

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、それぞれの液のセフピロムのピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定する。

$$\begin{aligned} & \text{セフピロム (C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2) \text{ の量 } [\mu\text{g (力価)}] \\ & = \text{硫酸セフピロム標準品の量 } [\text{mg (力価)}] \\ & \quad \times \frac{A_T}{A_S} \times 1000 \end{aligned}$$

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 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：リン酸二水素アンモニウム 3.45 g を水 1000 mL に溶かし、リン酸を用いて pH 3.3 に調整する。この液 800 mL にアセトニトリル 100 mL を加える。

流量：セフピロムの保持時間が約 7.5 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：標準溶液 20 μL につき、上記の条件で操作するとき、セフピロムのピークの理論段数は 3600 段以上である。

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 5 回繰り返すとき、セフピロム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 2 ~ 8 °C で保存する。

容器 密封容器。

硫酸鉄

Ferrous Sulfate

FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O : 278.01

本品は定量するとき、硫酸鉄 (FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O) 98.0 ~ 104.0 % を含む。

性状 本品は淡緑色の結晶又は結晶性の粉末で、においはなく、味は取れん性である。

本品は水に溶けやすく、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。

本品は乾燥空气中で風解しやすく、湿った空气中で結晶の表面が黄褐色となる。

確認試験 本品の水溶液 (1 → 10) は第一鉄塩及び硫酸塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品 1.0 g を水 20 mL 及び希硫酸 1 mL を加えて溶かすとき、液は澄明である。

(2) 酸 本品を粉末とし、その 5.0 g にエタノール (95) 50 mL を加え、2 分間よく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 25 mL に水 50 mL、プロモチモールブルー試液 3 滴及び希水酸化ナトリウム試液 0.5 mL を加えるとき、液は青色である。

(3) 重金属 本品 1.0 g を磁製皿にとり、王水 3 mL に溶かし、水浴上で蒸発乾固する。残留物を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL に溶かし、分液漏斗に移す。磁製皿を 6 mol/L 塩酸試液 5 mL ずつで 2 回洗い、洗液を分液漏斗に合わせ、ジエチルエーテル 40 mL ずつで 2 回、次にジエチルエーテル 20 mL で振り混ぜた後、静置し、分離したジエチルエーテル層を除く。水層に塩酸ヒドロキシアンモニウム 0.05 g を加えて溶かし、水浴上で 10 分間加熱し、冷後、アンモニア水 (28) を滴加して液の pH を 3 ~ 4 に調整した後、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液は磁製皿に鉛標準液 2.5 mL を入れ、王水 3 mL を加え、以下同様に操作する (25 ppm 以下)。

(4) ヒ素 本品 1.0 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 (2 ppm 以下)。

定量法 本品約 0.7 g を精密に量り、水 20 mL 及び希硫酸 20 mL を加えて溶かし、リン酸 2 mL を加え、直ちに 0.02 mol/L 過マンガン酸カリウム液で滴定する。

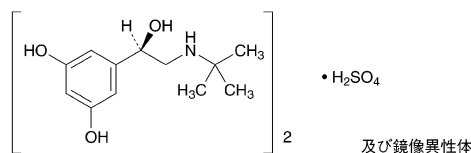
$$\begin{aligned} & 0.02 \text{ mol/L 過マンガン酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ & = 27.801 \text{ mg FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \end{aligned}$$

貯法 容器 気密容器。

硫酸テルブタリン

Terbutaline Sulfate

テルブタリン硫酸塩



(C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 548.65

(RS)-2-tert-Butylamino-1-(3,5-dihydroxyphenyl) ethanol hemisulfate [23031-32-5]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、硫酸テルブタリン [(C<sub>12</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>] 98.5 % 以上を含む。

性状 本品は白色～帯褐色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに酢酸臭がある。

本品は水に溶けやすく、アセトニトリル、エタノール (95)、酢酸 (100)、クロロホルム又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品は光又は空気によって徐々に着色する。

融点：約 255 °C (分解)。

確認試験

(1) 本品 1 mg を水 1 mL に溶かし、pH 9.5 のトリス緩衝液 5 mL、4-アミノアンチピリン溶液 (1 → 50) 0.5 mL 及びヘキサシアノ鉄 (III) 酸カリウム溶液 (2 → 25) 2 滴を加えるとき、液は赤紫色を呈する。

