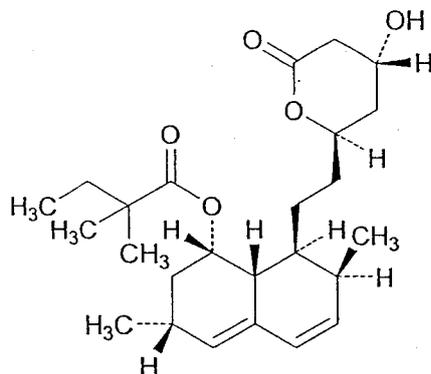


シンバスタチン

Simvastatin



$C_{25}H_{38}O_5$: 418.57

(1*S*,3*R*,7*S*,8*S*,8*aR*)-8-{2-[(2*R*,4*R*)-4-Hydroxy-6-oxotetrahydro-2*H*-pyran-2-yl]ethyl}-3,7-dimethyl-1,2,3,7,8,8*a*-hexahydronaphthalen-1-yl 2,2-dimethylbutanoate
[79902-63-9]

本品は定量するとき、換算した乾燥物に対し、シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) 98.0 ~ 101.0 %を含む。
本品には適当な抗酸化剤を加えることができる。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品はアセトニトリル、メタノール又はエタノール (99.5) に溶けやすく、水にほとんど溶けない。

確認試験

(1) 本品のアセトニトリル溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) 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シンバスタチン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、両者のスペクトルは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 (2.25) 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シンバスタチ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 (2.49) $[\alpha]_D^{20}$: +285 ~ +300° (乾燥物に換算したもの 50 mg, アセトニトリル, 10 mL, 100 mm) .

純度試験

(1) 溶状 本品 1 g をメタノール 10 mL に溶かすとき、液は澄明である。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 440 nm における吸光度は 0.10 以下である。

(2) 重金属 (1.07) 本品 1.0 g をとり、硫酸 2 mL を加え、弱く加熱して炭化する。冷後、硝酸 2 mL 及び硫酸 1 mL を加え、白煙が生じなくなるまで弱く加熱した後、500 ~ 600°C で強熱し、灰化する。灰化が不十分なときには、更に硝酸 0.5 mL を加え、同様に弱く加熱した後、500 ~ 600°C で強熱し、完全に灰化する。冷後、塩酸 2 mL を加え、以下第 2 法により操作し、試験を行う。ただし、比較液は検液の調製と同量の試薬を用いて同様に操作し、鉛標準液 2.0 mL 及び水を加えて 50 mL とする (20 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 30 mg をアセトニトリル/pH4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3 : 2) 20 mL に溶かし、試料溶液とする。試料溶液 5 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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それらの量を求めるとき、シンバスタチンに対する相対保持時間約 0.45, 約 0.80, 約 2.42 及び約 3.80 のピークの量はそれぞれ 0.2% 以下、相対保持時間約 2.38 のピークの量は 0.3% 以下、相対保持時間約 0.60 のピークの量は 0.4% 以下であり、シンバスタチン及び上記のピーク以外のピークの量は 0.1% 以下である。また、シンバスタチン及びシンバスタチンに対する相対保持時間約 0.60 以外のピークの合計量は 1.0% 以下である。

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は定量法の試験条件を準用する。

移動相 A : 薄めたリン酸 (1 → 1000) / 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1 : 1)

移動相 B : リン酸の液体クロマトグラフィー用アセトニトリル溶液 (1 → 1000)

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制御する。

注入後の時間 (分)	移動相 A (vol%)	移動相 B (vol%)
0 ~ 4.5	100	0
4.5 ~ 4.6	100 → 95	0 → 5
4.6 ~ 8.0	95 → 25	5 → 75
8.0 ~ 11.5	25	75

流量：毎分 3.0 mL

面積測定範囲：シンバスタチンの保持時間の約 5 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：試料溶液 0.5 mL を正確に量り、アセトニトリル/pH4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) を加えて正確に 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 2 mL を正確に量り、アセトニトリル/pH4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) を加えて正確に 10 mL とする。この液 5 μ L から得たシンバスタチンのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のシンバスタチンのピーク面積の 16 ~ 24% 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 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シンバスタチンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60°C, 3 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g)。

定量法 本品及びシンバスタチン標準品 (別途本品と同様の条件で乾燥減量 (2.41) を測定しておく) 約 30 mg ずつを精密に量り、それぞれをアセトニトリル/pH4.0 の 0.01 mol/L リン酸二水素カリウム試液混液 (3:2) に溶かし、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 5 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のシンバスタチンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

