

1 : 1 である。

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (231 nm) : 340 ~ 360 (0.05 g, メタノール, 2500 mL).

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : -45 ~ -52° (0.05 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)。

(2) 類縁物質 別に規定する。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 2.8 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 別に規定する。

定量法 本品及びセフジトレン 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, それぞれをアセトニトリル 40 mL に溶かし, それぞれに内標準溶液 10 mL を正確に加えた後, アセトニトリルを加えて 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  $\mu$ 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ジトレン ピボキシルのピーク面積の比  $Q_r$  及び  $Q_s$  を求める。

$$\begin{aligned} & \text{セフジトレン (C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_3) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ &= \text{セフジトレン ピボキシル標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 1000 \end{aligned}$$

内標準溶液 パラオキシ安息香酸プロピルのアセトニトリル溶液 (1 → 200)

#### 試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (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  $\mu$ 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 °C 付近の一定温度

移動相 : ギ酸アンモニウム 1.58 g を水 900 mL に溶かし, 薄めたギ酸 (1 → 250) を用いて pH 6.0 に調整した後, 更に水を加えて 1000 mL とする。この液 450 mL にアセトニトリル 275 mL 及びメタノール 275 mL を加える。

流量 : セフジトレン ピボキシルの保持時間が約 15 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  $\mu$ L につき, 上記の条件で操作するとき, 内標準物質, セフジトレン ピボキシルの順に溶出し, 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  $\mu$ 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ジトレン 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。

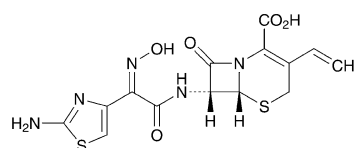
#### 貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## セフジニル

Cefdinir



C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> : 395.41

(6*R*, 7*R*)-7-[(*Z*)-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-hydroxyiminoacetyl-amino]-8-oxo-3-vinyl-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid [91832-40-5]

本品は定量するとき, 1 mg 当たり 900  $\mu$ g (力価) 以上を含む。ただし, 本品の力価は, セフジニル (C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>5</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub>) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色～淡黄色の結晶性の粉末である。

本品は水, 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。

本品は pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶ける。

#### 確認試験

(1) 本品及びセフジニル標準品の pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 100000) 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セフジニ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。

(2) 本品及びセフジニル標準品につき, 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セフジニ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。

(3) 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/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液 (4 : 1) 溶液 (1 → 10) 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 (<sup>1</sup>H) により測定するとき,  $\delta$  5.0 ~ 6.1 ppm 及び  $\delta$  6.4 ~ 7.5 ppm にそれぞれ多重線のシグナル A 及び B を示し, 各シグナルの面積強度比 A : B はほぼ 2 : 1 である。

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (287 nm) : 570 ~ 610 (0.05 g, pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液, 5000 mL).

旋光度  $[\alpha]_D^{20}$  : -58 ~ -66° (0.25 g, pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液, 25 mL, 100 mm).

#### 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 2.0 mL を加える (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品約 0.1 g をとり, pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす。この液 3 mL を正確に量り, pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 20 mL とし, 試料溶液とする。試料溶液 10  $\mu$ 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, 面積百分率法でセフジニルのピークに対する

相対保持時間 1.5 の E-異性体のピーク面積は 0.8 % 以下であり、セフジニル以外のピークの合計面積は 3.0 % 以下である。

#### 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 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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 A：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える。

移動相 B：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 500 mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 300 mL 及びメタノール 200 mL を加え、更に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える。

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 ~ 2	95	5
2 ~ 22	95 → 75	5 → 25
22 ~ 32	75 → 50	25 → 50
32 ~ 37	50	50
37 ~ 38	50 → 95	50 → 5
38 ~ 58	95	5

流量：毎分 1.0 mL。この条件でセフジニルの保持時間は約 22 分である。

面積測定範囲：試料溶液注入後 40 分間

#### システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 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、pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に 10 mL とし、この液 10  $\mu$ L から得たセフジニルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の 7 ~ 13 % になることを確認する。

システムの性能：セフジニル標準品 0.03 g 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 2 mg をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3 mL に溶かし、pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて 20 mL とする。この液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し、セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3 の相対保持時間は 1.09 以上で、セフジニルのピークの理論段数及び

シンメトリー係数はそれぞれ 7000 段以上、3.0 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 3 回繰り返すとき、セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 2.0 % 以下（1 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 本品及びセフジニル標準品約 0.02 g（力価）に対応する量を精密に量り、それぞれを pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、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 5  $\mu$ 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ジニルのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

セフジニル ( $C_{14}H_{13}N_5O_5S_2$ ) の量 [ $\mu$ g (力価)]

$$= \text{セフジニル標準品の量 [mg (力価)]} \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000$$

#### 試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：254 nm）

カラム：内径 4.6 mm，長さ 15 cm のステンレス管に 5  $\mu$ 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：pH 5.5 のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液 1000 mL に 0.1 mol/L エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液 0.4 mL を加える。この液 900 mL に液体クロマトグラフ用アセトニトリル 60 mL 及びメタノール 40 mL を加える。

流量：セフジニルの保持時間が約 8 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：セフジニル標準品 2 mg 及びセフジニルラクタム環開裂ラクトン 5 mg をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かし、この液 5  $\mu$ L につき、上記の条件で操作するとき、4 本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 1，ピーク 2，セフジニル，セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 3，ピーク 4 の順に溶出し、セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク 2 とセフジニルの分離度が 1.2 以上で、セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数はそれぞれ 2000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 5  $\mu$ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフジニル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。