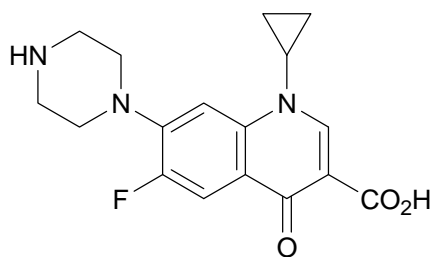


1 シプロフロキサシン

2 Ciprofloxacin



3

4 $C_{17}H_{18}FN_3O_3$: 331.34

5 1-Cyclopropyl-6-fluoro-4-oxo-7-(piperazin-1-yl)-1,4-

6 dihydroquinoline-3-carboxylic acid

7 [85721-33-1]

8 本品を乾燥したものは定量するとき、シプロフロキサシン
9 ($C_{17}H_{18}FN_3O_3$) 98.5~101.0 %を含む。

10 **性状** 本品は白色～淡黄白色の結晶性の粉末である。

11 本品は水又はエタノール(99.5)にほとんど溶けない。

12 本品は0.1 mol/L塩酸試液又はアンモニア試液に溶ける。

13 本品は光によって徐々に淡黄白色となる。

14 融点：約270℃(分解)。

15 **確認試験**

16 (1) 本品につき、赤外吸収スペクトル測定法(2.25)の臭
17 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
18 品の参照スペクトル又はシプロフロキサシン標準品のスペク
19 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
20 に同様の強度の吸収を認める。

21 (2) 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品及びシプロ
22 フロキサシン標準品50 mgを、それぞれアンモニア試液5
23 mLに溶かし、試料溶液及び標準溶液とする。これらの液に
24 つき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により試験を行う。
25 試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマトグラフィー
26 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
27 トする。この薄層板をアンモニア蒸気中に約15分間放置す
28 る。次にメタノール/ジクロロメタン/アンモニア水(28)/
29 アセトニトリル混液(4:4:2:1)を展開溶媒として約10 cm
30 展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線(主波長254
31 nm)を照射するとき、試料溶液から得た主スポット及び標準
32 溶液から得たスポットの R_f 値は等しい。

33 **純度試験**

34 (1) 塩化物(1.03) 本品1.5 gに水75 mLを加え、5分間煮
35 沸する。冷後、水を加えて75 mLとし、ろ過する。ろ液25
36 mLに希硝酸6 mL及び水を加えて50 mLとする。これを検液
37 とし、試験を行う。比較液は0.01 mol/L塩酸0.30 mLに希硫
38 酸6 mL及び水を加えて50 mLとする(0.021 %以下)。

39 (2) 重金属(1.07) 本品2.0 gをとり、第4法により操作
40 し、試験を行う。比較液には鉛標準液2.0 mLを加える(10
41 ppm以下)。

42 (3) フルオロキノロン酸 本操作は遮光した容器を用いて
43 行う。本品50 mgをとり、アンモニア試液に溶かし、正確に
44 5 mLとし、試料溶液とする。別に薄層クロマトグラフィー

45 用フルオロキノロン酸10 mgをとり、アンモニア試液0.1
46 mL及び水に溶かし、正確に100 mLとする。この液2 mLを
47 正確に量り、水を加えて正確に10 mLとし、標準溶液とする。
48 これらの液につき、薄層クロマトグラフィー(2.03)により
49 試験を行う。試料溶液及び標準溶液5 μLずつを薄層クロマ
50 トグラフィー用シリカゲル(蛍光剤入り)を用いて調製した薄
51 層板にスポットする。この薄層板をアンモニア蒸気中に15
52 分間放置する。次にメタノール/ジクロロメタン/アンモニ
53 ア水(28)/アセトニトリル混液(4:4:2:1)を展開溶媒とし
54 て約10 cm展開した後、薄層板を風乾する。これに紫外線
55 (主波長254 nm)を照射するとき、標準溶液から得たスポッ
56 トに対応する位置の試料溶液から得たスポットは、標準溶液
57 のスポットより濃くない。

