フラジオマイシン硫酸塩・ベンジルペニシリンプロカイン油性乳房注入剤
Fradiomycin Sulfate－Benzylpenicillin Procaine Oily Intramammary Suspension
（硫酸フラジオマイシン・ベンジルペニシリンプロカイン油性乳房注入剤）

本品は、フラジオマイシン硫酸塩及びベンジルペニシリンプロカインの油性の乳房注入剤である。

確認試験

本品の表示フラジオマイシンの力価に従い、約200mg（力価）に対応する量をとり、ヘキサン10mLを加え、よく振り混ぜた後、遠心分離する。得られた残留物をヘキサン10mLずつで2回洗った後、メタノール適当量及び活性炭1gを加えてよくかき混ぜ、遠心分離又はろ過する。必要ならば、更に活性炭1gを加えてこの操作を操り返し、上澄液又はろ液をとり、本品の表示ベンジルペニシリンの力価に従い、約10,000単位/mLの溶液を作り、試料－1とする。残留物に水20mLを加え、よく振り混ぜ、ろ過し、ろ液を試料－2とする。

1　フラジオマイシン硫酸塩

(1) 試料－2の5mLにニンヒドリン試液1mL及びピリジン0.5mLを加え、10分間加熱するとき、液は紫色を呈する。

(2) 試料－2の1mLに塩化バリウム試液1滴を加えるとき、液は白濁する。

(3) 本品につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行い、確認する。

① 展開溶媒　［水／1－ブタノール／酢酸（100）／ピリジン混液（8：6：4：1）］を用いる。

② 常用標準希釈液　常用標準フラジオマイシン適当量をとり、水を加えて溶かし、約10mg（力価）/mLの希釈液を作る。

③ 試料溶液　試料－2を試料溶液とする。

④ 薄層板　薄層クロマトグラフィー用微結晶セルロースを用いる。

⑤ 判定　展開した薄層板に0.2％ニンヒドリン・水飽和1－ブタノール試液を均一に噴霧した後、100℃で約10分間加熱するとき、試料溶液の示すR_f値0.5付近の紫色のスポットは、常用標準希釈液のそれと等しい。

2　ベンジルペニシリンプロカイン

(1) 試料－1をとり、30～40℃の水浴中で減圧してメタノールを留去し、残留物の飽和水溶液にヨウ素試液を加えるとき、褐色の沈殿を生ずる。

(2) (1)で得た残留物の飽和溶液5mLに希塩酸3滴を加えて振り混ぜ、亜硝酸ナトリウム溶液（1→10）を1滴加える。この液に水酸化ナトリウム試液2mLと水3mLの混液に2－ナフトール50mgを溶かした液を滴加するとき、橙赤色～赤褐色の沈殿を生ずる。

(3) 本品につき、薄層クロマトグラフィーにより試験を行い、確認する。

① 展開溶媒　［アセトン／水／メタノール混液（2：1：1）］を用いる。

② 標準希釈液　ベンジルペニシリンプロカイン適当量をとり、メタノールを加えて溶かし、約10,000単位/mLの希釈液を作る。

③ 試料溶液　試料－1を試料溶液とする。

④ 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルを用いる。

⑤ 判定　展開した薄層板にヨードアジド試液を均一に噴霧した後、約100℃で約10分間加熱するとき、試料溶液の示す紫色のスポット（プロカイン）及び白色のスポット（ベンジルペニシリン）のR_f値は、標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示されたフラジオマイシン硫酸塩の力価及びベンジルペニシリンの力価のそれぞれ90～120％を含む。

(2) 無菌試験；適合

(3) 水分；1.4％以下

力価試験

1　フラジオマイシン硫酸塩

円筒平板法

①　培地　種層用寒天培地及び基層用寒天培地

ペプトン	6.0g	塩化ナトリウム	2.5g
酵母エキス	3.0g	ブドウ糖	1.0g
肉エキス	1.5g	カンテン	13.0～20.0g

以上をとり、水を加えて溶かし、1,000mLとし、滅菌する。pHは、7.9～8.1とする。

②　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538P を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準フラジオマイシン適当量をとり、減圧下(0.67kPa以下)、60℃で3時間乾燥し、その約20mg(力価)に対応する量を精密に量り、0.1mol/Lリン酸塩・塩化ナトリウム緩衝液(pH8.0)を加えて溶かし、約1mg(力価)/mLの濃度の明らかな原液を作る。原液は15℃以下に保存し、30日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、同緩衝液で正確に希釈して160μg(力価)/mL及び40μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示フラジオマイシンの力価に従い、適当量を精密に量り、本品の表示ベンジルペニシリンの力価に従い、ベンジルペニシリンを溶解するのに十分な量のアセトンを加えて十分にかき混ぜた後、遠心分離する。得られた残留物について、この操作を3回繰り返す。残留物を風乾した後、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH8.0)を加えて、約1mg(力価)/mLの濃度の明らかな試料原液を作る。必要ならば、ろ過又は遠心分離する。この液の適量を正確に量り、同緩衝液で正確に希釈して160μg(力価)/mL及び40μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

2　ベンジルペニシリンプロカイン

円筒平板法

①　培地　種層用寒天培地及び基層用寒天培地

ペプトン	10.0g	塩化ナトリウム	2.5g
肉エキス	5.0g	カンテン	13.0～20.0g

以上をとり、水を加えて溶かし、1,000mLとし、滅菌する。pHは、6.4～6.6とする。

②　試験菌　*Staphylococcus aureus* ATCC 6538P を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準ベンジルペニシリン20～40mgを精密に量り、1g/dLリン酸塩緩衝液(pH6.0)を加えて溶かし、約1,000単位/mLの濃度の明らかな原液を作る。原液は5℃以下に保存し、2日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、同緩衝液で正確に希釈して2単位/mL及び0.5単位/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示ベンジルペニシリンの力価に従い、適当量を精密に量り、ベンジルペニシリンを溶解するのに十分な量のアセトンを加えて十分にかき混ぜた後、遠心分離し、アセトン層を分取する。残留物についてこの操作を3回繰り返し、分取したアセトン層を合わせ、1g/dLリン酸塩緩衝液(pH6.0)一定量を正確に加えてよく振り混ぜた後、緩衝液層の適当量を正確に量り、これに同緩衝液を加えて、約1,000単位/mLの濃度の明らかな試料原液を作る。この液の適量を正確に量り、同緩衝液で正確に希釈して2単位/mL及び0.5単位/mLの試料溶液を作る。