

1 セフィキシム水和物

2 確認試験(3)、純度試験及び定量法の項を次のように改める。

3 確認試験

4 (3)本品50 mgを核磁気共鳴スペクトル測定用重水素化ジメ
5 チルスルホキシド/核磁気共鳴スペクトル測定用重水混液
6 (4:1) 0.5 mLに溶かした液につき、核磁気共鳴スペクトル
7 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
8 スペクトル測定法(2.21)により¹Hを測定するとき、 δ 4.7
9 ppm付近に単一線のシグナルAを、 δ 6.5 ~ 7.4 ppm付近に
10 多重線のシグナルBを示し、各シグナルの面積強度比A:B
11 はほぼ1:1である。

12 純度試験 本品0.1 gをpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液100
13 mLに溶かし、試料溶液とする。試料溶液10 μ Lにつき、次
14 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。
15 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
16 積百分率法によりそれらの量を求めるとき、セフィキシム以
17 外のピークの量は1.0%以下であり、セフィキシム以外のピー
18 クの合計量は2.5%以下である。

19 試験条件

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

22 面積測定範囲：溶媒のピークの後からセフィキシムの保
23 持時間の約3倍の範囲

24 システム適合性

25 検出の確認：試料溶液1 mLにpH 7.0の0.1 mol/Lリン酸
26 塩緩衝液を加えて100 mLとし、システム適合性試験
27 用溶液とする。システム適合性試験用溶液1 mLを正
28 確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液を加え
29 て正確に10 mLとする。この液10 μ Lから得たセフィ
30 キシムのピーク面積が、システム適合性試験用溶液の
31 セフィキシムのピーク面積の7 ~ 13%になることを
32 確認する。

33 システムの性能：システム適合性試験用溶液10 μ Lにつ
34 き、上記の条件で操作するとき、セフィキシムのピー
35 クの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ
36 4000段以上、2.0以下である。

37 システムの再現性：システム適合性試験用溶液10 μ Lに
38 つき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、セフィ
39 キシムのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下であ
40 る。

41 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
42 の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に100 mLとする。
43 この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩
44 衝液を加えて正確に50 mLとし、試料溶液とする。別にセフ
45 ィキシム標準品約20 mg(力価)に対応する量を精密に量り、
46 pH 7.0の0.1 mol/Lリン酸塩緩衝液に溶かし、正確に20 mL
47 とする。この液10 mLを正確に量り、pH 7.0の0.1 mol/Lリ
48 ン酸塩緩衝液を加えて正確に50 mLとし、標準溶液とする。
49 試料溶液及び標準溶液10 μ Lずつを正確にとり、次の条件で
50 液体クロマトグラフィー(2.01)により試験を行い、それぞ
51 れの液のセフィキシムのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

52 セフィキシム($C_{16}H_{15}N_5O_7S_2$)の量[μ g(力価)]

$$53 = M_S \times A_T / A_S \times 5000$$

54 M_S ：セフィキシム標準品の秤取量[mg(力価)]

55 試験条件

56 検出器：紫外吸光度計(測定波長：254 nm)

57 カラム：内径4 mm、長さ125 mmのステンレス管に4
58 μ mの液体クロマトグラフィー用オクタデシルシリル
59 化シリカゲルを充填する。

60 カラム温度：40°C付近の一定温度

61 移動相：テトラブチルアンモニウムヒドロキシド試液溶
62 液(10→13) 25 mLに水を加えて1000 mLとし、この
63 液に薄めたリン酸(1→10)を加えてpH 6.5に調整する。
64 この液300 mLにアセトニトリル100 mLを加える。

65 流量：セフィキシムの保持時間が約10分になるように
66 調整する。

67 システム適合性

68 システムの性能：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件で
69 操作するとき、セフィキシムのピークの理論段数及び
70 シンメトリー係数は、それぞれ4000段以上、2.0以下
71 である。

72 システムの再現性：標準溶液10 μ Lにつき、上記の条件
73 で試験を6回繰り返すとき、セフィキシムのピーク面
74 積の相対標準偏差は2.0%以下である。
75