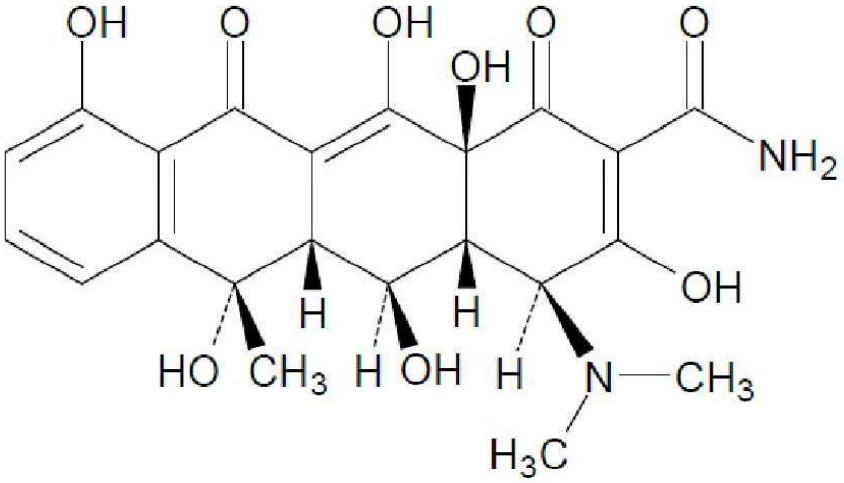
オキシテトラサイクリン類
Oxytetracycline Antibiotic Drugs



オキシテトラサイクリン

1　オキシテトラサイクリンは、*Streptomyces rimosus*の培養によって得られるもの又はその他の方法で得られるこれと同一の物質で、(4*S*,4a*R*,5*S*,5a*R*,6*S*,12a*S*)－4－ジメチルアミノ－3,5,6,10,12,12a－ヘキサヒドロキシ－6－メチル－1,11－ジオキソ－1,4,4a,5,5a,6,11,12a－オクタヒドロテトラセン－2－カルボキサミドである。
2　この類の医薬品は、オキシテトラサイクリン、オキシテトラサイクリンの塩及びこれらを含有する製剤とする。
3　この類の医薬品の力価は、オキシテトラサイクリン($C_{22}H_{24}N_2O_9$)としての量を「質量(力価)」で示す。

オキシテトラサイクリン注射液
Oxytetracycline Injection

本品は、オキシテトラサイクリンの液状の注射液である。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。
(2) pH；7.5～9.0
(3) 無菌試験；適合
(4) 発熱性物質試験；適合

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③ 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④ 試料溶液　本品の表示力価に従い、約25mg(力価)に対応する容量を正確に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて、約1mg(力価)/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、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリン散
Oxytetracycline Powder

本品は、オキシテトラサイクリンの散剤である。

確認試験

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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)］の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg(力価)に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。

(2) 乾燥減量；6.0%以下(第1法、1g、105℃、3時間)

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③ 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④ 試料溶液　本品の表示力価に従い、約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール／塩酸混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜ、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、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリン準散
Powdered Mixture of Oxytetracycline and Feed

本品は、オキシテトラサイクリンの準散剤である。

確認試験

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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)］の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg(力価)に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。

(2) 乾燥減量；11.5%以下(第1法、1g、105℃、3時間)

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③ 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④ 試料溶液　本品の表示力価に従い、約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、メタノール／塩酸混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜ、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、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリンアルキルトリメチルアンモニウムカルシウム塩散
Oxytetracycline Quaternary Salt Powder
（アルキルトリメチルアンモニウムカルシウムオキシテトラサイクリン散）

本品は、オキシテトラサイクリンアルキルトリメチルアンモニウムカルシウム塩の散剤である。

確認試験

1　本品の表示力価に従い、約5mg（力価）に対応する量をとり、1mol/L塩酸試液50mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。このろ液20mLを分液漏斗にとり、クロロホルム20mLを加えて振り混ぜる。クロロホルム層をとり、炭酸水素ナトリウム緩衝液（pH9.0）25mL及びブロモチモールブルー炭酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

2　本品の表示力価に従い、約100mg（力価）に対応する量をとり、1mol/L塩酸試液20mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLにアンモニア試液を加えて微酸性とし、シュウ酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき溶ける。

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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→20）混液（13：4：1）］の下層を用いる。

（2）常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg（力価）/mLの希釈液を作る。

（3）試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg（力価）に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg（力価）/mLの試料溶液を作る。