シンバスタチン ($C_{25}H_{38}O_5$) の量 (mg) = $W_S \times (A_T/A_S)$

W_S ：乾燥物に換算したシンバスタチン標準品の秤取量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：238 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 33 mm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフィー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：薄めたリン酸 (1 → 1000) / 液体クロマトグラフィー用アセトニトリル混液 (1:1)

流量：シンバスタチンの保持時間が約 3 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：ロバスタチン 3 mg を標準溶液 2 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ロバスタチン、シンバスタチンの順に溶出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、シンバスタチ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 空気を「窒素」で置換して保存する。

容器 気密容器。

注射用ストレプトマイシン硫酸塩

Streptomycin Sulfate for Injection

注射用硫酸ストレプトマイシン

本品は用時溶解して用いる注射剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 110.0% に対応するストレプトマイシン ($C_{21}H_{39}N_7O_{12}$: 581.57) を含む。

製法 本品は「ストレプトマイシン硫酸塩」をとり、注射剤の製法により製する。

性状 本品は白色又は淡黄白色の塊又は粉末である。

確認試験 「ストレプトマイシン硫酸塩」の確認試験 (2) を準用する。

浸透圧比 別に規定する。

pH (2.54) 本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」2.0 g (力価) に対応する量を水 10 mL に溶かした液の pH は 5.0 ~ 7.0 である。

純度試験 溶状 本品の表示量に従い「ストレプトマイシン硫酸塩」1.0 g (力価) に対応する量をとり、水 3 mL に溶かすとき、液は澄明である。また、この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 400 nm における吸光度は 0.50 以下である。

乾燥減量 (2.41) 4.0 % 以下 (0.5 g, 減圧・0.67 kPa 以下, 60°C, 3 時間)。

エンドトキシン (4.01) 0.10 EU/mg (力価) 未満。

製剤均一性 (6.02) 質量偏差試験を行うとき、適合する。

不溶性異物 (6.06) 第 2 法により試験を行うとき、適合する。

不溶性微粒子 (6.07) 試験を行うとき、適合する。

無菌 (4.06) メンブランフィルター法により試験を行うとき、適合する。

定量法 次の条件に従い、抗生物質の微生物学的力価試験法 (4.02) の円筒平板法により試験を行う。

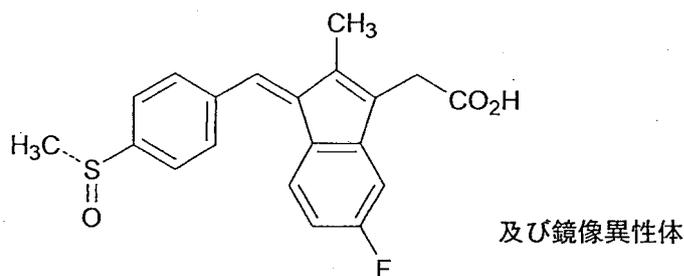
(i) 試験菌、培地及び標準溶液は「ストレプトマイシン硫酸塩」の定量法を準用する。

(ii) 試料溶液 本品 10 個以上をとり、内容物の質量を精密に量る。「ストレプトマイシン硫酸塩」約 1 g (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かして正確に 200 mL とする。この液適量を正確に量り、pH8.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 1 mL 中に 8 μ g (力価) 及び 2 μ g (力価) を含む液を調製し、高濃度試料溶液及び低濃度試料溶液とする。

貯法 容器 密封容器。

スリンダク

Sulindac



$C_{20}H_{17}FO_3S$: 356.41

(1Z)-(5-Fluoro-2-methyl-1-{4-[(*RS*)-methylsulfinyl]benzylidene}-1*H*-inden-3-yl)acetic acid
[38194-50-2]

本品を乾燥したものは定量するとき、スリンダク ($C_{20}H_{17}FO_3S$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は黄色の結晶性の粉末である。

本品はメタノール又はエタノール (99.5) にやや溶けにくく、水にほとんど溶けない。

本品のメタノール溶液 (1 → 100) は施光性を示さない。

融点：約 184°C (分解)。

確認試験

(1) 本品 15 mg を塩酸のメタノール溶液 (1 → 120) 1000 mL に溶かした液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) 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、両者のスペクトルは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 (2.25) 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。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 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) ヒ素 (1.11) 本品 1.0 g をとり、第 3 法により検液を調製し、試験を行う (2 ppm 以下)。

