

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 0.025 g を水 25 mL に溶かし, 試料溶液とする. 試料溶液 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 試料溶液及び標準溶液 20  $\mu$ 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. 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, 試料溶液のセフロキシム以外のピーク面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積より大きくなく, 試料溶液のセフロキシム以外のピークの合計面積は標準溶液のセフロキシムのピーク面積の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, セフロキシムの保持時間の約4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 1 mL を正確に量り, 水を加えて正確に 10 mL とする. この液 20  $\mu$ L から得たセフロキシムのピーク面積が, 標準溶液のセフロキシムのピーク面積の7~13% になることを確認する.

システムの再現性: 標準溶液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0% 以下である.

水分 4.0% 以下 (0.4 g, 容量滴定法, 直接滴定).

定量法 本品及びセフロキシムナトリウム標準品約 0.025 g (力価) に対応する量を精密に量り, それぞれを水に溶かして正確に 25 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  $\mu$ 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ロキシムのピーク面積  $A_r$  及び  $A_s$  を測定する.

セフロキシム ( $C_{16}H_{16}N_4O_8S$ ) の量 [ $\mu$ g (力価)]

$$= \text{セフロキシムナトリウム標準品の量 [mg (力価)]} \\ \times \frac{A_r}{A_s} \times 1000$$

#### 試験条件

検出器: 紫外吸光度計 (測定波長: 273 nm)

カラム: 内径 4.6 mm, 長さ 125 mm のステンレス管に 5  $\mu$ m の液体クロマトグラフ用ヘキサシ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: 酢酸ナトリウム三水和物 0.68 g を水 900 mL に溶かし, 酢酸 (100) を加えて pH を 3.4 に調整した後, 水を加えて 1000 mL とする. この液 990 mL にアセトニトリル 10 mL を加える.

流量: セフロキシムの保持時間が約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: 試料溶液を 60  $^{\circ}$ C で 10 分間放置し, 冷後, この液 20  $\mu$ L につき, すみやかに上記の条件で操作するとき, セフロキシムのピークとセフロキシ

ムに対する相対保持時間が約 0.7 のピークの分離度は 2.0 以上である.

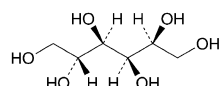
システムの再現性: 標準溶液 20  $\mu$ L につき, 上記の条件で試験を6回繰り返すとき, セフロキシムのピーク面積の相対標準偏差は1.0% 以下である.

貯法 容器 気密容器.

## D-ソルビトール

D-Sorbitol

D-ソルビット



$C_6H_{14}O_6$ : 182.17

D-Glucitol [50-70-4]

本品を乾燥したものは定量するとき, D-ソルビトール ( $C_6H_{14}O_6$ ) 97.0% 以上を含む.

性状 本品は白色の粒, 粉末又は結晶性の塊で, においはなく, 味は甘く, 冷感がある.

本品は水に極めて溶けやすく, エタノール (95) 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.

本品は吸湿性である.

#### 確認試験

(1) 本品の水溶液 (7  $\rightarrow$  10) 1 mL に硫酸鉄 (II) 試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1  $\rightarrow$  5) 1 mL を加えるとき, 液は青緑色を呈するが混濁を生じない.

(2) 本品の水溶液 (1  $\rightarrow$  20) 1 mL に, 新たに製したカテコール溶液 (1  $\rightarrow$  10) 1 mL を加え, よく振り混ぜた後, 速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき, 液は直ちに帯赤紫色~赤紫色を呈する.

(3) 本品 0.5 g に無水酢酸 10 mL 及びピリジン 1 mL を加え, 還流冷却器を付けて 10 分間煮沸した後, 冷却し, 水 25 mL を加えて振り混ぜ, 冷所に放置する. この液を分液漏斗に移し, クロロホルム 30 mL を加えて抽出する. 抽出液を水浴上で蒸発し, 油状の残留物に水 80 mL を加え, 水浴上で 10 分間加熱し, 熱時ろ過する. 冷後, 生じた沈殿をガラスろ過器 (G3) を用いてろ取り, 水で洗い, エタノール (95) から 1 回再結晶し, デシケーター (減圧, シリカゲル) で 4 時間乾燥するとき, その融点は 97 ~ 101  $^{\circ}$ C である.

#### 純度試験

(1) 溶状及び液性 本品 5 g を水 20 mL に振り混ぜながら加温して溶かすとき, 液は無色澄明で, 中性である.

(2) 塩化物 本品 2.0 g をとり, 試験を行う. 比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.005% 以下).

(3) 硫酸塩 本品 4.0 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 (0.006% 以下).

(4) 重金属 本品 5.0 g をとり, 第1法により操作し, 試験を行う. 比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (5 ppm 以下).

