セフロキサジン水和物

確認試験及び純度試験の項を次のように改める.

確認試験

（１） 本品の0.001 mol/L塩酸試液溶液(1→50000)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セフロキサジ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セフロキサジ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.

（３）本品の核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ギ酸溶液(1→10)につき，核磁気共鳴スペクトル測定用テトラメチルシランを内部基準物質として核磁気共鳴スペクトル測定法〈*2.21*〉により^{1}Hを測定するとき，δ2.8 ppm付近，δ4.1 ppm付近及びδ6.3 ppm付近にそれぞれ鋭い単一線のシグナルA，B及びCを示し，各シグナルの面積強度比A：B：Cはほぼ4：3：1である.

純度試験

（１） 重金属〈*1.07*〉 本品1.0 gを磁製るつぼに量り，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを加えて混和し，エタノールに点火して燃焼させた後，弱く加熱して炭化する．冷後，硝酸2 mLを加えて注意して加熱した後，500～600 ℃で強熱して灰化する．もしこの方法で，なお炭化物が残るときは，少量の硝酸で潤し，再び強熱して灰化する．冷後，塩酸6 mLを加え，水浴上で蒸発乾固する．次に残留物を塩酸3滴で潤し，熱湯10 mLを加え，水浴上で加温して溶かし，冷後，アンモニア試液を滴加してpH 3～4に調整した後，希酢酸2 mLを加え，必要ならばろ過し，ネスラー管に入れ，るつぼは水10 mLで洗い，洗液及び水を加えて50 mLとする．これを検液とし，試験を行う．比較液は鉛標準液2.0 mL，硝酸マグネシウム六水和物のエタノール(95)溶液(1→10) 10 mLを磁製るつぼに量り，以下検液の調製と同様に操作する(20 ppm以下).

（２） 類縁物質 本品10 mgを移動相100 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，移動相を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液40 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サジンに対する相対保持時間約0.07，0.6及び0.8のピーク面積は，それぞれ標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の2倍，4倍及び標準溶液のセフロキサジンのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフロキサジン及び上記以外のピークの面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の1／2より大きくなく，かつ試料溶液のセフロキサジン以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の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：254 nm)

カラム：内径4.6 mm，長さ10 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：25 ℃付近の一定温度

移動相：過塩素酸ナトリウム1.4 gを水／アセトニトリル混液(489：11) 1000 mLに溶かす.

流量：セフロキサジンの保持時間が約20分になるように調整する.

面積測定範囲：セフロキサジンの保持時間の約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40 μLから得たセフロキサジンのピーク面積が，標準溶液のセフロキサジンのピーク面積の7～13 %になることを確認する.

システムの性能：本品3 mg及びオルシン15 mgを移動相100 mLに溶かす．この液40 μLにつき，上記の条件で操作するとき，オルシン，セフロキサジンの順に溶出し，その分離度は3以上である.

システムの再現性：標準溶液40 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフロキサジンのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である.