

及び A_s を測定する。

$$\text{セフオセリス} (\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{N}_8\text{O}_6\text{S}_2) \text{の量 } [\mu\text{g} \text{ (力値)}] = \text{硫酸セフオセリス標準品の量 } [\text{mg} \text{ (力値)}] \times \frac{A_t}{A_s} \times 1000$$

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 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：pH 6.5 のリン酸塩緩衝液/液体クロマトグラフ用アセトニトリル混液 (10 : 1)

流量：セフオセリスの保持時間が約 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：硫酸セフオセリス標準品及びセフオセリス 3-エン異性体 2.5 mg ずつをとり、pH 7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 10 mL に溶かす。この液 5 μL につき、上記の条件で操作するととき、セフオセリス 3-エン異性体、セフオセリスの順に溶出し、その分離度は 2.9 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、セフオセリスのピーク面積の相対標準偏差は 1.0 % 以下である。

貯 法

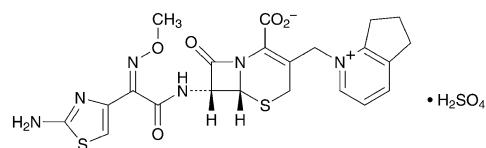
保存条件 遮光して、冷所で保存する。

容 器 密封容器。

硫酸セフピロム

Cefpirome Sulfate

セフピロム硫酸塩



$\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_8\text{O}_6\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$: 612.66

(6*R*, 7*R*)-7-[*Z*]-2-(2-Aminothiazol-4-yl)-2-methoxyiminoacetylaminomethyl-3-(6,7-dihydro-5*H*-cyclopenta[b]pyridinium-1-ylmethyl)-8-oxo-5-thia-1-azabicyclo[4.2.0]oct-2-ene-2-carboxylate monosulfate
[98753-19-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 760 μg (力値) 以上を含む。ただし、本品の力値は、セフピロム ($\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_8\text{O}_6\text{S}_2$: 514.58) としての量を質量 (力値) で示す。

性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末で、わずかに特異なにおいがある。

本品は水にやや溶けやすく、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。

本品は吸湿性である。

確認試験

(1) 本品 0.01 g を水 2 mL に溶かし、塩酸ヒドロキシアンモニウム・エタノール試液 3 mL を加え、5 分間放置した後、酸性硫酸アンモニウム鉄(III)試液 1 mL を加えて振り混ぜるとき、液は赤褐色を呈する。

(2) 本品 1 mg を水 4 mL に溶かし、氷冷しながら希塩酸 1 mL を加え、新たに調製した亜硝酸ナトリウム溶液 (1 → 100) 1 mL を加え、2 分間放置する。更に、氷冷しながらアミド硫酸アンモニウム試液 1 mL を加え、1 分間放置した後、N-1-ナフチルエチレンジアミン二塩酸塩溶液 (1 → 1000) 1 mL を加えるとき、液は紫色を呈する。

(3) 本品 5 mg をとり、エタノール (95) 1 mL 及び水 1 mL を加えて溶かし、1-クロロ-2,4-ジニトロベンゼン 0.1 g を加え、水浴上で 5 分間加熱し、冷後、水酸化ナトリウム溶液 (1 → 10) 2 ~ 3 滴及びエタノール (95) 3 mL を加えるとき、液は赤褐色を呈する。

(4) 本品及び硫酸セフピロム標準品の 0.01 mol/L 塩酸試液溶液 (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硫酸セフピロム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。

(5) 本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水溶液 (1 → 25) につき、3-トリメチルシリルプロパンスルホン酸ナトリウム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 4.1 ppm 附近に単一線のシグナル A を、δ 5.9 ppm 附近に二重線のシグナル B を、δ 7.1 ppm 附近に単一線のシグナル C を、δ 7.8 ppm 附近に多重線のシグナル D を示し、各シグナルの面積強度比 A : B : C : D はほぼ 3 : 1 : 1 : 1 である。

(6) 本品の水溶液 (1 → 250) は硫酸塩の定性反応 (1) を呈する。

吸 光 度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (270 nm) : 405 ~ 435 (脱水物に換算したもの 0.05 g, 0.01 mol/L 塩酸試液, 2500 mL).

旋 光 度 $[\alpha]_D^{25}$: -27 ~ -33 ° (脱水物に換算したもの 0.5 g, アセトニトリル 25 mL に水を加えて 50 mL とした液, 20 mL, 100 mm).

pH 本品 0.1 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 1.6 ~ 2.6 である。

純度試験

(1) 溶状 別に規定する。

(2) 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)。

(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 2.5 % 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 別に規定する。

エンドトキシン 0.10 EU/mg (力値) 未満。

定 量 法 本品及び硫酸セフピロム標準品約 0.05 g (力値) 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 100 mL とする。この液 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに水を加えて正確に 20 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 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。

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

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
 $5 \mu\text{m}$ 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：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
 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

$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$: 278.01

本品は定量するとき、硫酸鉄 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 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、味は收れん性である。
 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。
 本品は乾燥空気中で風解しやすく、湿った空気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。

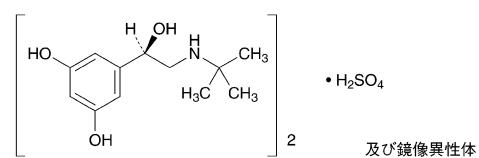
$$\begin{aligned} &0.02 \text{ mol/L 過マンガン酸カリウム液 } 1 \text{ mL} \\ &= 27.801 \text{ mg } \text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O} \end{aligned}$$

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



$(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$: 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 [$(\text{C}_{12}\text{H}_{19}\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$] 98.5 % 以上を含む。

性 状 本品は白色～帯褐白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、