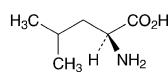


L-ロイシン

L-Leucine



C₆H₁₃NO₂ : 131.17

(2S)-2-Amino-4-methylpentanoic acid [61-90-5]

本品を乾燥したものは定量するとき、L-ロイシン (C₆H₁₃NO₂) 98.5 %以上を含む。

性状 本品は白色の結晶又は結晶性の粉末で、においはないか、又はわずかに特異なにおいがあり、味はわずかに苦い。

本品はギ酸に溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (95) にほとんど溶けない。

本品は希塩酸に溶ける。

確認試験 本品を乾燥し、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。

旋光度 [α]_D²⁰ : +14.5 ~ +16.0° (乾燥後、1 g, 6 mol/L 塩酸試液、25 mL, 100 mm).

pH 本品 1.0 g を水 100 mL に溶かした液の pH は 5.5~6.5 である。

純度試験

(1) 溶状 本品 0.5 g を 1 mol/L 塩酸試液 10 mL に溶かすとき、液は無色透明である。

(2) 塩化物 本品 0.5 g に水 40 mL 及び希硝酸 6 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.01 mol/L 塩酸 0.30 mL を加える (0.021 %以下)。

(3) 硫酸塩 本品 0.6 g に水 40 mL 及び希塩酸 1 mL を加えて溶かし、水を加えて 50 mL とする。これを検液とし、試験を行う。比較液には 0.005 mol/L 硫酸 0.35 mL を加える (0.028 %以下)。

(4) アンモニウム 本品 0.25 g をとり、試験を行う。比較液にはアンモニウム標準液 5.0 mL を用いる (0.02 %以下)。

(5) 重金属 本品 1.0 g をとり、第 4 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)。

(6) ヒ素 本品 1.0 g をとり、第 2 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)。

(7) 他のアミノ酸 本品 0.10 g をとり、水を加え、加温して溶かし、冷後、水を加えて 25 mL とし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 50 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水を加えて正確に 20 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 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 1-ブタノール/水/酢酸 (100) 混液 (3 : 1 : 1) を展開溶媒として約 10 cm 展開した後、薄

層板を 80 °C で 30 分間乾燥する。これにニンヒドリンのアセトン溶液 (1 → 50) を均等に噴霧した後、80 °C で 5 分間加熱するとき、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。

乾燥減量 0.30 %以下 (1 g, 105 °C, 3 時間)。

強熱残分 0.10 %以下 (1 g)。

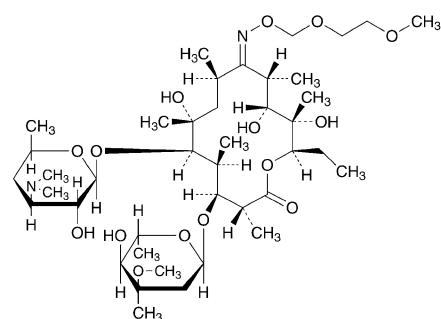
定量法 本品を乾燥し、その約 0.13 g を精密に量り、ギ酸 3 mL に溶かし、酢酸 (100) 50 mL を加え、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定する (電位差滴定法)。同様の方法で空試験を行い、補正する。

$$0.1 \text{ mol/L} \text{ 過塩素酸 } 1 \text{ mL} = 13.117 \text{ mg C}_6\text{H}_{13}\text{NO}_2$$

貯法 容器 密閉容器。

ロキシスロマイシン

Roxithromycin



C₄₁H₇₆N₂O₁₅ : 837.05

(2R,3S,4S,5R,6R,8R,10R,11R,12S,13R)-5-(3,4,6-Trideoxy-3-dimethylamino-β-D-xylo-hexopyranosyloxy)-3-(2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-methyl-α-L-ribo-hexopyranosyloxy)-6,11,12-trihydroxy-9-(2-methoxyethoxy)methoxyimino-2,4,6,8,10,12-hexamethylpentadecan-13-olide [80214-83-1]

本品は定量するとき、換算した脱水物 1 mg 当たり 970 μg (力価) 以上を含む。ただし、本品の力価は、ロキシスロマイシン (C₄₁H₇₆N₂O₁₅) としての量を質量 (力価) で示す。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトン又はエタノール (95) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験 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ロキシスロマイシン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。

旋光度 [α]_D²⁰ : -93 ~ -96° (脱水物に換算したもの 0.5 g, アセトン, 50 mL, 100 mm).

