

医薬品各条の部 セフジニルの錠純度試験の項(2)の目を次のように改める。

セフジニル

純度試験

(2) 類縁物質 本品約0.1 gをとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液10 mLに溶かす。この液3 mLに、pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20 mLとし、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 (2.0I) 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、セフジニルに対する相対保持時間約0.7、約1.2及び約1.5のピークの量はそれぞれ0.7 %以下、0.3 %以下及び0.8 %以下であり、相対保持時間約0.85、約0.93、約1.11及び約1.14のピークの合計量は0.4 %以下であり、セフジニル及び上記以外のピークの量は0.2 %以下である。また、セフジニル以外のピークの合計量は3.0 %以下である。

試験条件

検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

カラム：内径4.6 mm、長さ15 cmのステンレス管に5 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填する。

カラム温度：40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相A：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液1000 mLに0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム試液0.4 mLを加える。

移動相B：pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液500 mLに液体クロマトグラフィー用アセトニトリル300 mL及びメタノール200 mLを加え、更に0.1 mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素ナトリウム試液0.4 mLを加える。

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 ~ 2	95	5
2 ~ 22	95 \rightarrow 75	5 \rightarrow 25
22 ~ 32	75 \rightarrow 50	25 \rightarrow 50
32 ~ 37	50	50

流量：毎分1.0 mL (セフジニルの保持時間約22分)

面積測定範囲：溶媒ピークの後から注入後37分まで

システム適合性

検出の確認：試料溶液1 mLにpH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて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、pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセフジニルのピーク面積が、システム適合性試験用溶液のセフジニルのピーク面積の7~13 %になることを確認する。

システムの性能：セフジニル標準品30 mg及びセフジニ

ルラクタム環開裂ラクトン2 mgをとり、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液3 mLに溶かし、pH 5.5のテトラメチルアンモニウムヒドロキシド試液を加えて20 mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、4本に分離したセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク1、ピーク2、セフジニル、セフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3、ピーク4の順に溶出し、セフジニルに対するセフジニルラクタム環開裂ラクトンのピーク3の相対保持時間は約1.11で、セフジニルのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ7000段以上、3.0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 μ Lにつき、上記の条件で試験を3回繰り返すとき、セフジニルのピーク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。