

し、装置 B を用いる方法により試験を行う。ただし、硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→50)10 mL を加えた後、過酸化水素(30)1.5 mL を加え、点火して燃焼させる(1 ppm 以下)。

(4) 類縁物質 本品 0.10 g を pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液は用時製する。試料溶液 5 μL につき、次の条件で液体クロマトグラ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し、面積百分率法によりセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク及びセファゾリンとセファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピーク以外のピークの面積を求めるとき、それぞれ 1.5 % 以下であり、セファゾリン以外のピークの合計面積は 2.5 % 以下である。ただし、セファゾリンに対する保持時間の比が約 0.2 のピークの面積は自動積分法で測定した面積に感度係数 1.43 を乗じた値とする。

#### 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ァゾリンの保持時間の約 3 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：セファゾリン標準品約 0.08 g をとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、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 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 20 mL とする。この液 5 μL から得たセファゾリンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液から得たピーク面積の 3 ~ 7 % になることを確認する。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 5 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

水分 2.5 % 以下(1.0 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 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g(力価)に対する量を精密に量り、それぞれを内標準溶液に溶かして正確に 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 μL につき、次の条件で液体クロマトグラ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ァゾリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

セファゾリン( $C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$ )の量 [μg(力価)]

= セファゾリン標準品の量 [mg(力価)]

$$\times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

内標準溶液 カーセトアニシジドの pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液(11→20000)

#### 試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径 4 mm、長さ 15 cm のステンレス管に 10 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：リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし、この液にアセトニトリル 65 mL を加える。

流量：セファゾリンの保持時間が約 8 分になるように調整する。

#### システム適合性

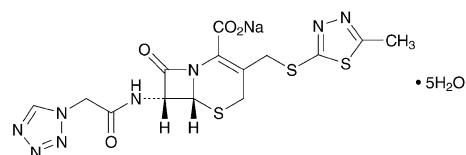
システムの性能：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファゾリン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 4 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するセファゾリン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 容 器 気密容器。

## セファゾリンナトリウム水和物

Cefazolin Sodium Hydrate



$C_{14}H_{14}N_8NaO_4S_3 \cdot 5H_2O : 566.57$

Monosodium (6R,7R)-3-(5-methyl-1,3,4-thiadiazol-2-ylsulfanyl)methyl)-8-oxo-7-[2-(1H-tetrazol-1-yl)acetylamino]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate pentahydrate [115850-11-8]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 890 μg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価は、セファゾリン( $C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$ : 454.51)としての量を質量(力価)で示す。

性 状 本品は白色～微帶黃白色の結晶である。

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、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

#### 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するとき、波長 270 ~ 274 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測定するとき、波数  $1761\text{ cm}^{-1}$ ,  $1667\text{ cm}^{-1}$ ,  $1599\text{ cm}^{-1}$ ,  $1540\text{ cm}^{-1}$  及び  $1389\text{ cm}^{-1}$  附近に吸収を認める。

(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-d<sub>6</sub>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、δ 2.7 ppm 附近及び δ 9.3 ppm 附近にそれぞれ单一線のシグナル A 及び B を示し、各シグナルの面積強度比 A:B はほ

ぼ3 : 1である。

(4) 本品はナトリウム塩の定性反応(1)を呈する。

吸光度  $E_{1\text{cm}}^{1\%}$  (272 nm) : 272 ~ 292 (脱水物に換算したものの 0.08 g, 水, 5000 mL).

旋光度  $[\alpha]_D^{\infty}$  : -20 ~ -25° (脱水物に換算したもの 2.5 g, 水, 25 mL, 100 mm).

pH 本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 4.8 ~ 6.3 である。

#### 純度試験

(1) 溶状 別に規定する。

(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 別に規定する。

(4) 類縁物質 別に規定する。

(5) 残留溶媒 別に規定する。

水分 13.7 ~ 16.0 % (0.1 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)。

エンドトキシン 0.10 EU/mg (力価) 未満。

定量法 本品及びセファゾリン標準品約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り, それぞれを内標準溶液に溶かし, 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 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セファゾリンのピーク面積の比  $Q_T$  及び  $Q_S$  を求める。

セファゾリン ( $C_{14}H_{14}N_8O_4S_3$ ) の量 [ $\mu\text{g}$  (力価)]

$$= \text{セファゾリン標準品の量 [mg (力価)]} \\ \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 1000$$

内標準溶液 *p*-アセトアニシジドの pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (11 → 20000)

#### 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 mm, 長さ 15 cm のステンレス管に 10 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: リン酸水素二ナトリウム十二水和物 2.27 g 及びクエン酸一水和物 0.47 g を水に溶かして 935 mL とし, この液にアセトニトリル 65 mL を加える。

流量: セファゾリンの保持時間が約 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: 標準溶液 5 μL につき, 上記の条件下操作するとき, セファゾリン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 4 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 5 μL につき, 上記の条件下試験を 5 回繰り返すとき, セファゾリンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

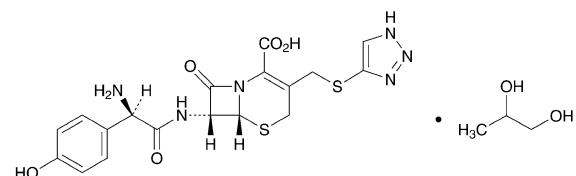
#### 貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 密封容器。

## セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate



$C_{18}H_{18}N_8O_8S_2 \cdot C_3H_8O_2$  : 538.60

(6*R*,7*R*)-7-[2(*R*)-2-Amino-2-(4-hydroxyphenyl)-acetylaminoo]-8-oxo-3-[2-(1*H*-1,2,3-triazol-4-yl)-sulfanylmethyl]-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylic acid monopropane-1,2-diolate (1/1)  
[51627-14-6, セファトリジン]

本品は定量するとき, 換算した脱水物 1 mg 当たり 785  $\mu\text{g}$  (力価) 以上を含む。ただし, 本品の力価は, セファトリジン ( $C_{18}H_{18}N_8O_8S_2$  : 462.50) 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。

本品は水にやや溶けにくく, メタノール又はエタノール (95) にほとんど溶けない。

#### 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トリジンプロピレングリコール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と。

(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トリジンプロピレングリコー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/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<sub>4</sub>を内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法 ('H) により測定するとき, δ 1.2 ppm 附近に二重線のシグナル A を, δ 7.0 ppm 附近に二重線のシグナル B を, δ 7.5 ppm 附近に二重線のシグナル C を, δ 8.3 ppm 附近に単一線のシグナル D を示し, 各シグナルの面積強度比 A : B : C : D はほぼ 3 : 2 : 2 : 1 である。

旋光度  $[\alpha]_D^{\infty}$  : +52 ~ +58° (脱水物に換算したもの 2.5 g, 1 mol/L 塩酸試液, 50 mL, 100 mm).

#### 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