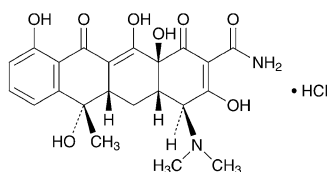


塩酸テトラサイクリン

Tetracycline Hydrochloride

テトラサイクリン塩酸塩

C₂₂H₂₄N₂O₈ · HCl : 480.90

(4S, 4aS, 5aS, 6S, 12aS)-4-Dimethylamino-1, 4, 4a, 5, 5a, 6, 11, 12a-octahydro-3, 6, 10, 12, 12a-pentahydroxy-6-methyl-1, 11-dioxonaphthacene-2-carboxamide monohydrochloride [64-75-5]

本品は定量するとき、換算した乾燥物 1 mg 当たり 900 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、塩酸テトラサイクリン (C₂₂H₂₄N₂O₈ · HCl) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は、黄色～帯微褐色の結晶性の粉末である。

本品は、水に溶けやすく、エタノール (95) にやや溶けにくい。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 62500) 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本品の参照スペクトル又は塩酸テトラサイクリン標準品について同様に操作して得られたスペクトルを比較するとき、同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

(2) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法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塩酸テトラサイクリン標準品のスペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波長のところと同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 100) は塩化物の定性反応 (2) を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 1.8 ～ 2.8 である。

純度試験

(1) 重金属 本品 1.0 g をとり、第2法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 1.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第4法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.025 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液 50 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 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。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、試料溶液のテトラサイクリン以外の各々のピーク面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積より大きくなく、

テトラサイクリン以外の各々のピークの合計面積は標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の3倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲：溶媒のピークの後からテトラサイクリンの保持時間の約7倍の範囲

システム適合性

システムの性能は定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 3 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 100 mL とする。この液 20 μL から得たテトラサイクリンのピーク面積が、標準溶液のテトラサイクリンのピーク面積の1～5%になることを確認する。

システムの再現性：標準溶液につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テトラサイクリンのピーク面積の相対標準偏差は1.0%以下である。

乾燥減量 2.0% 以下 (1 g, 減圧, 60 °C, 3時間)。

強熱残分 0.3% 以下 (1.0 g)。

定量法 本品及び塩酸テトラサイクリン標準品約 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを 0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、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 20 μL 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、それぞれの液のテトラサイクリンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{塩酸テトラサイクリン (C}_{22}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_8 \cdot \text{HCl) の量} [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{塩酸テトラサイクリン標準品の量} [\text{mg (力価)}] \\ & \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 25 cm のステンレス管に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 (孔径 0.01 μm) を充てんする。

カラム温度：60 °C 付近の一定温度

移動相：リン酸水素二カリウム 3.5 g, 硫酸水素テトラブチルアンモニウム 2.0 g 及びエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物 0.4 g を水 300 mL に溶かし、水酸化ナトリウム試液を加えて pH 9.0 に調整する。この液に *t*-ブチルアルコール 90.0 g を加え、更に水を加えて 1000 mL とする。

流量：テトラサイクリンの保持時間が約5分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：塩酸テトラサイクリン標準品 0.05 g をとり、水に溶かして 25 mL とする。この液 5 mL を水浴上で 60 分間加熱したのち、水を加えて 25 mL とする。この液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、4-エピテトラサイクリンの保持時間は約3分であり、4-エピテトラサイクリン、テトラサイクリンの順に溶出し、その分離度は2.5以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、テトラサイクリンのピ

ーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯法

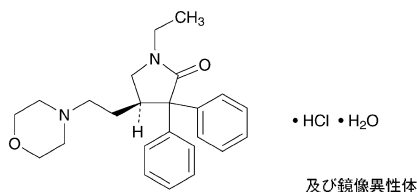
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

塩酸ドキサプラム

Doxapram Hydrochloride

ドキサプラム塩酸塩



C₂₄H₃₀N₂O₂ · HCl · H₂O : 432.98

(*RS*)-1-Ethyl-4-[2-(morpholin-4-yl)ethyl]-3,3-diphenylpyrrolidin-2-one monohydrochloride monohydrate
[7081-53-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、塩酸ドキサプラム (C₂₄H₃₀N₂O₂ · HCl : 414.97) 98.0 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品はメタノール又は酢酸 (100) に溶けやすく、水、エタノール (95) 又は無水酢酸にやや溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 2500) 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本品の参照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。

(2) 本品につき、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本品の参照スペクトルを比較するとき、両者のスペクトルは同一波数のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は塩化物の定性反応を呈する。

pH 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かした液の pH は 3.5 ~ 5.0 である。

融点 218 ~ 222 °C

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 50 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 硫酸塩 本品 1.0 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.024 % 以下)。

(3) 重金属 本品 2.0 g をとり、第 2 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、装置 B を用いる方法により試験を行う (2 ppm 以下)。

(5) 類縁物質 本品 0.5 g をメタノール 10 mL に溶か

し、試料溶液とする。この液 3 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 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。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 6 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/ギ酸/ギ酸エチル/メタノール混液 (8 : 3 : 3 : 2) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に放置するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水分 3.5 ~ 4.5 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 0.30 % 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.8 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7 : 3) 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

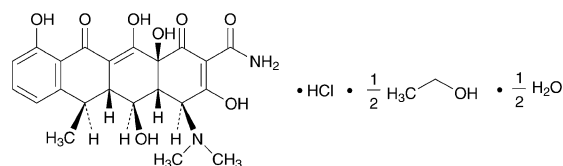
0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 41.50 mg C₂₄H₃₀N₂O₂ · HCl

貯法 容器 気密容器。

塩酸ドキシサイクリン

Doxycycline Hydrochloride

ドキシサイクリン塩酸塩



C₂₂H₂₄N₂O₈ · HCl · 1/2 C₂H₅OH · 1/2 H₂O : 512.94

(4*S*, 4*aR*, 5*S*, 5*aR*, 6*R*, 12*aS*)-4-Dimethylamino-1, 4, 4*a*, 5, 5*a*, 6, 11, 12*a*-octahydro-3, 5, 10, 12, 12*a*-pentahydroxy-6-methyl-1, 11-dioxonaphthacene-2-carboxamide monohydrochloride hemimethanolate hemihydrate
[564-25-0, ドキシサイクリン]

本品は日本抗生物質医薬品基準の塩酸ドキシサイクリンの条に適合する。

性状 本品は黄色～暗黄色の結晶又は結晶性の粉末で、味は苦い。

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。