（4）薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

（5）判定　展開した薄層板に紫外線（主波長365nm）を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　（1）本品は、表示された力価の90～120％を含む。
　　（2）乾燥減量；5.0％以下（第2法）

———試験法———

力価試験

（1）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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg（力価）に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸（1→1,000）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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液（pH4.5）で正確に希釈して40μg（力価）/mL及び10μg（力価）/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示力価に従い、適当量を精密に量り、メタノール／塩酸

混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜた後、ろ過又は遠心分離し、約1mg(力価)/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、水酸化ナトリウム溶液(1→20)を用いてpH4.3～4.7に調整した後、必要ならば、キレート剤、例えば0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液等をこの液及び常用標準原液に同濃度となるように加えた後、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(2) 比濁法

① 試験菌及び試験菌液の調製　試験菌として *Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる。ただし、培養時間は6時間とし、透過率は80%となるようにする。

② 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、水で正確に希釈してそれぞれ1mL中1.25、1.00、0.80、0.64及び0.51μg(力価)の希釈液を作る。

③ 試料溶液　本品の表示力価に従い、適当量を精密に量り、メタノール／塩酸混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜた後、ろ過又は遠心分離し、約1mg(力価)/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、水で正確に希釈して0.8μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリンアルキルトリメチルアンモニウムカルシウム塩準散
Powdered Mixture of Oxytetracycline Quaternary Salt and Feed
(アルキルトリメチルアンモニウムカルシウムオキシテトラサイクリン準散)

本品は、オキシテトラサイクリンアルキルトリメチルアンモニウムカルシウム塩の準散剤である。

確認試験

1　本品の表示力価に従い、約5mg(力価)に対応する量をとり、1mol/L塩酸試液50mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。このろ液20mLを分液漏斗にとり、クロロホルム20mLを加えて振り混ぜる。クロロホルム層をとり、炭酸水素ナトリウム緩衝液(pH9.0)25mL及びブロモチモールブルー炭酸ナトリウム試液1mLを加えて振り混ぜるとき、クロロホルム層は黄色を呈する。

2　本品の表示力価に従い、約100mg(力価)に対応する量をとり、1mol/L塩酸試液20mLを加えてよく振り混ぜた後、ろ過する。ろ液5mLにアンモニア試液を加えて微酸性とし、シュウ酸アンモニウム試液を加えるとき、白色の沈殿を生じる。沈殿を分取し、これに希酢酸を加えても溶けないが、希塩酸を追加するとき溶ける。

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　[クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)]の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg(力価)に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。
(2) 乾燥減量；12.0%以下(第1法、1g、105℃、3時間)

———試験法———

力価試験

(1) 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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示力価に従い、適当量を精密に量り、メタノール／塩酸

混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜた後、ろ過又は遠心分離し、約1mg(力価)/mLの濃度の明らかな試料原液を作る。この原液の適量を正確に量り、水酸化ナトリウム溶液(1→20)を用いてpH4.3～4.7に調整した後、必要ならば、キレート剤、例えば0.1mol/Lエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム試液等をこの液及び常用標準原液に同濃度となるように加え、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(2) 比濁法

① 試験菌及び試験菌液の調製　試験菌として *Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる。ただし、培養時間は6時間とし、透過率は80%となるようにする。

② 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、水で正確に希釈してそれぞれ1mL中1.25、1.00、0.80、0.64及び0.51μg(力価)の希釈液を作る。

③ 試料溶液　本品の表示力価に従い、適当量を精密に量り、メタノール／塩酸混液(49：1)一定量を正確に加えて激しくかき混ぜた後、ろ過又は遠心分離し、約1mg(力価)/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、水で正確に希釈して0.8μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリン塩酸塩注射液
Oxytetracycline Hydrochloride Injection
(塩酸オキシテトラサイクリン注射液)

本品は、オキシテトラサイクリン塩酸塩の液状の注射剤である。

確認試験

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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)］の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg(力価)に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。
(2) pH；7.5～9.0
(3) 無菌試験；適合
(4) エンドトキシン；0.1EU/mg(力価)未満

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③ 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④ 試料溶液　本品の表示力価に従い、約25mg(力価)に対応する容量を正確に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて振り混ぜ、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、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリン塩酸塩散
Oxytetracycline Hydrochloride Powder
（塩酸オキシテトラサイクリン散）

本品は、オキシテトラサイクリン塩酸塩の散剤である。

確認試験

1　本品の表示力価に従い、約10mg（力価）に対応する量をとり、水20mLを加えて溶かし、必要ならば、活性炭を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。このろ液10mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき、液は白濁する。