(5) ニッケル 本品 0.5 g を水 5 mL に溶かし、ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は赤色を呈しない。

(6) ヒ素 本品 1.5 g をとり、第 1 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 (1.3 ppm 以下)。

(7) ブドウ糖 本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄 (III) 試液 20 mL に溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80 °C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は 6.3 mL 以下である。

(8) 糖類 本品 20.0 g を水 25 mL に溶かし、希塩酸 8 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する。冷後、メチルオレンジ試液 2 滴を加え、液がだいたい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり、水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。以下 (7) を準用する。

乾燥減量 2.0 % 以下 (0.5 g, 減圧, 酸化リン (V), 80 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.02 % 以下 (5 g)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.2 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、過ヨウ素酸カリウム試液 50 mL を正確に加え、水浴中で 15 分間加熱する。冷後、ヨウ化カリウム 2.5 g を加え、直ちに密栓してよく振り混ぜ、暗所に 5 分間放置した後、遊離したヨウ素を 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム液で滴定する (指示薬: デンプン試液 3 mL)。同様の方法で空試験を行う。

$$0.1 \text{ mol/L チオ硫酸ナトリウム液 } 1 \text{ mL} \\ = 1.8217 \text{ mg } \text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$$

貯法 容器 気密容器。

## D-ソルビトール液

D-Sorbitol Solution

D-ソルビット液

本品は定量するとき、表示量の 97 ~ 103 % に対応する D-ソルビトール ( $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$ ; 182.17) を含む。

性状 本品は無色澄明の液で、においはなく、味は甘い。

本品は水、エタノール (95)、グリセリン又はプロピレングリコールと混和する。

本品は結晶性の塊を析出することがある。

### 確認試験

(1) 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.7 g に対応する容量をとり、硫酸鉄 (II) 試液 2 mL 及び水酸化ナトリウム溶液 (1 → 5) 1 mL を加えるとき、液は青緑色を呈するが混濁を生じない。

(2) 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1 g に対応する容量をとり、水を加えて 20 mL とした液 1 mL に、新たに製したカテコール溶液 (1 → 10) 1 mL を加え、よく振り混ぜた後、速やかに硫酸 2 mL を加えて振り混ぜるとき、液は直ちに帯赤紫色~赤紫色を呈する。

### 純度試験

(1) 液性 本品は中性である。

(2) 塩化物 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」2.0 g に対応する容量をとり、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.005 % 以下)。

(3) 硫酸塩 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」4.0 g に対応する容量をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.50 mL を加える (0.006 % 以下)。

(4) 重金属 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5.0 g に対応する容量をとり、第 1 法により操作し、試験を行う。比較液には鉛標準液 2.5 mL を加える (5 ppm 以下)。

(5) ニッケル 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」0.5 g に対応する容量をとり、ジメチルグリオキシム試液 3 滴及びアンモニア試液 3 滴を加えて 5 分間放置するとき、液は赤色を呈しない。

(6) ヒ素 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」1.5 g に対応する容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴上で濃縮して 5 mL とし、冷後、これを検液とし、装置 B を用いる方法により試験を行う (1.3 ppm 以下)。

(7) ブドウ糖 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴上で濃縮して 40 mL とし、フェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。冷後、沈殿がなるべくフラスコ内に残るように注意しながら上澄液をガラスろ過器 (G4) を用いてろ過し、更にフラスコ内の沈殿を温湯で洗液がアルカリ性を呈しなくなるまで洗い、洗液は先のガラスろ過器でろ過する。フラスコ内の沈殿を硫酸鉄 (III) 試液 20 mL に溶かし、これを先のガラスろ過器を用いてろ過した後、水洗し、ろ液及び洗液を合わせ、80 °C に加熱し、0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定するとき、その消費量は 6.3 mL 以下である。

(8) 糖類 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」20.0 g に対応する容量をとり、必要ならば水を加えて薄めるか、又は水浴上で濃縮して 40 mL とし、希塩酸 8 mL を加え、還流冷却器を付けて水浴中で 3 時間加熱する。冷後、メチルオレンジ試液 2 滴を加え、液がだいたい色を呈するまで水酸化ナトリウム試液を加えた後、水を加えて 100 mL とする。この液 10 mL をとり、水 10 mL 及びフェーリング試液 40 mL を加え、3 分間穏やかに煮沸する。以下 (7) を準用する。

強熱残分 本品の表示量に従い「D-ソルビトール」5 g に対応する容量を正確に量り、硫酸 3 ~ 4 滴を加え、穏やかに加熱して蒸発させた後、点火して燃焼させ、冷後、残留物につき試験を行うとき、1.0 mg 以下である。

定量法 本品の D-ソルビトール ( $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$ ) 約 5 g に対応する容量を正確に量り、水を加えて正確に 250 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、過