(3) 類縁物質 本品 0.25 g をとり、メタノール 10 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 5 mL、4 mL 及び 2 mL を正確に量りそれぞれにメタノールを加えて正確に 10 mL とし、標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) とする。これらの液につき、薄層クロマトグラフィー (2.03) により試験を行う。試料溶液、標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) 4 μ L ずつを薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いて調製した薄層板にスポットする。次に酢酸エチル/酢酸 (100) 混液 (97 : 3) を展開溶媒として、約 17 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 (1) から得たスポットより濃くない。また、試料溶液から得た主スポット以外のスポットの量を標準溶液 (1)、標準溶液 (2) 及び標準溶液 (3) から得たそれぞれのスポットと比較して求めるとき、その合計量は 1.0% 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

乾燥減量 (2.41) 0.5% 以下 (1 g, 減圧・0.7 kPa 以下, 100°C, 2 時間)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g, 白金るつぼ)。

定量法 本品を乾燥し、その約 0.3 g を精密に量り、メタノール 50 mL に溶かし、0.1 mol/L 水酸化ナトリウム液で滴定 (2.50) 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 mol/L 水酸化ナトリウム液 1 mL = 35.64 mg $C_{20}H_{17}FO_3S$

貯法 容器 気密容器。

シロップ用セファトリジンプロピレングリコール

Cefatrizine Propylene Glycolate for Syrup

セファトリジンプロピレングリコールドライシロップ

シロップ用セファトリジン

本品は用時溶解して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 105.0% に対応するセファトリジン ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$: 462.50) を含む。

製法 本品は「セファトリジンプロピレングリコール」をとり、シロップ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「セファトリジンプロピレングリコール」10 mg (力価) に対応する量を取り、水 10 mL に溶かす。この液 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 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 225 ~ 229 nm 及び 266 ~ 271 nm に吸収の極大を示す。

pH (2.54) 本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」0.4 g (力価) に対応する量を取り、水 10 mL に懸濁した液の pH は 4.0 ~ 6.0 である。

純度試験 類縁物質 定量法の試料溶液を試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、水を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、試料溶液のセファトリジンのピーク以外のピークの面積は、標準溶液のセファトリジンのピーク面積より大きくない。また、試料溶液のセファトリジンのピーク以外のピークの合計面積は、標準溶液のセファトリジンのピーク面積の 2 倍より大きくない。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セファトリジンプロピレングリコール」の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トリジンの保持時間の約 2.5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法のシステム適合性を準用する。

検出の確認：標準溶液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たセファトリジンのピーク面積が、標準溶液のセファトリジンのピーク面積の 15 ~ 25% になることを確認する。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは質量偏差試験を行うとき、適合する。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85% 以上である。

本品の表示量に従い「セファトリジンプロピレングリコール」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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 25 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のセファトリジンのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

セファトリジン ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2$) の表示量に対する溶出率 (%) = $(W_S/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 360$

W_S : セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量 [mg (力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C: 1 g 中のセファトリジンプロピレングリコール ($C_{18}H_{18}N_6O_5S_2 \cdot C_3H_8O_2$) の表示量 [mg (力価)]

試験条件

検出器、カラム及びカラム温度は「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法の試験条件を準用する。

移動相：リン酸二水素カリウム溶液 (17 → 12500)/メタノール混液 (4:1)

流量：セファトリジンの保持時間が約 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セファトリジンのピークの理論段数及びシンメトリ係数は、それぞれ 3000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μL につき, 上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき, セファトリジンのピーク面積の相対標準偏差は 1.0% 以下である.

定量法 本品を粉末とし, 「セファトリジンプロピレングリコール」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り, 水に溶かして正確に 500 mL とし, 試料溶液とする. 別にセファトリジンプロピレングリコール標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り, 水に溶かして正確に 100 mL とし, 標準溶液とする. 以下「セファトリジンプロピレングリコール」の定量法を準用する.

セファトリジン ($\text{C}_{18}\text{H}_{18}\text{N}_6\text{O}_5\text{S}_2$) の量 [mg (力価)] = $W_s \times (A_T / A_S) \times 5$

W_s : セファトリジンプロピレングリコール標準品の秤取量 [mg (力価)]

貯法 容器 気密容器.

