液は直ちに帶赤紫色～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°C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, 液は無色透明で, 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 溫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°C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°C,
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 C₆H₁₄O₆

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 本品は無色透明の液で、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
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ー¹⁵
16 ル溶液(1→10) 1 mLを加え、よく振り混ぜた後、速やかに硫
17 酸2 mLを加えて振り混ぜると、液は直ちに帶赤紫色～赤
18 紫色を呈する。

19 純度試験

(1) 液性 本品は中性である。

(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)。

(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)。

(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°C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。

(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。