

1 ロキシスロマイシン

2 純度試験(2)及び定量法の項を次のように改める。

3 純度試験

4 (2) 類縁物質 本品40 mgを正確に量り、移動相Aに溶かし、
5 正確に10 mLとし、試料溶液とする。別にロキシスロマイシン
6 標準品20 mgを正確に量り、移動相Aに溶かし、正確
7 に10 mLとする。この液1 mLを正確に量り、移動相Aを加
8 え正確に100 mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準
9 溶液20 μ Lずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラ
10 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
11 ク面積を自動積分法により測定するとき、試料溶液のロキシ
12 スロマイシンに対する相対保持時間約1.05のピーク面積は、
13 標準溶液のロキシスロマイシンのピーク面積の2倍より大き
14 くなく、試料溶液のロキシスロマイシン及び上記のピーク以
15 外のピークの面積は、標準溶液のロキシスロマイシンのピー
16 ク面積より大きくない。また、試料溶液のロキシスロマイシ
17 ン以外のピークの合計面積は、標準溶液のロキシスロマイシ
18 ンのピーク面積の6倍より大きくない。

19 試験条件

20 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：205 nm)

21 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
22 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
23 化シリカゲルを充填する。

24 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

25 移動相A：リン酸二水素アンモニウム溶液(17→100)
26 200 mLに水510 mLを加え、2 mol/L水酸化ナトリウ
27 ム試液を加えてpH 5.3に調整する。この液にアセト
28 ニトリル315 mLを加える。

29 移動相B：アセトニトリル/水混液(7：3)

30 移動相の送液：移動相A及び移動相Bの混合比を次のよ
31 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%)
0～38	100	0
38～39	100→90	0→10
39～80	90	10

32 流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約21分になる
33 ように調整する。

34 面積測定範囲：試料溶液注入後80分間

35 システム適合性

36 検出の確認：標準溶液2 mLを正確に量り、移動相Aを
37 加えて正確に10 mLとする。この液20 μ Lから得たロ
38 キシスロマイシンのピーク面積が、標準溶液のロキシ
39 スロマイシンのピーク面積の15～25 %になることを
40 確認する。

41 システムの性能：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件で
42 操作するとき、ロキシスロマイシンのピークの理論段
43 数及びシンメトリー係数は、それぞれ9000段以上、
44 1.5以下である。

45 システムの再現性：標準溶液20 μ Lにつき、上記の条件
46 で試験を5回繰り返すとき、ロキシスロマイシンのピー
47 ク面積の相対標準偏差は2.0 %以下である。

48 定量法 本品及びロキシスロマイシン標準品約38 mg (力価)に
49 対応する量を精密に量り、それぞれを移動相に溶かした後、
50 内標準溶液1 mLずつを正確に加え、移動相を加えて25 mL
51 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
52 10 μ Lにつき、次の条件で液体クロマトグラフィー〈2.01〉
53 により試験を行い、内標準物質のピーク面積に対するロキシ
54 スロマイシンのピーク面積の比 Q_r 及び Q_s を求める。

55 ロキシスロマイシンの量[μ g (力価)]= $M_s \times Q_r / Q_s \times 1000$

56 M_s ：ロキシスロマイシン標準品の秤取量[mg (力価)]

57 内標準溶液 パラオキシ安息香酸イソプロピルの移動相溶
58 液(1→800)

59 試験条件

60 検出器：紫外吸光光度計(測定波長：230 nm)

61 カラム：内径4.6 mm、長さ25 cmのステンレス管に5
62 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
63 化シリカゲルを充填する。

64 カラム温度：25 $^{\circ}$ C付近の一定温度

65 移動相：リン酸二水素アンモニウム49.1 gを水に溶かし
66 1000 mLとし、2 mol/L水酸化ナトリウム試液を加え
67 てpH 5.3に調整する。この液690 mLにアセトニトリ
68 ル310 mLを加える。

69 流量：ロキシスロマイシンの保持時間が約12分になる
70 ように調整する。

71 システム適合性

72 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
73 操作するとき、ロキシスロマイシン、内標準物質の順
74 に溶出し、その分離度は10以上である。

75 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
76 で試験を6回繰り返すとき、内標準物質のピーク面積
77 に対するロキシスロマイシンのピーク面積の比の相対
78 標準偏差は1.0 %以下である。

79