シプロフロキサシン

純度試験及び定量法の項を次のように改める.

純度試験

（4） 類縁物質　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品25 mgを水／リン酸混液(13：1) 2 mLに溶かした後，移動相を加えて50 mLとし，試料溶液とする．この液2 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液50 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，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のシプロフロキサシン以外のピークの合計面積は，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の2.5倍より大きくない．ただし，シプロフロキサシンに対する相対保持時間約0.4，約0.5及び約1.2のピーク面積は自動積分法で求めた面積にそれぞれ感度係数6.7，1.3及び1.4を乗じた値とする．

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：シプロフロキサシンの保持時間の約2倍の範囲

システム適合性

検出の確認：標準溶液5 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に20 mLとする．この液50 μLから得たシプロフロキサシンのピーク面積が，標準溶液のシプロフロキサシンのピーク面積の20～30 %になることを確認する．

システムの性能：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシ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3500段以上，1.5以下である．

システムの再現性：標準溶液50 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である．

定量法　本操作は遮光した容器を用いて行う．本品及びシプロフロキサシン標準品を乾燥し，その約25 mgずつを精密に量り，それぞれを水／リン酸混液(13：1) 2 mLに溶かした後，移動相を加えて正確に50 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10 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，それぞれの液のシプロフロキサシンのピーク面積A_T及びA_Sを測定する．

シプロフロキサシン($C_{17}H_{18}FN_3O_3$)の量(mg)＝$M_S \times A_T / A_S$

M_S：シプロフロキサシン標準品の秤取量(mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計(測定波長：278 nm)

カラム：内径4 mm，長さ25 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填する．

カラム温度：40 ℃付近の一定温度

移動相：リン酸2.88 gに水を加えて1000 mLとし，トリエチルアミンを加えてpH 3.0に調整する．この液870 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル130 mLを加える．

流量：シプロフロキサシンの保持時間が約7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 μLにつき，上記の条件で操作するとき，シプロフロキサシ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3500段以上，1.5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，シプロフロキサシンのピーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である．