

に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：25 $^{\circ}\text{C}$ 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 : 10 : 4) に酢酸 (31) を加えて pH 6.0 に調整する。

流量：セトラキサートの保持時間が約 10 分になるように調整する。

カラムの選定：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、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得たセトラキサートのピーク高さが 20 mm 以上になるように調整する。

(4) 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸 本品 0.10 g をとり、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、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 0.025 g をとり、メタノールに溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 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法により試験を行い、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 \rightarrow 4000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：230 nm)

カラム：内径約 6 mm、長さ約 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40 $^{\circ}\text{C}$ 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。

カラムの選定：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、その分離度が 5 以上のものを用いる。

検出感度：標準溶液 10 μL から得た 3-(*p*-ヒドロキシフェニル)プロピオン酸のピーク高さが 30 mm 以上になるように調整する。

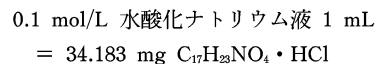
(5) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次にクロロホルム/メタノール/酢酸 (100) 混液 (20 : 4 : 3) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン試液を均等に噴霧した後、90 $^{\circ}\text{C}$ で 10 分間

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。

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

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、水 100 mL に溶かし、希水酸化ナトリウム試液で pH 7.0 ~ 7.5 に調整する。この液にホルムアルデヒド液 10 mL を加え、約 5 分間かき混ぜた後、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で約 20 分をかけて滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

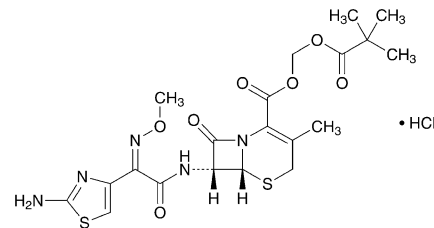


貯法 容器 気密容器。

塩酸セフェタメト ピボキシル

Cefetamet Pivoxil Hydrochloride

セフェタメトピボキシル塩酸塩



$\text{C}_{20}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_7\text{S}_2 \cdot \text{HCl}$: 548.03

2, 2-Dimethylpropanoyloxymethyl

(6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)-2-methoxyiminoacetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride [111696-23-2]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 653 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、セフェタメト ($\text{C}_{14}\text{H}_{16}\text{N}_5\text{O}_5\text{S}_2$: 397.43) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～帯淡黄白色の結晶性の粉末である。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに極めて溶けやすく、エタノール (95) に溶けやすく、水又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を薄めたメタノール (1 \rightarrow 2) 2 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシアモニウム・エタノール試液 3 mL を加え、5 分間放置した後、酸性硫酸アンモニウム鉄 (III) 試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品及び塩酸セフェタメト ピボキシル標準品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 \rightarrow 50000) につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定し、本品のスペクトルと塩酸セフェタメト ピボキシル標準品のスペクトルを比較するとき、同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品及び塩酸セフェタメト ピボキシル標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法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塩酸セフェタメト ピボキシル標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(4) 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 (¹H) により測定するとき、 δ 1.2 ppm 付近、 δ 2.0 ppm 付近、 δ 3.9 ppm 付近及び δ 6.9 ppm 付近にそれぞれ単一線のシグナル A, 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 9 : 3 : 3 : 1 である。

(5) 本品 0.05 g をメタノール 2 mL に溶かし、希硝酸 3 mL 及び硝酸銀試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、白色の沈殿を生じる。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (263 nm) : 327 ~ 347 (脱水物に換算したものの 0.02 g, 0.1 mol/L 塩酸試液, 1000 mL)。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +76 ~ +84° (脱水物に換算したものの 0.25 g, エタノール (95), 25 mL, 100 mm)。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第4法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) ヒ素 別に規定する。

(3) 類縁物質 別に規定する。

水分 1.0 % 以下 (1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 別に規定する。

定量法 本品及び塩酸セフェタメト ピボキシル標準品約 0.019 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水/アセトニトリル混液 (11 : 9) に溶かし、正確に 50 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準溶液 6 mL を正確に加え、臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液 (137 : 90 : 23) 溶液 (2 → 625) 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法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセフェタメト ピボキシルのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

セフェタメト (C₁₄H₁₆N₆O₅S₂) の量 [μ g (力価)]

$$= \text{塩酸セフェタメト ピボキシル標準品の量 [mg (力価)]} \\ \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 1000$$

内標準溶液 フタル酸ジエチル 1 g を臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウムの水/アセトニトリル/メタノール混液 (137 : 90 : 23) 溶液 (2 → 625) に溶かし、500 mL とする。

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 263 nm)

カラム : 内径 6.0 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用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 20 °C 付近の一定温度

移動相 : 無水リン酸水素二ナトリウム 5.796 g 及びリ

ン酸二水素カリウム 3.522 g をとり、水に溶かして正確に 1000 mL とし、A 液とする。クエン酸一水和物 20.256 g 及び水酸化ナトリウム 7.840 g をとり、水に溶かして正確に 1000 mL とし、B 液とする。臭化テトラ *n*-ヘプチルアンモニウム 3.20 g をとり、液体クロマトグラフ用アセトニトリル 360 mL に溶かし、メタノール 92 mL, 水 500 mL, A 液 44 mL 及び B 液 4 mL を加える。

流量 : セフェタメト ピボキシルの保持時間が約 10 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフェタメト ピボキシル、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性 : 標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するセフェタメト ピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

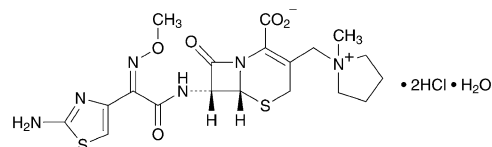
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸セフェピム

Cefepime Dihydrochloride

セフェピム塩酸塩水和物



C₁₉H₂₄N₆O₅S₂ · 2 HCl · H₂O : 571.50

(6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-methoxyiminoacetyl-amino]-3-(1-methylpyrrolidinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride monohydrate
[I23171-59-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 810 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、セフェピム (C₁₉H₂₄N₆O₅S₂ : 480.56) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～帯黄白色の結晶又は結晶性の粉末である。

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

確認試験

(1) 本品 0.02 g を水 2 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシアンモニウム溶液 (1 → 10) 1 mL 及び水酸化ナトリウム試液 2 mL を加え、5 分間放置した後、1 mol/L 塩酸試液 3 mL 及び塩化鉄 (III) 試液 3 滴を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品及び塩酸セフェピム標準品の水溶液 (1 →