

条に適合する。

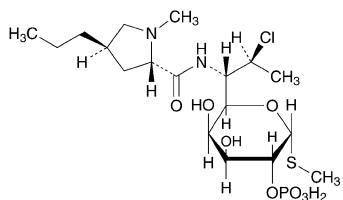
性 状 本品は白色～黄白色の粉末である。

本品は水に極めて溶けやすく、エタノール(95)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

リン酸クリンダマイシン

Clindamycin Phosphate

クリンダマイシンリン酸エステル



$C_{18}H_{34}ClN_2O_8PS$: 504.96

Methyl 7-chloro-6, 7, 8-trideoxy-6-[$(2S, 4R)$ -1-methyl-4-propylpyrrolidine-2-carboxamido]-1-thio-L-threo- α -D-galacto-octopyranoside 2-dihydrogenphosphate
[24729-96-2]

本品は日本抗生物質医薬品基準のリン酸クリンダマイシンの条に適合する。

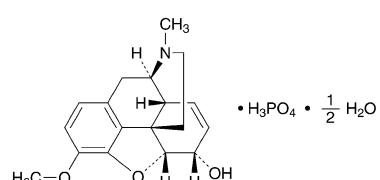
性 状 本品は白色～微黄白色の結晶性の粉末である。

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)又はジエチルエーテルにほとんど溶けない。

リン酸コデイン

Codeine Phosphate

コデインリン酸塩



$C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$: 406.37

(5R, 6S)-7, 8-Didehydro-4, 5-epoxy-3-methoxy-17-methylmorphinan-6-ol monophosphate hemihydrate
[41444-62-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、リン酸コデイン ($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$: 397.36) 98.0 % 以上を含む。

性 状 本品は白色～帶黃白色の結晶又は結晶性の粉末である。

本品は水又は酢酸(100)に溶けやすく、メタノール又はエタノール(95)に溶けにくく、ジエチルエーテルにほとんど溶けない。

本品 1.0 g を水 10 mL に溶かした液の pH は 3.0 ~

5.0 である。

本品は光によって変化する。

確認試験

(1) 本品の水溶液(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。

(2) 本品を 105 °C で 4 時間乾燥し、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) 本品の水溶液(1 → 20)はリン酸塩の定性反応(1)を呈する。

旋 光 度 $[\alpha]_D^{20}$: -98 ~ -102 ° (脱水物に換算したもの 0.4 g, 水, 20 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 塩化物 本品 0.5 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(0.021 % 以下)。

(2) 硫酸塩 本品 0.20 g をとり、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 1.0 mL を加える(0.240 % 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.20 g を 0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール(99.5)混液(4 : 1) 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、0.01 mol/L 塩酸試液/エタノール(99.5)混液(4 : 1)を加えて正確に 100 mL とし、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 10 μ L ずつを薄層クロマトグラフ用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄層板にスポットする。次にエタノール(99.5) /トルエン/アセトン/アンモニア水(28)混液(14 : 14 : 7 : 1)を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長 254 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット以外のスポットは、標準溶液から得たスポットより濃くない。

水 分 1.5 ~ 3.0 % (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

定 量 法 本品約 0.5 g を精密に量り、酢酸(100) 70 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する(指示薬: クリスタルバイオレット試液 3 滴)。ただし、滴定の終点は液の紫色が青色を経て帶緑青色に変わるとする。同様の方法で空試験を行い、補正する。

0.1 mol/L 過塩素酸 1 mL = 39.736 mg $C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4$

貯 法

保存条件 遮光して保存する。

容 器 気密容器。

リン酸コデイン散 1%

1% Codeine Phosphate Powder

コデインリン酸塩散 1%

リン酸コデイン 100 倍散

本品は定量するとき、リン酸コデイン($C_{18}H_{21}NO_3 \cdot H_3PO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$: 406.37) 0.90 ~ 1.10 % を含む。

製 法

| | |
|---------|--------|
| リン酸コデイン | 10 g |
| 乳 糖 | 適 量 |
| 全 量 | 1000 g |

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液(1→100)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283～287 nmに吸収の極大を示す。

定量法 本品約5 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、内標準溶液10 mLを正確に加え、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン(別途「リン酸コデイン」と同様の方法で水分を測定しておく)約0.05 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、内標準溶液10 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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コデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

$$\text{リン酸コデイン} (\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{脱水物に換算した定量用リン酸コデインの量 (mg)} \\ \times 1.0227 \times \frac{Q_T}{Q_S}$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液(3→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約4 mm、長さ15～25 cmのステンレス管に約5 μmの液体クロマトグラフ用オクタデシル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：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000)500 mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液でpH 3.0に調整する。この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを加えて混和する。

流量：コデインの保持時間が約10分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器

リン酸コデイン散 10%

10% Codeine Phosphate Powder

コデインリン酸塩散 10%

リン酸コデイン 10倍散

本品は定量するとき、リン酸コデイン(C₁₈H₂₁NO₃·H₃PO₄· $\frac{1}{2}$ H₂O:406.37)9.3～10.7%を含む。

製 法

| | |
|---------|--------|
| リン酸コデイン | 100 g |
| 乳 糖 | 適 量 |
| 全 量 | 1000 g |

以上をとり、散剤の製法により製する。

確認試験 本品の水溶液(1→1000)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283～287 nmに吸収の極大を示す。

定量法 本品約2.5 gを精密に量り、水に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加えた後、水を加えて20 mLとし、試料溶液とする。別に定量用リン酸コデイン(別途「リン酸コデイン」と同様の方法で水分を測定しておく)約0.05 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、内標準溶液10 mLを正確に加え、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液20 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コデインのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める。

$$\text{リン酸コデイン} (\text{C}_{18}\text{H}_{21}\text{NO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}) \text{ の量 (mg)} \\ = \text{脱水物に換算した定量用リン酸コデインの量 (mg)} \\ \times 1.0227 \times \frac{Q_T}{Q_S} \times 5$$

内標準溶液 塩酸エチレフリンの水溶液(3→10000)

操作条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：280 nm)

カラム：内径約4 mm、長さ15～25 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：ラウリル硫酸ナトリウム1.0 gを薄めたリン酸(1→1000)500 mLに溶かした後、水酸化ナトリウム試液でpH 3.0に調整する。この液240 mLにテトラヒドロフラン70 mLを加えて混和する。

流量：コデインの保持時間が約10分になるように調整する。

カラムの選定：標準溶液20 μLにつき、上記の条件で操作するとき、コデイン、内標準物質の順に溶出し、その分離度が4以上のものを用いる。

貯 法 容 器 気密容器

リン酸コデイン錠

Codeine Phosphate Tablets

コデインリン酸塩錠

本品は定量するとき、表示量の93～107%に対応するリン酸コデイン(C₁₈H₂₁NO₃·H₃PO₄· $\frac{1}{2}$ H₂O:406.37)を含む。

製 法 本品は「リン酸コデイン」をとり、錠剤の製法により製する。

確認試験 本品を粉末とし、表示量に従い「リン酸コデイン」0.1 gに対応する量をとり、水20 mLを加えて振り混ぜ、ろ過する。ろ液2 mLに水を加えて100 mLとした液につき、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283～287 nmに吸収の極大を示す。

定量法 本品20個以上をとり、その質量を精密に量り、粉末とする。リン酸コデイン(C₁₈H₂₁NO₃·H₃PO₄· $\frac{1}{2}$ H₂O)約0.1 gに対応する量を精密に量り、水30 mLを加えて振り混ぜた後、薄めた希硫酸(1→20)20 mLを加えて、