

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

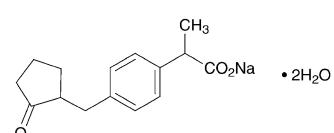
システムの性能：ロキシスロマイシン標準品及び N-デメチルロキシスロマイシン 5 mg をとり、移動相に溶かして 100 mL とする。この液 20 μ L につき、上記の条件で操作するとき、N-デメチルロキシスロマイシン、ロキシスロマイシンの順に溶出し、その分離度は 6 以上で、ロキシスロマイシンのピークのシンメトリー係数は 1.5 以下である。

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

る。

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

本品の水溶液(1→20)は旋光性を示さない。

本品1.0gを新たに煮沸して冷却した水20mLに溶かした液のpHは6.5~8.5である。

確認試験

(1) 本品の水溶液(1→55000)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→10)はナトリウム塩の定性反応を呈する。

純度試験

(1) 溶状 本品1.0gを水10mLに溶かすとき、液は無色~微黄色澄明で、その色は薄めた色の比較液A(1→2)より濃くない。

(2) 重金属 本品2.0g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2.0mLを加える(10ppm以下)。

(3) 類縁物質 本品1.0gをメタノール10mLに溶かし、試料溶液とする。この液1mLを正確に量り、メタノールを加えて正確に200mL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10μL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1,2-ジクロロエタン/酢酸(100)混液(9:1)を展開溶媒として約15cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254nm)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 11.0~13.0%(0.2g、容量滴定法、直接滴定)。

定量法 本品約0.06gを精密に量り、薄めたメタノール(3→5)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、内標準溶液10mLを正確に加え、更に薄めたメタノール(3→5)を加えて100mLとし、試料溶液とする。別にロキソプロフェン標準品をデシケーター(減圧、60°C)で3時間乾燥し、その約0.05gを精密に量り、薄めたメタノール(3→5)に溶かし、正確に100mLとする。この液5mLを正確に量り、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10μL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ロキソプロフェンのピーク面積の比Q_r及びQ_sを求める。

ロキソプロフェンナトリウム(C₁₅H₁₇NaO₃)の量(mg)

$$= \text{ロキソプロフェン標準品の量(mg)} \times \frac{Q_r}{Q_s} \times 1.0892$$

内標準溶液 安息香酸エチルの薄めたメタノール(3→5)溶液(7→50000)

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：222nm)

カラム：内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5μm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：40°C付近の一定温度

移動相：メタノール/水/酢酸(100)/トリエチルアミン混液(600:400:1:1)

流量：ロキソプロフェンの保持時間が約7分になるよう調整する。

システム適合性

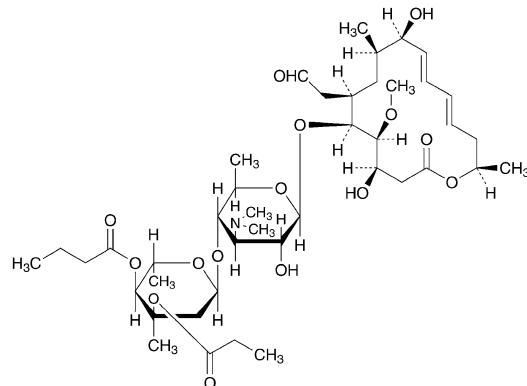
システムの性能：標準溶液10μLにつき、上記の条件で操作するとき、ロキソプロフェン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は10以上である。

システムの再現性：標準溶液10μLにつき、上記の条件で試験を5回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積に対するロキソプロフェ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。

ロキタマイシン

Rokitamycin



C₄₂H₆₉NO₁₅: 827.99

(3R, 4S, 5S, 6R, 8R, 9R, 10E, 12E, 15R)-5-[O-(4-O-Butyryl-2,6-dideoxy-3-C-methyl-3-O-propionyl-α-L-ribohexopyranosyl)-(1→4)-3,6-dideoxy-3-dimethylamino-β-D-glucopyranosyloxy]-6-formylmethyl-3,9-dihydroxy-4-methoxy-8-methylhexadeca-10,12-dien-15-olate
[74014-51-0]

本品は定量するとき、換算した脱水物1mg当たり900μg(力価)以上を含む。ただし、本品の力価はロキタマイシン(C₄₂H₆₉NO₁₅)としての量を質量(力価)で示す。

性 状 本品は、白色~帶黃白色の粉末で、味は苦い。

本品は、メタノール又はクロロホルムに極めて溶けやすく、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

(1) 本品のメタノール溶液(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ロキタマイシン標準品に