

(2) 重金属 本品 1.0 g をとり、硫酸 1 mL を加え、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール (95) 溶液 (1 → 10) 10 mL を加え、エタノールに点火して燃焼させた後、徐々に加熱して灰化する。もし、この方法で、なお炭化物が残るときは、少量の硫酸で潤し、再び強熱して灰化する。冷後、残留物に塩酸 2 mL を加え、水浴上で加温して溶かした後、加熱して蒸発乾固する。残留物に水 10 mL を加え、水浴上で加温して溶かし、冷後、アンモニア試液を滴加して pH 3 ~ 4 に調整し、必要ならばろ過し、水 10 mL で洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて 50 mL とする。これを検液として試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL をとり、検液の調製法と同様に操作する (20 ppm 以下)。

(3) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 4 法により灰化する。冷後、残留物に希塩酸 10 mL を加え、水浴上で加熱して溶かし、検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

水分 7.0 % 以下 (0.25 g, 容量滴定法, 直接滴定。ただし、水分測定用メタノールの代わりに水分測定用ホルムアミド/水分測定用メタノール混液 (2 : 1) を用いる)。

定量法 本品及び塩酸セフォチアム標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを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法により試験を行い、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。

$$\begin{aligned} & \text{セフォチアム (C}_{18}\text{H}_{25}\text{N}_5\text{O}_4\text{S}_3) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{塩酸セフォチアム標準品の量 [mg (力価)]} \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.0 mm, 長さ 125 mm のステンレス管に 5 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：25 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：0.05 mol/L リン酸一水素ナトリウム試液 800 mL に 0.05 mol/L リン酸二水素カリウム試液を加えて pH を 7.7 に調整する。この液 440 mL にアセトニトリル 60 mL を加える。

流量：セフォチアムの保持時間が約 14 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：オルシン 0.04 g を標準溶液 10 mL に溶かす。この液 10 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。

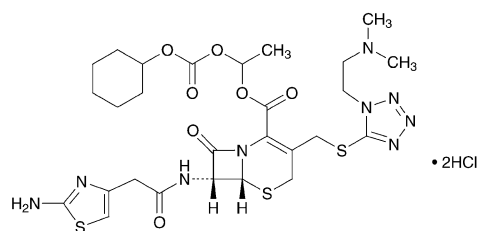
システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフォチアムのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法 容器 密封容器。

塩酸セフォチアムヘキセチル

Cefotiam Hexetil Hydrochloride

セフォチアムヘキセチル塩酸塩



$\text{C}_{27}\text{H}_{37}\text{N}_9\text{O}_7\text{S}_3 \cdot 2 \text{HCl} : 768.76$

(*R,S*)-1-Cyclohexyloxycarbonyloxyethyl (6*R*, 7*R*)-7-[2-(2-aminothiazol-4-yl)acetyl]amino-3-[1-(2-dimethylaminoethyl)-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl]-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate dihydrochloride [95789-30-3]

本品は日本抗生物質医薬品基準の塩酸セフォチアムヘキセチルの条に適合する。

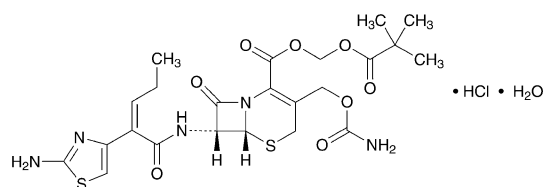
性状 本品は白色～淡黄色の粉末で、わずかに特異なにおいがあり、味は苦い。

本品は水、0.1 mol/L 塩酸、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、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

塩酸セフカペン ピボキシル

Cefcapene Pivoxil Hydrochloride

セフカペンピボキシル塩酸塩水和物



$\text{C}_{23}\text{H}_{29}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O} : 622.11$

2,2-Dimethylpropanoyloxymethyl (6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-aminothiazol-4-yl)pent-2-enyl]amino-3-carbamoyloxymethyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monohydrochloride monohydrate [I47816-24-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 722 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、セフカペン ($\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{N}_5\text{O}_6\text{S}_2 : 453.49$) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末又は塊で、わずかに特異なにおいがある。