58 (4) 類縁物質 本操作は遮光した容器を用いて行う。本品
59 25 mgをリン酸2 mLに溶かした後、移動相を加えて50 mL
60 とし、試料溶液とする。この液2 mLを正確に量り、移動相
61 を加えて正確に20 mLとする。この液1 mLを正確に量り、
62 移動相を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。試料溶
63 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
64 ロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞれの液
65 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
66 溶液のシプロフロキサシン以外のピーク面積は、標準溶液
67 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、
68 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、
69 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
70 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
71 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
72 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
73 る。

74 **試験条件**

75 検出器、カラム、カラム温度、移動相及び流量は定量法
76 の試験条件を準用する。

77 面積測定範囲：シプロフロキサシンの保持時間の約2倍
78 の範囲

79 **システム適合性**

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

85 システムの性能：標準溶液50 μLにつき、上記の条件で
86 操作するとき、シプロフロキサシンのピークの理論段
87 数及びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、
88 1.5以下である。

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

92 (5) 残留溶媒 別に規定する。

93 **乾燥減量**(2.41) 1.0 %以下(2 g, 減圧, 120℃, 6時間)。

94 **強熱残分**(2.44) 0.1 %以下(2 g)。

95 **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
96 フロキサシン標準品を乾燥し、その約25 mgずつを精密に
97 量り、それぞれをリン酸2 mLに溶かした後、移動相を加え
98 て正確に50 mLとし、試料溶液及び標準溶液とする。試料溶

99 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
100 ロマトグラフィー〈2.01〉により試験を行い、それぞれの液
101 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。

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

103 M_S : シプロフロキサシン標準品の秤取量(mg)

104 試験条件

105 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 278 nm)

106 カラム : 内径4 mm, 長さ25 cmのステンレス管に5 µm
107 の液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル化シ
108 リカゲルを充填する。

109 カラム温度 : 40 °C付近の一定温度

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

114 流量 : シプロフロキサシンの保持時間が約7分になるよ
115 うに調整する。

116 システム適合性

117 システムの性能 : 標準溶液10 µLにつき、上記の条件で
118 操作するとき、シプロフロキサシンのピークの理論段
119 数及びシンメトリー係数は、それぞれ3500段以上、
120 1.5以下である。

121 システムの再現性 : 標準溶液10 µLにつき、上記の条件
122 で試験を6回繰り返すとき、シプロフロキサシンのピ
123 ーク面積の相対標準偏差は1.0 %以下である。

124 貯法

125 保存条件 遮光して保存する。

126 容器 気密容器。

127 -----

128 9. 01 標準品の(1)の項に次を追加する。

129 シプロフロキサシン標準品

130 9. 41 試薬・試液の項に次を追加する。

131 フルオロキノロン酸、薄層クロマトグラフィー用
132 $C_{13}H_9ClFNO_3$ 白色～淡褐色の粉末である。

133 純度試験 本品のアセトニトリル溶液(1→1250) 8 µLにつき、
134 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
135 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
136 率法によりそれらの量を求めるとき、フルオロキノロン酸の
137 ピークの量は98.0 %以上である。

138 試験条件

139 検出器 : 紫外吸光光度計(測定波長 : 263 nm)

140 カラム : 内径4 mm, 長さ12.5 cmのステンレス管に5
141 µmの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
142 化シリカゲルを充填する。

143 カラム温度 : 40 °C付近の一定温度

144 移動相A : 薄めたリン酸(1→500)

145 移動相B : メタノール

146 移動相の送液 : 移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
147 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 ~ 5.5	60 → 55	40 → 45
5.5 ~ 14	55 → 25	45 → 75
14 ~ 15	25 → 15	75 → 85

148 流量 : 毎分1.5 mL(フルオロキノロン酸の保持時間約8
149 分)

150 面積測定範囲 : 溶媒のピークの後から注入後15分まで
151 システム適合性

152 システムの性能 : 本品のアセトニトリル溶液(1→1250)
153 8 µLにつき、上記の条件で操作するとき、フルオロ
154 キノロン酸のピークの理論段数及びシンメトリー係数
は、それぞれ10000段以上、1.5以下である。