2　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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→20）混液（13：4：1）］の下層を用いる。

（2）常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg（力価）/mLの希釈液を作る。

（3）試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg（力価）に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜ、約2mg（力価）/mLの試料溶液を作る。

（4）薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

（5）判定　展開した薄層板に紫外線（主波長365nm）を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　（1）本品は、表示された力価の90～120％を含む。
　　（2）乾燥減量；4.0％以下（第2法）

———試験法———

力価試験

（1）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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg（力価）に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸（1→1,000）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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液（pH4.5）で正確に希釈して40μg（力価）/mL及び10μg（力価）/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示力価に従い、30～300mg（力価）に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸（1→1,000）を加えて振り混ぜ、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、静置、ろ過又は遠心分離する。この液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液（pH4.5）で正確に希釈して40μg（力価）/mL及び10μg（力価）/mLの試料溶液を作る。

（2）比濁法

①　試験菌及び試験菌液の調整　試験菌として *Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる。ただし、培養時間は6時間とし、透光率は80％となるようにする。

② 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、5日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、水で正確に希釈してそれぞれ1mL中1.40、1.25、1.00、0.80、0.64及び0.51各μg(力価)の希釈液を作る。

③ 試料溶液　本品の表示力価に従い、30～300mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて振り混ぜ、必要ならば、ろ過し、約1mg(力価)/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、水で正確に希釈して0.8μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(3) 光学的標準曲線法

① 常用標準測定液及び試料測定液　(1)の③の原液及び(1)の④の試料原液の適量をそれぞれ正確に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて正確に希釈し、500μg(力価)/mLの常用標準溶液及び500μg(力価)/mLの試料溶液を作る。常用標準溶液1、1.5、2、2.5及び3mL並びに試料溶液2mLをそれぞれ正確に量り、試験管に入れ、薄めた塩酸(1→1,000)をそれぞれが10mLとなるよう正確に加える。さらに、それぞれに塩化鉄(Ⅲ)六水和物100mgに薄めた塩酸(1→1,000)20mL及び水を加えて溶かし200mLとした溶液10mLを正確に加えて振り混ぜ、室温に10分間放置した後、常用標準測定液及び試料測定液とする。

② 対照液　(3)の①の常用標準溶液1、1.5、2、2.5及び3mL並びに試料溶液2mLをそれぞれ正確に量り、試験管に入れ、薄めた塩酸(1→1,000)をそれぞれが20mLとなるよう正確に加えて振り混ぜ、室温に10分間放置した後、対照液とする。

③ 操作法　波長490nmで透光率又は吸光度を測定する。

オキシテトラサイクリン塩酸塩ペースト
Oxytetracycline Hydrochloride Paste
(塩酸オキシテトラサイクリンペースト)

本品は、オキシテトラサイクリン塩酸塩の内用のペースト剤である。

確認試験

1　本品の表示力価に従い、約10mg(力価)に対応する量をとり、水20mLを加えて溶かし、必要ならば、活性炭を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。このろ液10mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき、液は白濁する。

2　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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)］の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約100mg(力価)に対応する量をとり、クロロホルム約10mLを加えて基剤を溶かす。さらに、0.1mol/L塩酸試液50mLを加えて撹拌した後、静置し、この上澄液を試料溶液とする。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。
　　(2) 水分；1.0%以下

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品1容器から全量をガラス容器にとり、よく混合した後、約100mg(力価)に対応する量を精密に量り、これに約10mLのクロロホルムを加えて基剤を溶かし、更に0.1mol/L塩酸試液100mLを加えてよく撹拌した後、静置し、その上澄液を試料原液とする。この液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

オキシテトラサイクリン塩酸塩粒
Oxytetracycline Hydrochloride Coarse Granules
（塩酸オキシテトラサイクリン粒）

本品は、オキシテトラサイクリン塩酸塩の粒剤である。

確認試験

1　本品の表示力価に従い、約10mg（力価）に対応する量をとり、水20mLを加えて溶かし、必要ならば、活性炭を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。このろ液10mLに硝酸銀試液1滴を加えるとき、液は白濁する。

2　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　［クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液（1→20）混液（13：4：1）］の下層を用いる。

（2）常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg（力価）/mLの希釈液を作る。

（3）試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg（力価）に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜ、約2mg（力価）/mLの試料溶液を作る。

（4）薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

（5）判定　展開した薄層板に紫外線（主波長365nm）を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　（1）本品は、表示された力価の90～120％を含む。
　　（2）乾燥減量；4.0％以下（第2法）