本品は *N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールに溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくく、水に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品及び塩酸セフカペン ピボキシル標準品につき、赤外吸収スペクトル測定法のベスト法により試験を行い、本品のスペクトルと塩酸セフカペン 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。

(2) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化メタノール溶液 (1 → 50) につき、核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 (^1H) により測定するとき、 δ 6.3 ppm 付近に三重線のシグナル A を、 δ 6.7 ppm 付近に単一線のシグナル B を示し、各シグナルの面積強度比 A : B はほぼ 1 : 1 である。

(3) 本品 0.01 g を水/メタノール混液 (1 : 1) 2 mL に溶かし、硝酸銀試液 1 滴を加えるとき、白色の沈殿を生じる。

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (265 nm) : 255 ~ 285 (脱水物に換算したものの 0.03 g, pH 5.5 の酢酸塩緩衝液/メタノール混液 (1 : 1), 2000 mL).

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: +51 ~ +54° (脱水物に換算したものの 0.1 g, メタノール, 10 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 4 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 I 本品約 0.01 g (力価) に対応する量をメタノール 2 mL に溶かし、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 30 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。必要ならば、水/メタノール混液 (1 : 1) 30 μL につき、同様に操作し、ベースラインの変動を補正する。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 ピボキシル及び溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 1.5 % 以下である。

試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 265 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフ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 A : リン酸二水素カリウム 5.99 g を水に溶かし、1100 mL とする。この液に、臭化テトラ *n*-ペンチルアンモニウム 1.89 g をメタノールに溶かして 1000 mL とした液を加える。

移動相 B : メタノール/水混液 (22 : 3)

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

注入後からの時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0 ~ 20	98	2
20 ~ 40	98 → 50	2 → 50
40 ~ 50	50	50

流量 : 毎分 0.8 mL

面積測定範囲 : セフカペン ピボキシルの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

検出の確認 : 試料溶液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液とする。システム適合性試験用溶液 1 mL を正確に量り、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて正確に 10 mL とし、この液 30 μL から得たセフカペン ピボキシルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフカペン ピボキシルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能 : 本品 0.01 g 及びパラオキシ安息香酸プロピル 0.01 g をメタノール 25 mL に溶かし、水を加えて 50 mL とする。この液 5 mL をとり、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とする。この液 30 μL につき、上記の条件で操作するとき、セフカペン ピボキシル、パラオキシ安息香酸プロピルの順に溶出し、その分離度は 7 以上である。

システムの再現性 : システム適合性試験用溶液 30 μL につき、上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき、セフカペン ピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である。

(3) 類縁物質 II 本品約 2 mg (力価) に対応する量を液体クロマトグラフ用 *N,N*-ジメチルホルムアミドに溶かして 20 mL とし、試料溶液とする。試料溶液 20 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行う。試料溶液の各々のピーク面積を自動積分法により測定するとき、セフカペン ピボキシルの前に溶出するピークの合計面積は溶媒由来のピーク以外のピークの合計面積の 1.7 % 以下である。

試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 280 nm)

カラム : 内径 7.8 mm, 長さ 30 cm のステンレス管に液体クロマトグラフ用スチレン-ジビニルベンゼン共重合体を充てんする。

カラム温度 : 25 °C 付近の一定温度

移動相 : 臭化リチウムの液体クロマトグラフ用 *N,N*-ジメチルホルムアミド溶液 (13 → 5000)

流量 : セフカペン ピボキシルの保持時間が約 22 分になるように調整する。

面積測定範囲 : セフカペン ピボキシルの保持時間の約 1.8 倍の範囲

システム適合性

検出の確認 : 試料溶液 1 mL を正確に量り、液体クロマトグラフ用 *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 100 mL とし、システム適合性試験用溶液と