シロップ用セファレキシシ

Cefalexin for Syrup

セファレキシンドライシロップ

本品は用時溶解又は懸濁して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の90.0～110.0%に対応するセファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S : 347.39)を含む。

製法 本品は「セファレキシシ」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品の表示量に従い「セファレキシシ」3 mg (力価) に対応する量を取り、水に溶かし、100 mLとする。この液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により吸収スペクトルを測定するとき、波長260～264 nmに吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 5.0%以下(0.4 g, 容量滴定法, 逆滴定)。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3 V/5 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、1 mL中に「セファレキシシ」約1 mg (力価)を含む液となるようにpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確にV mLとし、遠心分離する。上澄液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、試料溶液とする。以下定量法を準用する。

セファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の量[mg(力価)] = $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/20)$

W_s : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1 → 15000)

溶出性 (6.10) 試験液に水900 mLを用い、パドル法により、毎分50回転で試験を行うとき、本品の15分間の溶出率は80%以上である。

本品の表示量に従い「セファレキシシ」約0.25 g (力価)に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液20 mL以上をとり、孔径0.5 μm以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10 mLを除き、次のろ液2 mLを正確に量り、水を加えて正確に25 mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約22 mg (力価)に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法(2.24)により試験を行い、波長262 nmにおける吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の表示量に対する溶出率(%) = $(W_s/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 1125$

W_s : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

W_T : 本品の秤取量(g)

C : 1 g中のセファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の表示量[mg(力価)]

定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セファレキシシ」約0.1 g (力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液60 mLを加えて10分間激しく振り混ぜた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて正確に100 mLとし、遠心分離する。上澄液2 mLを正確に量り、内標準溶液10 mLを正確に加え、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、試料溶液とする。別にセファレキシシ標準品約20 mg (力価)に対応する量を精密に量り、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、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を正確に加えた後、pH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液10 μLにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー(2.01)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レキシシのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セファレキシシ(C₁₆H₁₇N₃O₄S)の量[mg(力価)] = $W_s \times (Q_T/Q_S) \times 5$

W_s : セファレキシシ標準品の秤取量[mg(力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンのpH 4.5の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(1 → 15000)

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3.0 mm, 長さ7.5 cmのステンレス管に3 μmの液体クロマトグラフィー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℃付近の一定温度

移動相：リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 1000 mL に溶かし、薄めたリン酸 (3 → 500) を加えて pH 3.0 に調整する。この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量：セファレキシンの保持時間が約 6 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 10 μ L につき、上記の条件で操作するとき、セファレキシンの内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性：標準溶液 10 μ L 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レキシ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

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。

セファレキシンカプセル

Cefalexin Capsules

本品は定量するとき、表示された力価の93.0 ~ 107.0%に対応するセファレキシン(C₁₆H₁₇N₃O₄S : 347.39)を含む。

製法 本品は「セファレキシン」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セファレキシン」70 mg (力価) に対応する量を取り、水 25 mL を加えて5分間激しく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 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 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 260 ~ 264 nm に吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 10.0%以下 (0.2g, 容量滴定法, 逆滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品1個をとり、カプセルを開いて pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 3V/5mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、1 mL 中に「セファレキシン」約 1.25 mg (力価) を含む液となるように、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約 25 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、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 を正確に加えた後、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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レキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セファレキシン (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の量 [mg (力価)] = $W_S \times (Q_T/Q_S) \times (V/20)$

W_S : セファレキシン標準品の秤取量 [mg (力価)]

内標準溶液 m-ヒドロキシアセトフェノンの pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

試験条件

定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能: 標準溶液 10 μL につき、上記の条件で操作するとき、セファレキシン、内標準物質の順に溶出し、その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 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レキシンのピーク面積の比の相対標準偏差は 1.0% 以下である。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、125 mg (力価) カプセルの 30 分間の溶出率は 75% 以上であり、250 mg (力価) カプセルの 60 分間の溶出率は 80% 以上である。

本品1個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「セファレキシン」約 22 μg (力価) を含む液となるように水を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、水に溶かし、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 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 262 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セファレキシン (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の表示量に対する溶出率 (%) = $W_S \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 90$

W_S : セファレキシン標準品の秤取量 [mg (力価)]

C: 1 カプセル中のセファレキシン (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の表示量 [mg (力価)]

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末とする。「セファレキシン」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 60 mL を加えて 10 分間激しく振り混ぜた後、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とし、遠心分離する。上澄液 2 mL を正確に量り、内標準溶液 10 mL を正確に加え、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、試料溶液とする。別にセファレキシン標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、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 を正確に加えた後、pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 100 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 10 μL につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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レキシンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セファレキシン (C₁₆H₁₇N₃O₄S) の量 [mg (力価)] = $W_S \times (Q_T/Q_S) \times 5$

W_s : セファレキシシン標準品の秤取量 [mg (力価)]

