

医薬品各条の部 セフロキシム アキシセチルの条純度試験の項を次のように改める。

セフロキシム アキシセチル

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) 類縁物質 本品25 mgをメタノール4 mLに溶かし、リン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて10 mLとし、試料溶液とする。この液1 mLを正確に量り、メタノール40 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)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2 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) により試験を行い、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、試料溶液のセフロキシムアキシセチル以外のピーク的面積は、標準溶液のセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積の1.5倍より大きくない。また、試料溶液のセフロキシムアキシセチル以外のピークの合計面積は、標準溶液のセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積の4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ロキシムアキシセチルの二つのピークのうち保持時間の大きい方のピークの約3倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液1 mLを正確に量り、メタノール4 mLを加え、更にリン酸二水素アンモニウム溶液(23→1000)を加えて正確に10 mLとする。この液2 μLから得たセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積が、標準溶液のセフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積の7～13 %になることを確認する。

システムの性能：標準溶液2 μLにつき、上記の条件で操作するとき、セフロキシムアキシセチルの二つのピークの分離度は1.5以上である。

システムの再現性：標準溶液2 μLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフロキシムアキシセチルの二つのピークの合計面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

(3) アセトン 本品約1 gを精密に量り、内標準溶液0.2 mLを正確に加え、更にジメチルスルホキシドを加えて溶かし、10 mLとし、試料溶液とする。別にアセトン約0.5 gを精密に量り、ジメチルスルホキシドを加えて正確に100 mLとする。この液0.2 mLを正確に量り、内標準溶液0.2 mLを正確に加え、更にジメチルスルホキシドを加えて10 mLとし、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アセトンのピーク面積の比 Q_T 及び Q_S を求めるとき、アセトンの量は1.3 %以下である。

$$\text{アセトンの量(\%)} = M_S / M_T \times Q_T / Q_S \times 1 / 5$$

M_S ：アセトンの秤取量(g)

M_T ：本品の秤取量(g)

内標準溶液 1-プロパノールのジメチルスルホキシド溶液(1→200)

試験条件

検出器：水素炎イオン化検出器

カラム：内径3 mm、長さ2 mのガラス管にガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール600及びガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコール1500を1：1の割合で混合したものを125～150 μmのガスクロマトグラフィー用ケイソウ土に20 %の割合で被覆したものを充填する。

カラム温度：90 °C付近の一定温度

注入口温度：115 °C付近の一定温度

キャリアーガス：窒素

流量：内標準物質の保持時間が約4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1 μLにつき、上記の条件で操作するとき、アセトン、内標準物質の順に流出し、その分離度は5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アセトンのピーク面積の比の相対標準偏差は5.0 %以下である。