(2) 本品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 10000) 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。極大は二つに分かれることがある。

(3) 本品の水溶液 (1 → 50) は硫酸塩の定性反応を呈する。

**pH** 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.0 ~ 4.8 である。

#### 純度試験

- (1) 溶状 本品 0.10 g を水 10 mL に溶かすとき、液は無色~微黄色澄明である。
- (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 0.25 mL を加える (0.004 % 以下)。
- (3) 酢酸 本品 0.50 g をとり、リン酸溶液 (59 → 1000) に溶かし、正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に酢酸 (100) 1.50 g をとり、リン酸溶液 (59 → 1000) に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、リン酸溶液 (59 → 1000) を加え、正確に 200 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 2 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行う。それぞれの液の酢酸のピーク面積  $A_T$  及び  $A_S$  を測定するとき、 $A_T$  は  $A_S$  より大きくない。

#### 試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 3 mm、長さ 1 m のガラス管にガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコール 6000 を 180 ~ 250 μm のガスクロマトグラフ用テレフタル酸に 10 % の割合で被覆したものを充てんする。

カラム温度：120 °C 付近の一定温度

キャリアガス：窒素

流量：酢酸の保持時間が約 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：酢酸 (100) 及びプロピオン酸各々 0.05 g をリン酸溶液 (59 → 1000) 100 mL に加えて混和する。この液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、酢酸、プロピオン酸の順に流出し、その分離度は 2.0 以上である。

システムの再現性：標準溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、酢酸のピーク面積の相対標準偏差は 3.0 % 以下である。

(4) 3,5-ジヒドロキシ-*ω*-*tert*-ブチルアミノアセトフェノン硫酸塩 本品 0.50 g をとり、0.01 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 25 mL とした液につき、紫外可視吸光度測定法により試験を行うとき、波長 330 nm における吸光度は 0.47 以下である。

(5) 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)。

(6) 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** 0.5 % 以下 (1 g、容量滴定法、直接滴定)。

**強熱残分** 0.20 % 以下 (1 g)。

**定量法** 本品約 0.5 g を精密に量り、アセトニトリル/酢酸 (100) 混液 (1 : 1) 50 mL を加え、かき混ぜながら加温し

て溶かし、冷後、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法。ただし、内部液は塩化カリウムの飽和メタノール溶液に代える)。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 54.87 mg (C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

#### 貯法

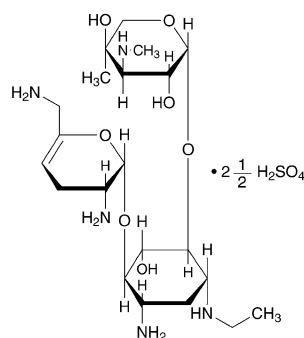
保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

## 硫酸ネチルマイシン

Netilmicin Sulfate

ネチルマイシン硫酸塩



C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub> · 2  $\frac{1}{2}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> : 720.78

*O*-3-Deoxy-4-*C*-methyl-3-methylamino- $\beta$ -L-arabinopyranosyl-(1→6)-*O*-[2,6-diamino-4,5-dehydro-2,3,4,6-tetradecy- $\alpha$ -D-glycero-hexopyranosyl-(1→4)]-2-deoxy-1-*N*-ethyl-D-streptamine hemiheptasulfate [5639I-57-2]

本品は定量するとき、換算した乾燥物 1 mg 当たり 595 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、ネチルマイシン (C<sub>21</sub>H<sub>41</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub> : 475.58) 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。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール (95) 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 0.03 g を水 3 mL に溶かし、臭素試液 0.2 mL を加えるとき、液の色は直ちに消える。

(2) 本品及び硫酸ネチルマイシン標準品 0.015 g ずつを水 5 mL に溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。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。次にメタノール/クロロホルム/アンモニア水 (28) /アセトン混液 (2 : 2 : 1 : 1) を展開溶媒として約 15 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに 0.2 % ニンヒドリン・水飽和 1-ブタノール試液を均等に噴霧した後、約 100 °C で約 5 分間加熱するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準溶液から得たスポットは赤紫色~赤褐色を呈し、それらの  $R_f$