

(95) 溶液 (1 → 25) を用いる。

(3) 類縁物質 本品 0.025 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 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法により試験を行う。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 12 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後、100 °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。

水分 2.0 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

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、それぞれを水に溶かして正確に 500 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ァトリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

セファトリジン ($C_{16}H_{17}N_3O_5S_2$) の量 [μ g (力価)]
 = セファトリジンプロピレングリコール標準品の量 [mg (力価)]
 $\times \frac{A_T}{A_S} \times 1000$

試験条件

検出器：紫外吸光度計 (測定波長：270 nm)

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 °C 付近の一定温度

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

流量：セファトリジンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

システム適合性

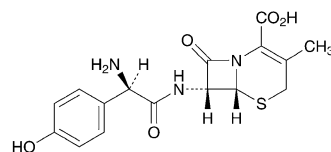
システムの性能：セファドロキシシ約 5 mg (力価) 及びセファトリジンプロピレングリコール約 0.01 g (力価) を水 50 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セファドロキシシ、セファトリジンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

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、セファトリジン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 気密容器。

セファドロキシシ

Cefadroxil



$C_{16}H_{17}N_3O_5S_2$: 363.39

(6*R*, 7*R*)-7-[(2*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylamino]-3-methyl-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid [50370-12-2]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 950 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、セファドロキシシ ($C_{16}H_{17}N_3O_5S_2$) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～淡黄白色の粉末である。

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) に極めて溶けにくい。

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ドロキシシ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又はセファドロキシシ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。

(3) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水/核磁気共鳴スペクトル測定用重塩酸混液 (3 : 1) 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 (1H) により測定するとき、 δ 2.1 ppm 付近に単一線のシグナル A を、 δ 7.0 ppm 付近に二重線のシグナル B を、 δ 7.5 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。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +164 ~ +182 ° (脱水物に換算したものの 0.6 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 200 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 6.0 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 2.0 mL を加える (20 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 0.1 g をエタノール (99.5) / 水 / 薄めた塩酸 (1 → 5) 混液 (75 : 22 : 3) 4 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 (99.5) / 水 / 薄めた塩酸 (1 → 5) 混液 (75 : 22 : 3) 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 2 μ L 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。次に酢酸エチル/水/エタノール (99.5) /ギ酸混液 (14 : 5 : 5 : 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。これにニンヒドリン・クエン酸・酢酸試液を均等に噴霧した後、100 °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。

水分 4.2 ~ 6.0% (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びセファドロキシル標準品約 0.05 g (力価) に対応する量を精密に量り、それぞれを水に溶かし、正確に 500 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ァドロキシルのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{セファドロキシル (C}_{16}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_6\text{S}) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{セファドロキシル標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：262 nm)

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 °C 付近の一定温度

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

流量：セファドロキシルの保持時間が約 5 分になるように調整する。

システム適合性

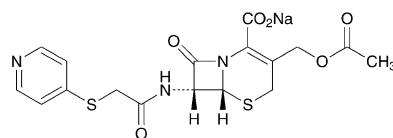
システムの性能：セファドロキシル約 5 mg (力価) 及びセファトリジンプロピレングリコール約 0.01 g (力価) を水 50 mL に溶かす。この液 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セファドロキシル、セファトリジンの順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

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、セファドロキシル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 気密容器。

セファピリンナトリウム

Cefapirin Sodium



C₁₇H₁₆N₃NaO₆S₂ : 445.45

Monosodium (6*R*, 7*R*)-3-acetoxymethyl-8-oxo-7-[2-(pyridin-4-ylsulfanyl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate [24356-60-3]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 865 μ g (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、セファピリン (C₁₇H₁₇N₃O₆S₂ : 423.46) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～帯黄白色の粉末である。

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、アセトンにほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品の水溶液 (3 → 200000) 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セファピリ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、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又はセファピリ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。

(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-d₄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 2.2 ppm 付近に単一線のシグナル A を、 δ 7.3 ppm 付近及び δ 8.3 ppm 付近にそれぞれ多重線のシグナル 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 : 2 : 2 である。

(4) 本品はナトリウム塩の定性反応 (1) を呈する。

旋光度 $[\alpha]_D^{25}$: +157 ~ +175° (脱水物に換算したものを 2 g, 水, 100 mL, 100 mm)。

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 6.5 ~ 8.5 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 2.0 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)。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール溶液 (1 → 25) を用いる。