内標準溶液 *m*-ヒドロキシアセトフェノンの pH4.5 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液溶液 (1 → 15000)

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 3.0 mm, 長さ 7.5 cm のステンレス管に 3 μ m の液体クロマトグラフィー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: リン酸二水素カリウム 2.72 g を水 1000 mL に溶かし, 薄めたリン酸 (3 → 500) を加えて pH3.0 に調整する。この液 800 mL にメタノール 200 mL を加える。

流量: セファレキシシンの保持時間が約 6 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 10 μ L につき, 上記の条件で操作するとき, セファレキシシン, 内標準物質の順に溶出し, その分離度は 8 以上である。

システムの再現性: 標準溶液 10 μ L 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レキシシ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。

セフィキシムカプセル

Cefixime Capsules

本品は定量するとき、表示された力価の 90.0 ~ 105.0% に対応するセフィキシム ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$: 453.45) を含む。

製法 本品は「セフィキシム」をとり、カプセル剤の製法により製する。

確認試験 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セフィキシム」70 mg (力価) に対応する量を取り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過する。ろ液 1 mL をとり、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて 50 mL とする。この液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 286 ~ 290 nm に吸収の極大を示す。

純度試験 類縁物質 本品の内容物を取り出し、表示量に従い「セフィキシム」0.1 g (力価) に対応する量を取り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 100 mL を加え、30 分間振り混ぜた後、ろ過し、ろ液を試料溶液とする。試料溶液 10 μ L につき、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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それらの量を求めるとき、セフィキシム以外のピークの量は 1.0% 以下であり、セフィキシム以外のピークの合計量は 2.5% 以下である。

試験条件

検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する。

面積測定範囲は「セフィキシム」の純度試験の試験条件を準用する。

システム適合性

検出の確認：試料溶液 1 mL を正確に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 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、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 10 mL とする。この液 10 μ L から得たセフィキシムのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフィキシムのピーク面積の 7 ~ 13% となることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 10 mL につき、上記の条件で操作するとき、セフィキシムの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 10 mL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

水分 (2.48) 12.0% 以下 (内容物 0.1g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品 1 個をとり、内容物を取り出し、内容物及びカプセルに pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 7V/10 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、1 mL 中に「セフィキシム」約 1 mg (力価) を含む液となるように pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に V mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「セフィキシム」の定量法を準用する。

セフィキシム ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) の量 [mg (力価)] = $W_s \times (A_T/A_S) \times (V/20)$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg (力価)]

溶出性 (6.10) 試験液に pH7.5 のリン酸水素二ナトリウム・クエン酸緩衝液 900 mL を用い、シンカーを使用して、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、50 mg (力価) カプセルの 60 分間の溶出率及び 100 mg (力価) カプセルの 90 分間の溶出率はそれぞれ 80% 以上である。

本品 1 個をとり、試験を開始し、規定された時間に溶出液 20 mL 以上をとり、孔径 0.5 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10 mL を除き、次のろ液 V' mL を正確に量り、表示量に従い 1 mL 中に「セフィキシム」約 56 μ g (力価) を含む液となるように試験液を加えて正確に V' mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 28 mg (力価) に対応する量を精密に量り、試験液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 4 mL を正確に量り、試験液を加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 20 μ L ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) により試験を行い、それぞれの液のセフィキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

セフィキシム ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) の表示量に対する溶出率 (%) = $W_s \times (A_T/A_S) \times (V'/V) \times (1/C) \times 180$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg (力価)]

C: 1 カプセル中の「セフィキシム」の表示量 [mg (力価)]

試験条件

「セフィキシム」の定量法の試験条件を準用する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 20 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 4000 段以上、2.0 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、セフィキシムのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

定量法 本品 20 個以上をとり、内容物を取り出し、その質量を精密に量り、粉末にする。「セフィキシム」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液 70 mL を加えて 30 分間振り混ぜた後、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 100 mL とする。この液を遠心分離し、上澄液 10 mL を正確に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液を加えて正確に 50 mL とし、試料溶液とする。別にセフィキシム標準品約 20 mg (力価) に対応する量を精密に量り、pH7.0 の 0.1 mol/L リン酸塩緩衝液に溶かし、正確に 100 mL とし、標準溶液とする。以下「セフィキシム」の定量法を準用する。

セフィキシム ($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$) の量 [mg (力価)] = $W_s \times (A_T/A_S) \times 5$

W_s : セフィキシム標準品の秤取量 [mg (力価)]