純度試験

(1) 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)。

(2) 類縁物質 本品 0.040 g を正確に量り、移動相 A に溶かして正確に 10 mL とし、試料溶液とする。別に、ロキシスロマイシン標準品 0.020 g を正確に量り、移動相 A に溶かし、正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、移動相 A を加え正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ 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、試料溶液のロキシスロマイシンに対する相対保持時間が約 1.05 のピークの面積は標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 2 倍より大きくない。また、ロキシスロマイシン及びロキシスロマイシンに対する相対保持時間が 1.05 のピーク以外の各々のピーク面積は、標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積より大きくなく、試料溶液のロキシスロマイシン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 6 倍より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ 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 A：リン酸二水素アンモニウム溶液 (17 → 100) 200 mL に水 510 mL を加え、2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する。この液にアセトニトリル 315 mL を加える。

移動相 B：アセトニトリル/水混液 (7 : 3)

移動相の送液：移動相 A 及び移動相 B の混合比を次のように変えて濃度勾配を制御する。

試料注入から の時間 (分)	移動相 A (%)	移動相 B (%)
0~38	100	0
38~39	100~90	0~10
39~80	90	10

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 21 分になるように調整する。

システム適合性

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、移動相 A を加えて正確に 10 mL とする。この液 20 μ L から得たロキシスロマイシンのピーク面積が、標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の 15 ~ 25 % になることを確認する。

システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び N-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり、移動相 A に溶かして 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、N-デメチルロキシスロマイシン、ロキシスロマイシンの順に溶出し、その分離度は 6 以上である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 5 回繰り返すとき、ロキシスロマイシンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0 % 以下である。

水分 3.0 % 以下 (0.3 g、容量滴定法、直接滴定)。

強熱残分 0.1 % 以下 (1 g)。

定量法 本品及びロキシスロマイシン標準品約 0.02 g (力値) に対応する量を精密に量り、それを移動相に溶かして正確に 10 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 μ 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い、それぞれの液のロキシスロマイシンのピーク面積 A_T 及び A_s を求める。

ロキシスロマイシン ($C_{15}H_{17}NaO_3$) の量 [μ g (力値)]

$$= \text{ロキシスロマイシン標準品の量 [mg (力値)]} \\ \times \frac{A_T}{A_s} \times 1000$$

試験条件

検出器：紫外吸光光度計（測定波長：205 nm）

カラム：内径 4.6 mm、長さ 25 cm のステンレス管に 5 μ 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溶液 (17 → 100) 200 mL に水 510 mL を加え、2 mol/L 水酸化ナトリウム試液で pH を 5.3 に調整する。この液にアセトニトリル 315 mL を加える。

流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約 11 分になるように調整する。

システム適合性

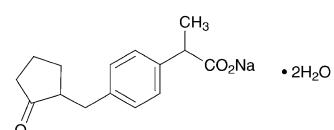
システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び N-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり、移動相に溶かして 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、N-デメチルロキシスロマイシン、ロキシスロマイシンの順に溶出し、その分離度は 6 以上で、ロキシスロマイシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である。

システムの再現性：標準溶液 20 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ロキシスロマイシン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。

ロキソプロフェンナトリウム

Loxoprofen Sodium



$C_{15}H_{17}NaO_3 \cdot 2H_2O$: 304.31

Monosodium 2-[4-(2-oxocyclopentylmethyl)phenyl]propanoate dihydrate [80382-23-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ロキソプロフェンナトリウム ($C_{15}H_{17}NaO_3$: 268.28) 98.5 % 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