セフタジジム水和物

基原，旋光度及び純度試験の項を次のように改める．

本品は定量するとき，換算した脱水物1 mg当たり950～1020 μg (力価)を含む．ただし，本品の力価は，セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$：546.58)としての量を質量(力価)で示す．

旋光度〈*2.49*〉　$[\alpha]_D^{20}$：－28～－34° (脱水物に換算したもの0.5 g，pH 6.0のリン酸塩緩衝液，100 mL，100 mm)．

純度試験

（1）　溶状　本品1.0 gを，無水リン酸水素二ナトリウム5 g及びリン酸二水素カリウム1 gを水に溶かして100 mLとした液10 mLに溶かすとき，液は澄明である．この液につき，紫外可視吸光度測定法〈*2.24*〉により試験を行うとき，波長420 nmにおける吸光度は0.20以下である．

（2）　重金属〈*1.07*〉　本品1.0 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(20 ppm以下)．

（3）　類縁物質

（i）　トリチル－*t*－ブチル体及び*t*－ブチル体　本品0.10 gを薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3) 2 mLに溶かし，試料溶液とする．この液1 mLを正確に量り，薄めたリン酸水素二ナトリウム試液(1→3)を加えて正確に100 mLとし，標準溶液とする．これらの液につき，薄層クロマトグラフィー〈*2.03*〉により試験を行う．試料溶液及び標準溶液2 μLずつを薄層クロマ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層板にスポットする．次に酢酸(100)／酢酸*n*－ブチル／pH 4.5の酢酸塩緩衝液／1－ブタノール混液(16：16：13：3)を展開溶媒として約12 cm展開した後，薄層板を風乾する．これに紫外線(主波長254 nm)を照射するとき，試料溶液から得た主スポットより上部のスポットは，標準溶液から得たスポットより濃くない．

（ii）　その他の類縁物質　本品20 mgを移動相10 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200 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 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*〉により試験を行う．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，試料溶液のセフタジジム以外のピークの面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積より大きくない．また，試料溶液のセフタジジム以外のピークの合計面積は，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の5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20 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：リン酸二水素アンモニウム5.0 gを水750 mLに溶かし，リン酸を加えてpH 3.5に調整した後，水を加えて870 mLとする．この液にアセトニトリル130 mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約4分になるように調整する．

面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフタジジムの保持時間の約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，移動相を加えて正確に5 mLとする．この液5 μLから得たセフタジジムのピーク面積が，標準溶液のセフタジジムのピーク面積の15～25%になることを確認する．

システムの性能：本品及びアセトアニリド10 mgずつを移動相20 mLに溶かす．この液5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，アセトアニリドの順に溶出し，その分離度は10以上である．

システムの再現性：標準溶液5 μLにつき，上記の条件で試験を6回繰り返すとき，セフタジジムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である．

（4）　遊離ピリジン　本品約50 mgを精密に量り，移動相に溶かして正確に10 mLとし，試料溶液とする．別にピリジン約0.1 gを精密に量り，移動相を加えて正確に100 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100 mLとし，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*〉により試験を行う．それぞれの液のピリジンのピーク高さH_T及びH_Sを測定するとき，遊離ピリジンの量は0.3%以下である．

遊離ピリジンの量(mg)＝$M_S \times H_T / H_S \times 1/1000$

M_S：ピリジンの秤取量(mg)

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20 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：リン酸二水素アンモニウム2.88 gを水500 mLに溶かし，アセトニトリル300 mLを加え，更に水を加えて1000 mLとし，アンモニア水(28)を加えてpH 7.0に調整する．

流量：ピリジンの保持時間が約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：本品5 mgをピリジンの移動相溶液(1→20000) 100 mLに溶かす．この液10 μLにつき，上記の条件で操作するとき，セフタジジム，ピリジンの順に溶出し，その分離度は9以上である．

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，ピリジンのピーク高さの相対標準偏差は5.0%以下である．

乾燥減量の項を削除し，純度試験の項の次に次を加える．

水分〈*2.48*〉　13.0～15.0%(0.1 g，容量滴定法，直接滴定)．

定量法の項を次のように改める．

定量法　本品約0.1 g (力価)に対応する量を精密に量り，pH

7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に100 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，試料溶液とする．別にセフタジジム標準品約20 mg（力価)に対応する量を精密に量り，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし，正確に20 mLとする．この液10 mLを正確に量り，内標準溶液5 mLを正確に加えた後，pH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液を加えて50 mLとし，標準溶液とする．試料溶液及び標準溶液5 μLにつき，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，内標準物質のピーク面積に対するセフタジジムのピーク面積の比Q_T及びQ_Sを求める．

セフタジジム($C_{22}H_{22}N_6O_7S_2$)の量[μg (力価)]

$= M_S \times Q_T / Q_S \times 5000$

M_S：セフタジジム標準品の秤取量[mg (力価)]

内標準溶液　ジメドンのpH 7.0の0.05 mol/Lリン酸塩緩衝液溶液(11→10000)

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ヘキサシリル化シリカゲルを充塡する．

カラム温度：25℃付近の一定温度

移動相：無水リン酸水素二ナトリウム4.26 g及びリン酸二水素カリウム2.72 gを水980 mLに溶かし，アセトニトリル20 mLを加える．

流量：セフタジジムの保持時間が約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5 μLにつき，上記の条件で操作するとき，内標準物質，セフタジジムの順に溶出し，その分離度は3以上である．

システムの再現性：標準溶液5 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セフタジジムのピーク面積の比の相対標準偏差は1.0%以下である．