貯法 容器 気密容器。

シロップ用セフロキサジン

Cefroxadine for Syrup

セフロキサジンドライシロップ

本品は用時懸濁して用いるシロップ剤である。

本品は定量するとき、表示された力価の93.0～107.0%に対応するセフロキサジン(C₁₆H₁₉N₃O₅S : 365.40)を含む。

製法 本品は「セフロキサジン水和物」をとり、シロップ剤の製法により製する。

確認試験 本品を必要ならば粉末とし、表示量に従い「セフロキサジン水和物」2 mg (力価) に対応する量を取り、0.001 mol/L 塩酸試液 100 mL を加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により吸収スペクトルを測定するとき、波長 267～271 nm に吸収の極大を示す。

水分 (2.48) 4.5%以下 (0.1 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

製剤均一性 (6.02) 分包したものは、次の方法により含量均一性試験を行うとき、適合する。

本品1包をとり、内容物の全量を取り出し、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) 4 V/5 mL を加えて15分間よく振り混ぜた後、「セフロキサジン水和物」50 mg (力価) 当たり内標準溶液 5 mL を正確に加え、1 mL 中に「セフロキサジン水和物」約 0.25 mg (力価) を含む液になるように希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて V mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の量 [mg (力価)] = $W_s \times (Q_T/Q_S) \times (V/200)$

W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg (力価)]

内標準溶液 バニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 100 mL とする。

溶出性 (6.10) 試験液に水 900 mL を用い、パドル法により、毎分 50 回転で試験を行うとき、本品の 15 分間の溶出率は 85% 以上である。

本品の表示量に従い「セフロキサジン水和物」約 0.1 g (力価) に対応する量を精密に量り、試験を開始し、規定された時間に溶出液 10 mL 以上をとり、孔径 0.8 μm 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 5 mL を除き、次のろ液 4 mL を正確に量り、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 20 mL とし、試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 22 mg (力価) に対応する量を精密に量り、0.1 mol/L 塩酸試液に溶かし、正確に 100 mL とする。この液 5 mL を正確に量り、水 10 mL を加えた後、0.1 mol/L 塩酸試液を加えて正確に 50 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行い、波長 267 nm における吸光度 A_T 及び A_S を測定する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量に対する溶出率 (%) = $(W_s/W_T) \times (A_T/A_S) \times (1/C) \times 450$

W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg (力価)]

W_T : 本品の秤取量 (g)

C : 1 g 中のセフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の表示量 [mg (力価)]

定量法 本品を必要ならば粉末とし、「セフロキサジン水和物」約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) 160 mL を加えて 15 分間よく振り混ぜた後、内標準溶液 5 mL を正確に加え、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とする。この液を孔径 0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料溶液とする。別にセフロキサジン標準品約 50 mg (力価) に対応する量を精密に量り、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) に溶かし、内標準溶液 5 mL を正確に加えた後、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 200 mL とし、標準溶液とする。以下「セフロキサジン水和物」の定量法を準用する。

セフロキサジン (C₁₆H₁₉N₃O₅S) の量 [mg (力価)] = $W_s \times (Q_T/Q_S)$

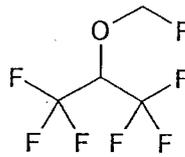
W_s : セフロキサジン標準品の秤取量 [mg (力価)]

内標準溶液 バニリン 1.6 g をメタノール 5 mL に溶かし、希酢酸/リン酸混液 (500 : 1) を加えて 100 mL とする。

貯法 容器 気密容器。

セボフルラン

Sevoflurane



$C_4H_3F_7O$: 200.05

1,1,1,3,3,3-Hexafluoro-2-fluoromethoxypropane

[28523-86-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、セボフルラン ($C_4H_3F_7O$) 99.0 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は無色澄明の流動しやすい液である。

本品は水に極めて溶けにくい。

本品はエタノール (99.5) と混和する。

本品は揮発性で、引火性はない。

屈折率 n_D^{20} : 1.2745 ~ 1.2760

沸点 : 約 58.6°C

確認試験 本品約 1 μ L を 10 cm の長さの光路を持つ気体セルにとり、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) の気体試料測定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ボフルラ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。

比重 (2.56) d_{20}^{20} : 1.510 ~ 1.530

純度試験

(1) 酸又はアルカリ 本品 50 mL に新たに煮沸し冷却した水 50 mL を加え、3 分間激しく振り混ぜた後、水層を分取し、試料溶液とする。試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム液 0.10 mL を加えるとき、液の色は赤紫色である。また、試料溶液 20 mL にプロモクレゾールパープル試液 1 滴及び 0.01 mol/L 塩酸 0.6 mL を加えるとき、液の色は黄色である。