———試験法———

力価試験

（1）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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③　常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg（力価）に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸（1→1,000）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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液（pH4.5）で正確に希釈して40μg（力価）/mL及び10μg（力価）/mLの希釈液を作る。

④　試料溶液　本品の表示力価に従い、30～300mg（力価）に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸（1→1,000）を加えて振り混ぜ、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、静置、ろ過又は遠心分離する。この液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液（pH4.5）で正確に希釈して40μg（力価）/mL及び10μg（力価）/mLの試料溶液を作る。

（2）比濁法

①　試験菌及び試験菌液の調整　試験菌として *Klebsiella pneumoniae* ATCC 10031を用いる。ただし、培養時間は6時間とし、透光率は80％となるようにする。

② 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、5日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、水で正確に希釈してそれぞれ1mL中1.40、1.25、1.00、0.80、0.64及び0.51各μg(力価)の希釈液を作る。

③ 試料溶液　本品の表示力価に従い、30～300mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて振り混ぜ、必要ならば、ろ過し、約1mg(力価)/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、水で正確に希釈して0.8μg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(3) 光学的標準曲線法

① 常用標準測定液及び試料測定液　(1)の③の原液及び(1)の④の試料原液の適量をそれぞれ正確に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて正確に希釈し、500μg(力価)/mLの常用標準溶液及び500μg(力価)/mLの試料溶液を作る。常用標準溶液1、1.5、2、2.5及び3mL並びに試料溶液2mLをそれぞれ正確に量り、試験管に入れ、薄めた塩酸(1→1,000)をそれぞれが10mLとなるよう正確に加える。さらに、それぞれに塩化鉄(Ⅲ)六水和物100mgに薄めた塩酸(1→1,000)20mL及び水を加えて溶かし200mLとした溶液10mLを正確に加えて振り混ぜ、室温に10分間放置した後、常用標準測定液及び試料測定液とする。

② 対照液　(3)の①の常用標準溶液1、1.5、2、2.5及び3mL並びに試料溶液2mLをそれぞれ正確に量り、試験管に入れ、薄めた塩酸(1→1,000)をそれぞれが20mLとなるよう正確に加えて振り混ぜ、室温に10分間放置した後、対照液とする。

③ 操作法　波長490nmで透光率又は吸光度を測定する。

オキシテトラサイクリン塩酸塩乳房注入剤
Oxytetracycline Hydrochloride Intramammary Solution
(塩酸オキシテトラサイクリン乳房注入剤)

本品は、オキシテトラサイクリン塩酸塩の水性の乳房注入剤である。

確認試験

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　[クロロホルム／メタノール／エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物溶液(1→20)混液(13：4：1)]の下層を用いる。

(2) 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン適当量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて溶かし、約2mg(力価)/mLの希釈液を作る。

(3) 試料溶液　本品の表示力価に従い、約50mg(力価)に対応する量をとり、0.1mol/L塩酸メタノール試液を加えて振り混ぜた後、ろ過し、約2mg(力価)/mLの試料溶液を作る。

(4) 薄層板　薄層クロマトグラフィー用シリカゲルをあらかじめエチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物飽和水溶液で展開した後、130℃で2時間乾燥して活性化し、用いる。

(5) 判定　展開した薄層板に紫外線(主波長365nm)を照射するとき、試料溶液の示すスポットのR_f値は、常用標準希釈液のそれと等しい。

規格　(1) 本品は、表示された力価の90～120%を含む。
　　(2) 無菌試験；適合

———試験法———

力価試験　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	ブドウ糖	1.0g
酵母エキス	3.0g	カンテン	13.0～20.0g
肉エキス	1.5g		

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　*Micrococcus luteus* ATCC 9341 を用いる。

③ 常用標準希釈液　常用標準オキシテトラサイクリン約25mg(力価)に対応する量を精密に量り、薄めた塩酸(1→1,000)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5℃以下に保存し、7日以内に使用する。用時、原液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの希釈液を作る。

④ 試料溶液　本品の表示力価に従い、約25mg(力価)に対応する容量を正確に量り、薄めた塩酸(1→1,000)を加えて振り混ぜ、約1mg(力価)/mLの濃度の明らかな試料原液を作る。必要があればろ過又は遠心分離する。この液の適量を正確に量り、0.1mol/Lリン酸塩緩衝液(pH4.5)で正確に希釈して40μg(力価)/mL及び10μg(力価)/mLの試料溶液を作る。