する。この液 3 mL を正確に量り、液体クロマトグラフ用 *N,N*-ジメチルホルムアミドを加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L から得たセフカペン ピボキシルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフカペン ピボキシルのピーク面積の 20 ~ 40 % になることを確認する。

システムの性能：試料溶液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフカペン ピボキシルのピークの理論段数は 12000 段以上である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフカペン ピボキシルのピーク面積の相対標準偏差は 4.0 % 以下である。

水分 2.8 ~ 3.7 % (0.5 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

定量法 本品及び塩酸セフカペン ピボキシル標準品約 0.04 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれをメタノールに溶かし、正確に 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、更に、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 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カペン ピボキシルのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を測定する。

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

$$= \text{塩酸セフカペン ピボキシル標準品の量 [mg (力価)]} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

内標準溶液 *p*-ベンジルフェノールの水/メタノール混液 (1 : 1) 溶液 (7 \rightarrow 4000)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：265 nm)

カラム：内径 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 $^{\circ}$ C 付近の一定温度

移動相：リン酸二水素ナトリウム二水和物 1.56 g 及び 1-デカンスルホン酸ナトリウム 1.22 g を水に溶かし、1000 mL とする。この液 700 mL にアセトニトリル 300 mL 及びメタノール 100 mL を加える。

流量：セフカペン ピボキシルの保持時間が約 16 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：本品 0.2 g をメタノール 10 mL に溶かし、60 $^{\circ}$ C の水浴中で 20 分間加温する。冷却後、この液 1 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、更に、水/メタノール混液 (1 : 1) を加えて 50 mL とする。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セフカペン ピボキシル、セフカペン ピボキシルトランス体、内標準物質の順に溶出し、セフカペン ピボキシルの保持時間に対するセフカペン ピボキシルトランス体及び内標準物質の保持時間の比は、それぞれ約 1.8 及び約 2.0 であり、また、セフカペン ピボキシルトランス体と内標準物質の分離度は 1.5 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 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カペン ピボキシルのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

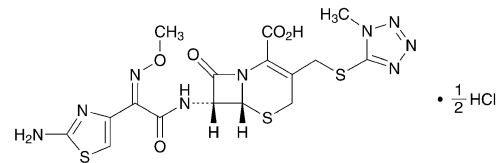
保存条件 遮光して、5 $^{\circ}$ C 以下で保存する。

容器 気密容器。

塩酸セフメノキシム

Cefmenoxime Hydrochloride

セフメノキシム塩酸塩



$C_{16}H_{17}N_9O_6S_3 \cdot \frac{1}{2} HCl$: 529.79

(6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-methoxyiminoacetyl-amino]-3-(1-methyl-1*H*-tetrazol-5-ylsulfanylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid hemihydrochloride [75738-58-8]

本品は日本抗生物質医薬品基準の塩酸セフメノキシムの条に適合する。

性状 本品は白色～淡だいたい黄色の結晶又は結晶性の粉末である。

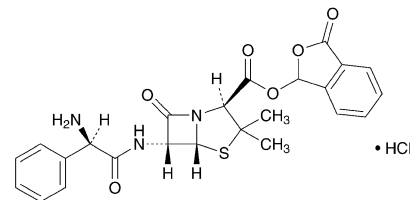
本品はホルムアミドに溶けやすく、メタノールに溶けにくく、水に極めて溶けにくく、エタノール (95) 又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

塩酸タランピシリン

Talampicillin Hydrochloride

タランピシリン塩酸塩

塩酸アンピシリンフタリジル



$C_{24}H_{23}N_3O_6S \cdot HCl$: 517.98

3-Oxo-1,3-dihydroisobenzofuran-1-yl (2*S*, 5*R*, 6*R*)-6-[(2*R*)-2-amino-2-phenylacetyl-amino]-3,3-dimethyl-7-oxo-4-thia-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate monohydrochloride [47747-56-8]

本品は日本抗生物質医薬品基準の塩酸アンピシリンフタリジルの条に適合する。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末で、味は苦い。