

本品には保存剤を加えない。

性状 本品は無色澄明の液である。

確認試験 本品はナトリウム塩及びクエン酸塩の定性反応を呈する。

pH 7.0 ~ 8.5

エンドトキシン 5.6 EU/mL 未満。

定量法 本品 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 25 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 180 °C で 2 時間乾燥した後、これに酢酸 (100) 30 mL を加え、加温して溶かす。冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴)。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 = 9.803 mg  $C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$

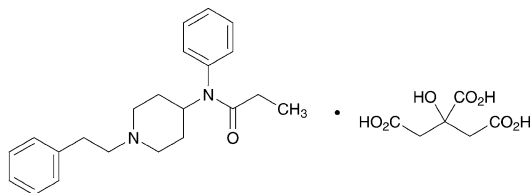
貯法 容器 密封容器。

## クエン酸フェンタニル

Fentanyl Citrate

フェンタニルクエン酸塩

クエン酸フェンタニール



$C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$ : 528.59

*N*-(1-Phenethylpiperidin-4-yl)-*N*-phenylpropionamide monocitrate [990-73-8]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、クエン酸フェンタニル ( $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$ ) 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、水又はエタノール (95) にやや溶けにくく、ジエチルエーテルに極めて溶けにくい。

確認試験

(1) 本品 0.05 g を 0.1 mol/L 塩酸試液 10 mL 及びエタノール (95) に溶かし、100 mL とした液につき、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) 本品を乾燥し、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 → 100) はクエン酸塩の定性反応 (1) を呈する。

pH 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~ 5.0 である。

融点 150 ~ 154 °C

純度試験

(1) 重金属 本品 0.5 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 (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.10 g をメタノール 5 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 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。これに噴霧用ドラーゲンドルフ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い。

乾燥減量 0.5 % 以下 (0.2 g, 減圧, シリカゲル, 60 °C, 2 時間)。

強熱残分 0.2 % 以下 (0.5 g)。

定量法 本品約 0.075 g を精密に量り、酢酸 (100) 50 mL に溶かし、0.02 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。

0.02 mol/L 過塩素酸 1 mL = 10.572 mg  $C_{22}H_{28}N_2O \cdot C_6H_8O_7$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

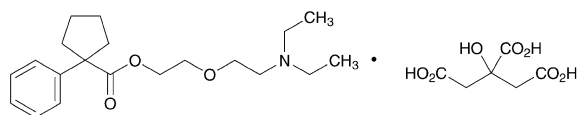
## クエン酸ペントキシベリン

Pentoxifyverine Citrate

ペントキシベリルクエン酸塩

クエン酸カルベタペンタン

クエン酸カルベタペンテン



$C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ : 525.59

2-[2-(Diethylamino)ethoxy]ethyl

1-phenylcyclopentanecarboxylate monocitrate [23142-01-0]

本品を乾燥したものは定量するとき、クエン酸ペントキシベリン ( $C_{20}H_{31}NO_3 \cdot C_6H_8O_7$ ) 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に極めて溶けやすく、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。

確認試験

(1) 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かし、ライネック塩試液 10 mL を加えるとき、淡赤色の沈殿を生じる。

(2) 本品を乾燥し、赤外吸収スペクトル測定法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 → 10) はクエン酸塩の定性反応 (1) 及び (2) を呈する。

融点 92 ~ 95 °C

#### 純度試験

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

(2) 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)。

(3) 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)。

(4) 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 200 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 15 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。風乾後直ちにクロロホルム/メタノール/酢酸エチル/アンモニア水 (28) 混液 (25 : 10 : 10 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これをヨウ素蒸気中に 10 分間放置するとき、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。

乾燥減量 0.5 % 以下 (1 g, 減圧, 酸化リン (V), 60 °C, 4 時間)。

強熱残分 0.10 % 以下 (1 g)。

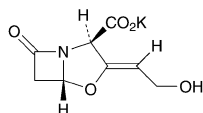
定量法 本品を乾燥し、その約 0.5 g を精密に量り、酢酸 (100) 30 mL に溶かし、無水酢酸 30 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青緑色を経て緑色に変わるときとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 52.56 mg C<sub>20</sub>H<sub>31</sub>NO<sub>5</sub> · C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>

貯法 容器 密閉容器。

## クラブラン酸カリウム

Potassium Clavulanate



C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>KNO<sub>5</sub> : 237.25

Monopotassium (2R, 5R)-3-[(1Z)-2-hydroxyethylidene]-7-oxo-4-oxa-1-azabicyclo[3.2.0]heptane-2-carboxylate  
[61177-45-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 755 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、クラブラン酸 (C<sub>8</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>5</sub> : 199.16) としての量を質量 (力価) で示

す。

性状 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

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 (95) に溶けにくい。

本品は吸湿性である。

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (1 → 50000) 1 mL にイミダゾール試液 5 mL を加え、30 °C の水浴中で 12 分間加温し、冷後、この液につき、紫外可視吸光度測定法により吸収スペクトルを測定するとき、波長 311 ~ 315 nm に吸収の極大を示す。

(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) 本品はカリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 [α]<sub>D</sub><sup>20</sup> : +55 ~ +60 ° (脱水物に換算したものの 0.5 g, 水, 50 mL, 100 mm)。

pH 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.0 ~ 8.0 である。

#### 純度試験

(1) 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 4.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 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)。

水分 1.5 % 以下 (5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びクラブラン酸リチウム標準品約 12.5 mg (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水 30 mL に溶かし、内標準溶液 5 mL ずつを正確に加えた後、水を加えて 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法により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するクラブラン酸のピーク面積の比 Q<sub>T</sub> 及び Q<sub>S</sub> を求める。

$$\begin{aligned} & \text{クラブラン酸 (C}_8\text{H}_9\text{NO}_5\text{) の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{クラブラン酸リチウム標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 スルファニルアミド 0.3 g をメタノール 30 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光度計 (測定波長 : 230 nm)

カラム : 内径 4.6 mm, 長さ 25 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 : 25 °C 付近の一定温度

移動相 : 酢酸ナトリウム三水和物 1.36 g を水 900 mL に溶かし、薄めた酢酸 (31) (2 → 5) を用いて pH 4.5 に調整した後、メタノール 30 mL 及び水を加えて 1000 mL とする。

流量 : クラブラン酸の保持時間が約 6 分になるように調整する。