(2) 可溶性フッ化物 本品 6 g をとり、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 \rightarrow 20) 12 mL を加え、10 分間振り混ぜた後、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 \rightarrow 20) 層 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (III) 試液混液 (1 : 1 : 1) 30 mL を加え、水を加えて 50 mL とした後 60 分間放置し、試料溶液とする。別にフッ素標準溶液 0.2 mL 及び薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 \rightarrow 20) 4.0 mL をとり、ネスラー管に入れ、アリザリンコンプレキソン試液/pH4.3 の酢酸・酢酸カリウム緩衝液/硝酸セリウム (III) 試液混液 (1 : 1 : 1) 30 mL を加え、以下試料溶液と同様に操作し、標準溶液とする。これらの液につき、薄めた 0.01 mol/L 水酸化ナトリウム試液 (1 \rightarrow 20) 4.0 mL を用いて同様に操作して得た液を対照とし、紫外可視吸光度測定法 (2.24) により試験を行うとき、波長 600 nm における試料溶液の吸光度は、標準溶液の吸光度より大きくない (1 ppm 以下)。

フッ素標準溶液：フッ化ナトリウム 2.21 g を正確に量り、水に溶かして正確に 1000 mL とする。この液 10 mL を正確に量り、水を加えて正確に 1000 mL とする。この液 1 mL はフッ素 (F) 0.01 mg を含む。

(3) 類縁物質 本品 2 μ L につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行う。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それらの量を求めるとき、セボフルランに対する相対保持時間約 0.84 のヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテルの量は 0.005% 以下であり、セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの量はそれぞれ 0.0025% 以下である。また、セボフルラン及びヘキサフルオロイソプロピルメチルエーテル以外のピークの合計量は 0.005% 以下である。

試験条件

検出器、カラム、注入口温度、検出器温度、キャリアーガス及びスプリット比は定量法の試験条件を準用する。

カラム温度：40°C 付近の一定温度で注入し、10 分間保った後、200°C になるまで 1 分間に 10°C の割合で昇温し、200°C 付近の一定温度に保つ。

流量：セボフルランの保持時間が約 7 分になるように調整する。

面積測定範囲：セボフルランの保持時間の約 6 倍の範囲

システム適合性

検出の確認：本品 20 μL を量り、*o*-キシレンを加えて 20 mL とする。この液 1 mL に *o*-キシレンを加えて 20 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、*o*-キシレンを加えて正確に 10 mL とする。この液 2 μL から得たセボフルランのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセボフルランのピーク面積の 7 ~ 13% になることを確認する。

システムの性能：システム適合性試験用溶液 2 μL につき、上記の条件で操作するとき、セボフルランのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 6000 段以上、1.5 以下である。

システムの再現性：システム適合性試験用溶液 2 μL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、セボフルランのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

(4) 残留溶媒 別に規定する。

(5) 蒸発残留物 本品 10 mL を正確に量り、水浴上で蒸発した後、残留物を 105°C で 2 時間乾燥するとき、その量は 1.0 mg 以下である。

水分 (2.48) 0.04 ~ 0.2 w/v % (5 mL, 容量滴定法, 直接滴定)。

定量法 本品及びセボフルラン標準品 (別途本品と同様の方法で水分 (2.48) を測定しておく) 5 mL ずつを正確に量り、それぞれに内標準物質としてジメトキシメタン 5 mL ずつを正確に加え、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 1 μL につき、次の条件でガスクロマトグラフィー (2.02) により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するセボフルランのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求める。

セボフルラン ($\text{C}_4\text{H}_3\text{F}_7\text{O}$) の量 (mg) = $V_s \times (Q_T / Q_S) \times 1000 \times 1.521$

V_s : 脱水物に換算した標準品の秤取量 (mL)

1.521 : セボフルランの比重 (d_{20}^{20})

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径 0.32 mm, 長さ 30 m のフューズドシリカ管の内面にガスクロマトグラフィー用シアノプロピルメチルフェニルシリコーンを厚さ 1.8 μm で被覆する。

カラム温度：40°C

注入口温度：200°C 付近の一定温度

検出器温度：225°C 付近の一定温度

キャリアーガス：ヘリウム

流量：セボフルランの保持時間が約 3 分になるように調整する。

スプリット比：1 : 20

システム適合性

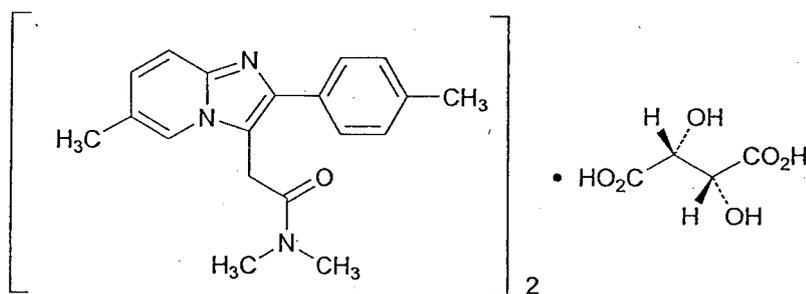
システムの性能：標準溶液 1 μL につき、上記の条件で操作するとき、セボフルラン、内標準物質の順に流出し、その分離度は 3 以上である。

システムの再現性：標準溶液 1 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ボフルラ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。

ゾルピデム酒石酸塩

Zolpidem Tartrate
酒石酸ゾルピデム



$(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6 : 764.87$

N,N,6-Trimethyl-2-(4-methylphenyl)imidazo[1,2-*a*]pyridine-3-acetamide hemi-(2*R*,3*R*)-tartrate
[99294-93-6]

本品は定量するとき、換算した脱水物に対し、ゾルピデム酒石酸塩 $[(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6]$ 98.5 ~ 101.0%を含む。

性状 本品は白色の結晶性の粉末である。

本品は酢酸 (100) に溶けやすく、*N,N*-ジメチルホルムアミド又はメタノールにやや溶けやすく、水にやや溶けにくく、エタノール (99.5) 又は無水酢酸に溶けにくい。

本品は 0.1 mol/L 塩酸試液に溶ける。

本品は光によって徐々に黄色となる。

旋光度 $[\alpha]_D^{20}$: 約 +1.8° (1 g, *N,N*-ジメチルホルムアミド, 20 mL, 100 mm) .

確認試験

(1) 本品 50 mg を酢酸 (100) 5 mL に溶かし、ドラージェンドルフ試液 3 滴を加えるとき、だいたい色の沈殿を生じる。

(2) 本品の 0.1 mol/L 塩酸試液溶液 (1 → 100000) につき、紫外可視吸光度測定法 (2.24) 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、両者のスペクトルは同一波長のところに同様の強度の吸収を認める。

(3) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法 (2.25) 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。

(4) 本品のメタノール溶液 (1 → 10) は酒石酸塩の定性反応 (3) (1.09) を呈する。

純度試験

(1) 重金属 (1.07) 本品 2.0 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 (10 ppm 以下)。

(2) 類縁物質 本品 10 mg をメタノール 20 mL に溶かし、試料溶液とする。この液 1 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、メタノールを加えて正確に 20 mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 5 μL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフィー (2.01) 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、試料溶液のゾルピデム以外のピーク面積は、標準溶液のゾルピデムのピーク面積より大きくない。

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：254 nm)

カラム：内径 4.6 mm, 長さ 7.5 cm のステンレス管に 5 μm の液体クロマトグラフィー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 4.9 g に水 1000 mL を加えた後、トリエチルアミンを加えて pH5.5 に調整した液 11 容量にメタノール 5 容量及びアセトニトリル 4 容量を加える。

流量：ゾルピデムの保持時間が約 5 分になるように調整する。

面積測定範囲：ゾルピデムの保持時間の約 5 倍の範囲

システム適合性

システムの性能：本品及びパラオキシ安息香酸ベンジル 10 mg ずつをメタノール 100 mL に溶かす。この液 5 μ L につき、上記の条件で操作するとき、ゾルピデム、パラオキシ安息香酸ベンジルの順に溶出し、その分離度は 9 以上である。

システムの再現性：標準溶液 5 μ L につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、ゾルピデムのピーク面積の相対標準偏差は 5.0% 以下である。

(3) 残留溶媒 別に規定する。

水分 (2.48) 3.0% 以下 (0.5 g, 容量滴定法, 直接滴定)。

強熱残分 (2.44) 0.1% 以下 (1 g)。

定量法 本品約 0.4 g を精密に量り、無水酢酸/酢酸 (100) 混液 (7:3) 100 mL に溶かし、0.1 mol/L 過塩素酸で滴定 (2.50) 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 mol/L 過塩素酸 1 mL = 38.24 mg $(C_{19}H_{21}N_3O)_2 \cdot C_4H_6O_6$

貯法

保存条件 遮光して保存する。

容器 気密容器。